



Masterarbeit

**Charakterisierung und Weiterentwicklung von
faserverstärkten Hochleistungsthermoplasten als
Ventilplattenwerkstoffe**

verfasst von

Georg Koppelmüller, BSc.



Vorstand: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Clemens Holzer

Leoben, September 2013

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.

Affidavit

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

Datum / Date

Unterschrift / Signature

Danksagung

Diese Arbeit entstand ab Oktober 2012 am Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben. An erster Stelle möchte ich mich bei Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Clemens Holzer für die Möglichkeit der Durchführung der vorliegenden Arbeit sowie für die Begutachtung derselben bedanken.

Besonderen Dank möchte ich meinem Betreuer Dipl.-Ing. Marian Janko für die ausgezeichnete Betreuung, die stetige fachliche Unterstützung, die anregenden Gespräche und den Einsatz bei der Durchsicht der Arbeit aussprechen.

Ich möchte der Firma Hoerbiger danken, dafür, dass sie die Arbeit mit ihrer finanziellen Unterstützung möglich gemacht hat und auch ihren Angestellten, die besonders bei den Versuchen zum zyklischen Plattentest unverzichtbare Hilfe geleistet haben.

Den Mitarbeitern des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe Dipl.-Ing. Peter Guttmann, Jürgen Föttinger, Stefan Hinterdorfer und Florian Röper bin ich sehr dankbar für die Einschulungen an den Prüfmaschinen und ihre kompromisslose Hilfsbereitschaft.

Franz Grassegger und Günter Kohlhuber gebührt mein aufrichtiger Dank für die Unterstützung bei anwendungstechnischen Fragestellungen in der Werkstatt.

Gesammelt möchte ich mich bei allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Lehrstuhls für Kunststoffverarbeitung für das angenehme Arbeitsklima bedanken.

Allen meinen Freunden und Verwandten möchte ich meinen aufrichtigen Dank aussprechen. Meinen Eltern danke ich für die finanzielle und moralische Unterstützung während der Zeit meines Studiums und, weil sie zu jeder Zeit für mich Halt und Stütze sind.

Kurzfassung

Kolbenkompressoren sind wichtige Arbeitsmaschinen und aus der heutigen Zeit nicht wegzudenken. Die Ventile, die ihre Funktion gewährleisten sollen, erfordern ein sehr hohes Maß an Effizienz und Zuverlässigkeit. Insbesondere die Dichtelemente in den Ventilen, die sogenannten Ventilplatten müssen unter extremen Bedingungen Enormes leisten. Die herkömmliche Stahlbauweise dieser Maschinenelemente wurde in den letzten Jahrzehnten zunehmend durch faserverstärkte Hochleistungsthermoplaste verdrängt.

Ziel der Arbeit war es, verschiedene Kunststoffe in ihrer Eignung als Werkstoff für die Fertigung von Ventilplatten zu vergleichen. Für diesen Vergleich wurden Hochleistungsthermoplaste untersucht, die mit verstärkenden Fasern ausgestattet wurden. Als Matrixpolymere dienten hierzu Polyphenylsulfid (PPS), Polyamid (PA) 4.6 sowie Polyetheretherketon (PEEK) und als Fasermaterial Kohlenstoff- und Glasfasern.

In verschiedenen Prüfanordnungen, die möglichst gut die realen Einsatzbedingungen nachbilden, wurden mechanische Eigenschaften der Verbundwerkstoffe erhoben. Diese wurden auch auf ihre Abhängigkeit von der Temperatur untersucht. Außerdem wurde überprüft, ob die durchgeführten genormten Standard-Versuche den zurzeit üblichen, aber zeitaufwändigen, zyklischen Plattentest ersetzen können.

Die Ergebnisse des zyklischen Plattentests zeigten den unterschiedlichen Einfluss von Faseranteil, mittlerer Molmasse und Additiven. Hochmolekulares PEEK eignet sich am besten für die Fertigung von Ventilplatten. Eine PPS-Type mit Schlagzähmodifikatoren erreichte, verglichen mit den anderen untersuchten Verbundwerkstoffen, auch sehr gute Laufzeiten. Dieser signifikante Unterschied stellte sich bei anderen Prüfverfahren nicht ein. Es konnte kein Ersatzprüfverfahren für den zyklischen Plattentest gefunden werden.

Abstract

Reciprocating compressors are very important work machines and are used in many different sectors of industry. The valves, which ensure the compressors' function, require an enormous amount of efficiency and reliability. Especially the sealing elements, the so called valve plates have to perform under extreme conditions. During the last decades the conventional construction of the plates out of steel was more and more substituted by reinforced high performance thermoplastics.

This thesis' aim is comparing various thermoplastics concerning their applicability as materials for the usage as valve plates. For that purpose high performance fiber reinforced thermoplastics were investigated. As matrix polymeres PPS, PA 4.6 and PEEK were used. The reinforcing fibers were carbon and glass fibers.

In various testing configurations, which reproduce the real application conditions, mechanical properties of the composite materials were investigated as well as their dependence on temperature. Furthermore it has been investigated, if the standardized testing configurations can replace the cyclic plate test, which is the common representative test for valve plates at this time.

The results from the cyclic plate test showed the different influences of fiber percentage, average molecular mass and additives. One PEEK-grade with a high molecular mass showed very good suitability for the manufacturing of valve plates. One PPS-grade with impact modifiers showed long runtimes in the cyclic plate test as well compared to the other compound materials. This significant difference did not appear in other testing configurations. There could not be found a testing configuration which can replace the cyclic plate test.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	8
2	THEORETISCHE GRUNDLAGEN	9
2.1	KOMPRESSORVENTILE	11
2.1.1	<i>Beanspruchung von Ventilplatten</i>	12
2.1.2	<i>Stand der Technik bei Ventilplattenwerkstoffen</i>	14
2.2	KUNSTSTOFFE IN DER VENTILTECHNIK	15
2.2.1	<i>Polyetheretherketon</i>	15
2.2.2	<i>Polyphenylensulfid</i>	21
2.2.3	<i>Polyamid 4.6</i>	25
3	EXPERIMENTELLES	27
3.1	UNTERSUCHTE KUNSTSTOFFE	27
3.1.1	<i>Ticona Fortron</i>	27
3.1.2	<i>Victrex PEEK</i>	28
3.1.3	<i>DSM Stanyl TW441</i>	29
3.2	MATERIALMODIFIKATION UND PROBENCODIERUNG	29
3.3	ZYKLISCHER PLATTENTEST	30
3.4	DURCHSTOßVERSUCH	32
3.5	3-PUNKT-BIEGEVERSUCH	34
3.6	DYNAMISCH MECHANISCHE ANALYSE	36
4	ERGEBNISSE.....	40
4.1	ZYKLISCHER PLATTENTEST	40
4.1.1	<i>Ergebnisse PPS-Typen</i>	41
4.1.2	<i>Ergebnisse PEEK-Typen</i>	42
4.1.3	<i>Ergebnisse PA-Typen</i>	43
4.1.4	<i>Schadbilder an Ventilplatten</i>	44
4.2	DURCHSTOßVERSUCH	47
4.2.1	<i>Übersicht Ergebnisse</i>	49
4.2.2	<i>Ergebnisse im Detail</i>	50
4.3	3-PUNKT-BIEGUNG	55
4.3.1	<i>Vergleich der Biegemoduln</i>	55
4.3.2	<i>Vergleich der Bruchdehnungen</i>	59
4.3.3	<i>Vergleich der Bruchspannungen</i>	61
4.4	DYNAMISCH MECHANISCHE ANALYSE	64

4.4.1	<i>Glasübergangspunkte</i>	64
4.4.2	<i>Speichermodule-Temperatur Verläufe</i>	65
4.4.3	<i>Auswertung der Speichermodule bei 140 °C</i>	74
5	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	77
6	LITERATURVERZEICHNIS	80
7	ABKÜRZUNGEN UND SYMBOLE	83
8	ABBILDUNGSVERZEICHNIS	85
9	TABELLENVERZEICHNIS	87
10	ANHANG	88

1 Einleitung und Zielsetzung

Kolbenkompressoren sind aus der modernen, industriellen Welt nicht wegzudenken. Sie verdichten Erdgas, technische Gase, Prozessgase und Luft zum Gebrauch in verschiedensten Anwendungen, sei es als Energieträger beim Antrieb von Motoren oder Turbinen, zur Kühlung in technischen Prozessen oder als Atemluft in Krankenhäusern.

Da von Arbeitsventilen, die in Kolbenverdichtern eingesetzt werden, ein sehr hohes Maß an Zuverlässigkeit und Effizienz gefordert wird, werden die dort verbauten Ventilringe und -platten heute großteils aus Kunststoff gefertigt. Wo immer diese Maschinenelemente eingesetzt werden, müssen sie imstande sein, den thermischen, mechanischen und chemischen Beanspruchungen, die sie erfahren, standzuhalten. Wegen der strengen Anforderungen eignen sich nur wenige Materialien für den Einsatz als Ventilplattenwerkstoff.

Die Hochleistungskunststoffe Polyetheretherketon und Polyphenylsulfid, werden aufgrund ihrer außergewöhnlichen Temperaturbeständigkeit, ihrer Dämpfungseigenschaften und ihrer Beständigkeit gegen Chemikalien für die Fertigung von Ventilplatten eingesetzt. Durch Verstärkung der Basispolymere mit Kohlenstoff- oder Glasfasern wird deren Eigenschaftsprofil zusätzlich noch verbessert.

Ziel dieser Arbeit ist es, die schon eingesetzten Ventilplattenwerkstoffe weiterzuentwickeln und Werkstoffverbunde zu finden, die den Anforderungen einer einfachen Produktion im Spritzguss sowie denen einer hohen Lebenserwartung im Betrieb möglichst gerecht werden. Dazu werden Materialkombinationen unterschiedlicher Art zielgerichtet auf ihr Verhalten in realitätsnahen Einsatzbedingungen geprüft. Zusätzlich soll der Einfluss von Temperatur auf die Eigenschaften der Proben untersucht werden. Es soll überprüft werden, ob der derzeitig eingesetzte Bauteiltest durch andere, einfachere und genormte Testverfahren, wie zum Beispiel den Durchstoßversuch, ersetzt werden kann.

2 Theoretische Grundlagen

Kolbenmaschinen wandeln Energie direkt über den Druck (potentielle Energie) um. Dazu wird ein druckdichter Arbeitsraum benötigt, der von starren Wänden begrenzt wird. Um eine periodische Veränderung des Volumens erreichen zu können, muss eine dieser Wände beweglich sein (diese ist in der Regel durch einen Hubkolben ausgeführt). Nach jedem Arbeitstakt muss das Arbeitsmedium ausgetauscht werden, weswegen Ventile benötigt werden. Das Öffnen und Schließen der Ventile geht bei Kolbenmaschinen periodisch einher mit dem Takt der Arbeitsspiele. Die Druckverhältnisse im Zylinder der Kolbenverdichter sorgen für ein selbstständiges Arbeiten der Ventile. Abbildung 1 zeigt schematisch den Weg des Kolbens im Zylinder und die entsprechenden Zustände im p-V-Diagramm. Am unteren Totpunkt (UT) beginnt der Prozess mit einer polytropen Verdichtung. Das Arbeitsmedium wird auf ein geringeres Volumen zusammengestaucht. Anschließend wird das Gas ausgeschoben. Beim oberen Totpunkt (OT) kommt es durch das Öffnen des Einlassventils zu einem Druckwechsel, dem das isobare Ansaugen von frischem Arbeitsgas folgt.

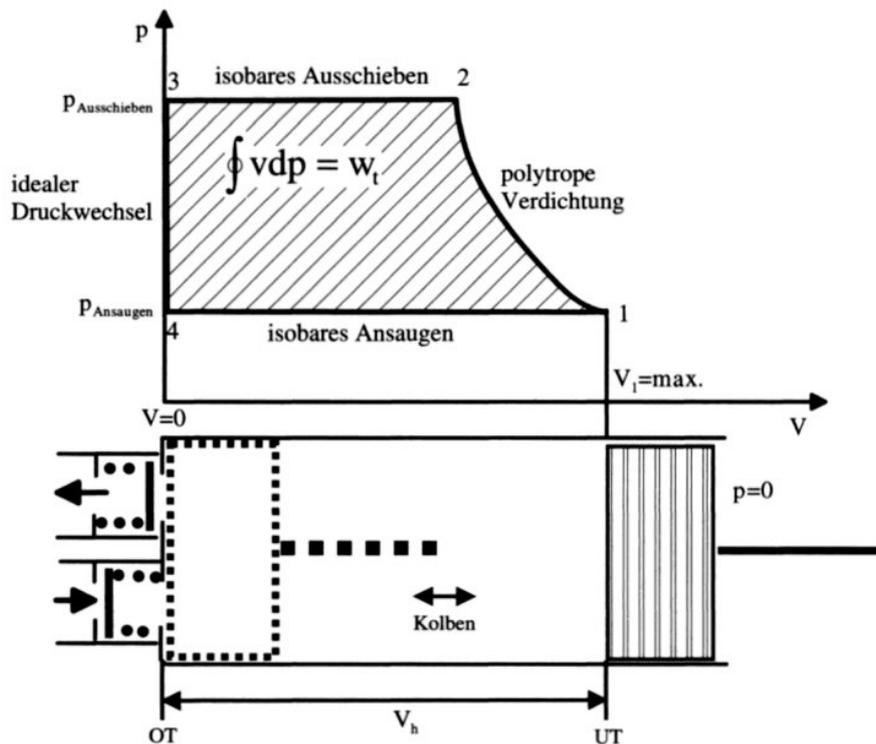


Abbildung 1: Schematische Darstellung und p - V -Diagramm eines idealen, verlustfreien Kolbenverdichters [32]

Ventile für Kolbenkompressoren werden beispielsweise in Luftkompressoren für die Fertigung von PET-Flaschen im Blasformverfahren, bei der mehrstufiges Verdichtung von Ethen während der PE-LD-Hochdruckpolymerisation, in Verdichtern für das Synthesegas bei der Ammoniakherstellung und viele andere Anwendungen eingesetzt. Schnellläufer-Modelle arbeiten mit Drehzahlen bis zu 3600 min^{-1} und bei Differenzdrücken von bis zu 180 bar. Das macht die immensen Belastungen, denen die Teile des Kompressors ausgesetzt sind, offensichtlich.

Wie schon in der Einleitung erwähnt wurde, werden Ventildichtelemente heute oft aus Kunststoffen gefertigt. Das Kapitel „Theoretische Grundlagen“ soll einen Überblick über die Arbeitsweise von Kompressorventilen geben, den Stand der Technik vorstellen sowie für die Fertigung zur Verfügung stehende Kunststoffe und deren Eigenschaften aufzeigen.

2.1 Kompressorventile

Die Ventile gehören zu den wichtigsten Teilen eines Kolbenkompressors. Sie müssen folgende fundamentale Anforderungen erfüllen:

- Dichtheit im geschlossenen Zustand
- Rechtzeitiges Öffnen und Schließen
- Geringer Widerstand gegenüber der Strömung des Arbeitsgases
- Haltbarkeit und Verschleißfestigkeit
- Geringes Volumen des Schadraumes

Selbstständig arbeitende Ventile können als Platten-, Ring- oder Tellerventile ausgeführt werden. Tellerventile finden aber aufgrund ihrer verhältnismäßig großen Masse kaum noch Anwendung [11]. Ringventile arbeiten mit einzelnen konzentrischen Ringen als Dichtelemente (Abbildung 3), während bei Plattenventilen die Ventilplatte scheibenförmig ausgelegt ist und mit Schlitzen versehen sind (Abbildung 2). Sowohl die Ventilsitze als auch der Hubfänger haben ebenfalls die Form konzentrischer Ringe, die durch radiale Stege verbunden sind. Ventilsitze und Hubfänger werden aus Stahl gefertigt.

Abbildung 2 zeigt eine Ventilplatte und deren Einbausituation im gesamten Ventil.

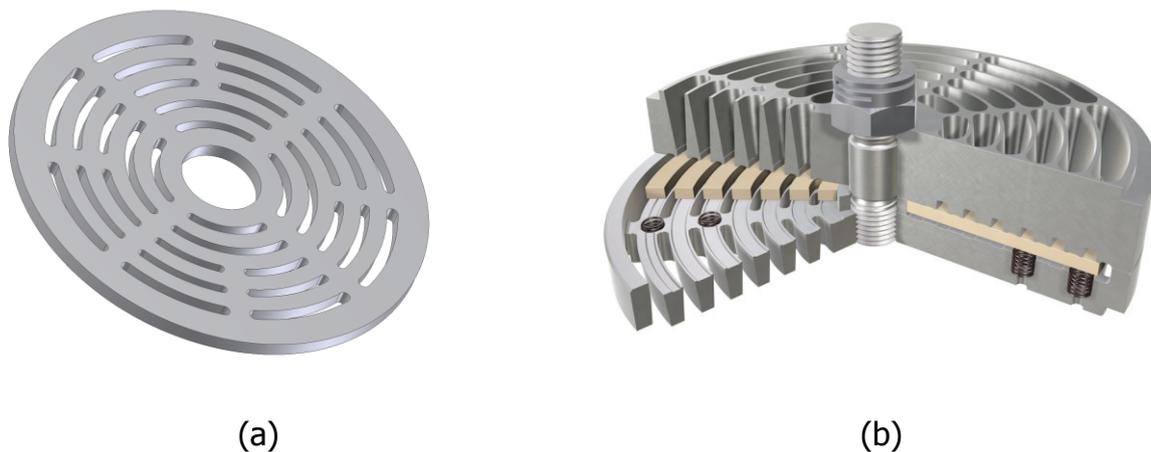


Abbildung 2: Darstellung einer Ventilplatte (a) und eines zusammengebauten Ventils (b)

Abbildung 3 zeigt ein typisches Kompressorventil mit Ventilringen. Das Arbeitsgas durchströmt den Ventilsitz (1) und bewegt so den Ventilring (4), dessen Hub durch den Hubfänger (2) begrenzt wird. Der Hubfänger nimmt Federn (6), Kappe (5) und Zentrierstift (7) auf und stützt sich außen auf den Ventilsitz. Mithilfe des Bolzens (3) wird das Ventil verspannt. Je nach Ventilgröße werden unterschiedlich viele Ringe verbaut.

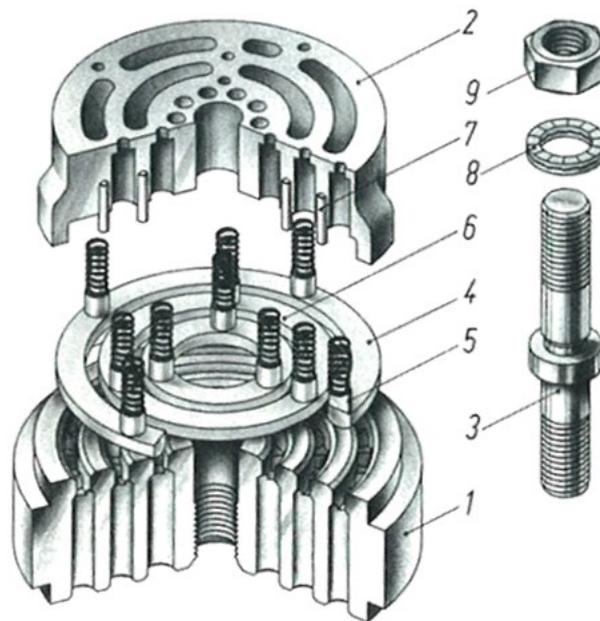


Abbildung 3: Explosionsdarstellung eines Hochdruckventils [18] (1 Ventilsitz, 2 Hubfänger, 3 Bolzen, 4 Ventilring, 5 Kappe, 6 Feder, 7 Zentrierstift, 8 Sicherungsscheibe, 9 Mutter)

Die einzelnen Ventilringe können aus gespritzten scheibenförmigen Halbzeugen gedreht werden, während für die Fertigung von Schlitzventilplatten ein Fräsvorgang bzw. die direkte Herstellung durch Spritzguss nötig ist.

2.1.1 Beanspruchung von Ventilplatten

Die mechanische Beanspruchung einer Ventilplatte wird im Einsatz nicht nur durch den wirkenden Gasdruck beeinflusst und ist in der Regel um ein Vielfaches höher, als die sich aus dem statischen Gasdruck ergebenden maximalen Flächenpressungen. Vorrangig muss die Dynamik der Platte betrachtet werden und speziell ihr

Aufschlagverhalten am Ventilsitz. Würde die Platte mit ihrer gesamten Oberfläche aufschlagen, wäre ein Flächendruck das Resultat. Im wahrscheinlicheren Fall schlägt die Ventilplatte aber nicht gleichzeitig vollflächig auf dem Ventilsitz (bzw. dem Hubfänger) auf. Dieses Verhalten sowie seine Ursachen wurde schon von B. Spiegl beobachtet [26]. Es geht aus der Dynamik des Kompressionsprozesses, ungenügend identischen Federsituationen und beispielsweise dem Phänomen des Öklevens (durch zu starke Haftung zwischen Ventilplatte und Schmiermittel kann es zu einer örtlich begrenzten Verbindung kommen) hervor. So werden Bereiche der Ventilplatte bzw. -ringe, die sich in der Nähe einer Aufschlagstelle befinden, stark verformt, wodurch große Biegebeanspruchungen entstehen. Diese, verbunden mit der Ermüdung des Materials durch die Stoßbeanspruchungen, bilden die hauptsächliche Ursache für die Zerstörung und das damit verbundene Versagen der Ventilplatte. Die Größe der Beanspruchungen hängt bei einem solchen Schlag sehr stark von der Geschwindigkeit der Platte vor dem Auftreffen ab. Abbildung 4 zeigt die Geschwindigkeit einer Ventilplatte beim Aufschlag auf dem Ventilsitz bzw. dem Hubfänger in Abhängigkeit von der Drehzahl der Kurbelwelle. In den Diagrammen bezeichnen m_b jeweils bezogene Massen der äußeren Ventilinge auf die Sitzspaltquerschnitte der äußeren Ringplatten und p_F verschiedene Federdrücke.

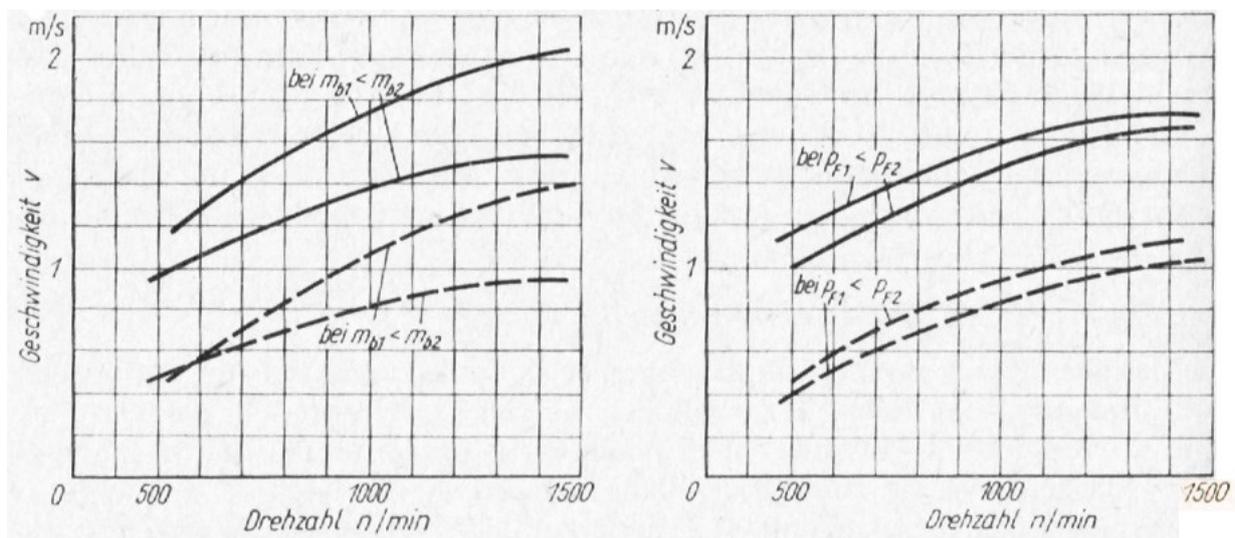


Abbildung 4: Geschwindigkeit der Ventilplatte beim Aufschlagen auf dem Hubfänger (—) und auf dem Ventilsitz (- - -) bei unterschiedlichen bezogenen Massen m_b und Federdrücken p_F [11]

Abgesehen von mechanischen Belastungen sind Ventile auch oft verschiedenen chemischen Medien ausgesetzt. Dabei handelt es sich zum Beispiel um verschiedenste Kohlenwasserstoffe bei der Öl- und Gasgewinnung; es besteht aber auch die Möglichkeit, dass chemisch aggressive Substanzen in den Kompressor gesaugt werden. Im Schadfall sind an Ventilplatten vielfältige Ursachen zu finden: Diese reichen von Überölung, Schmutzablagerungen, verschiedenen chemischen Reaktionen an der Oberfläche bis zu unbeabsichtigter Polymerisation der Ventilplatte bei der PE-Herstellung [13].

2.1.2 Stand der Technik bei Ventilplattenwerkstoffen

Wie schon erwähnt werden Ventilplatten und -ringe heute oft aus faserverstärkten Kunststoffen gefertigt. Diese haben gegenüber dem herkömmlich verwendeten Stahldichtelementen folgende Vorteile:

- Ausgeprägte Schlagzähigkeit
- Langsame Rissausbreitung
- Gute chemische Beständigkeit
- Unempfindlichkeit gegen Verunreinigungen
- Gute Trockenlaufeigenschaften
- Geringerer Energiebedarf
- Günstigere Instandhaltung

Die Fertigung der Ventilplatten erfolgt grundsätzlich auf zwei verschiedene Arten:

Eine Möglichkeit ist es, im ersten Verfahrensschritt ein Halbzeug in Form einer Vollscheibe (genannt *Slug*) durch Spritzguss herzustellen und anschließend die in Abbildung 2 (a) dargestellten Schlitze (Strömungskanäle) zu fräsen. Die zweite und (wegen der günstigeren Herstellkosten) angestrebte Option ist es, die Zielgeometrie schon durch eine entsprechende Werkzeuggeometrie im Spritzguss abzuformen. Beachtet werden muss dabei, dass sich die Erstellung eines Werkzeugs nur ab einer bestimmten produzierten Stückzahl rentiert. Aus dem Slug lässt sich eine Vielzahl von Zielgeometrien für verschiedene Ausführungen von Produkten durch spanende Bearbeitung herstellen. Diese Methode ist für kleinere Stückzahlen bei gleichzeitig hoher geometrischer Vielfalt der Produkte deshalb die günstigere. Der Anspritzpunkt

ist in beiden Fällen zentral ausgeführt. Dadurch wird den beigemengten Fasern eine bestimmte Orientierung aufgezwungen. Die Fasern in dem gespritzten Slug verlaufen radial an der Bauteiloberfläche und tangential in der Bauteilmitte [20]. Durch die Faserorientierung entsteht eine starke Anisotropie im Material beim Auskühlen der spritzgegossenen Platten. Durch unterschiedliche Wärmeausdehnung von Faser und Matrix und Schrumpfen kommt es durch so entstehende Eigenspannungen zu Verzug. Die Scheiben werden nach dem Spritzguss zusätzlich werkstoffspezifisch unter Spannung (Auflegen von Gewichten) getempert, um den Verzug zu minimieren und die Platten eben zu halten.

2.2 Kunststoffe in der Ventiltechnik

Wie schon in Kapitel 2.1.1 beschrieben sind Werkstoffe für Ventilplatten enormen Belastungen ausgesetzt. So entstehen in den Arbeitsräumen von Kolbenverdichtern durch die herrschenden Druckverhältnisse entsprechend hohe mechanische Beanspruchungen. Durch die Verdichtung können Temperaturen bis zu 250 °C auftreten und bei der Verdichtung von aggressiven Arbeitsmedien kommt es zu starker chemischer Belastung. Herkömmliche Standardkunststoffe scheiden für die Anwendung unter diesen Bedingungen schon alleine wegen ihrer unzureichenden thermischen Belastbarkeit aus. Zur Fertigung von Ventilplatten eignen sich nur einige wenige Basispolymere aus dem Katalog der technischen Kunststoffe und Hochleistungskunststoffe. Derzeit werden glas- und kohlenstofffaserverstärktes Polyamid 4.6, PA 6.6, Polyphenylsulfid und glas- und kohlenstofffaserverstärktes Polyetheretherketon als Ventilplattenwerkstoffe eingesetzt. Im Folgenden wird ein kurzer Überblick über die zurzeit verwendeten Materialklassen gegeben.

2.2.1 Polyetheretherketon

Polyetheretherketon (PEEK) ist ein Hochleistungsthermoplast mit aromatischer Struktur aus der Stoffgruppe der Polyaryletheretherketonen, der durch Polykondensation synthetisiert wird. Es ist teilkristallin mit einer Dichte von 1,32 g/cm³ (bei maximal ausgeprägter Kristallinität) und einer Schmelztemperatur T_m von 335 °C.

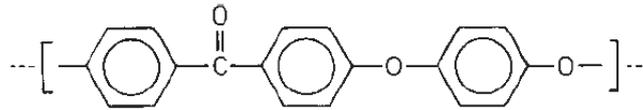


Abbildung 5: Die chemische Struktur von PEEK [8]

Das Eigenschaftsprofil von Polyaryletheretherketonen (PAEK) kann durch Variation der Monomere bei der Synthese sehr stark modifiziert werden. Vor allem die thermischen Eigenschaften hängen maßgeblich von den Ausgangsstoffen ab. So sinkt beispielsweise mit steigendem Gehalt an Ethergruppen der Glas- sowie Schmelzpunkt deutlich. Kommerziell sind viele unterschiedliche PAEK-Typen verfügbar.

PEEK zeichnet sich vor allem durch folgende Eigenschaften aus:

- Hohe Zug- und Biegefestigkeit
- Hohe Schlagzähigkeit
- Hohe Wärmeformbeständigkeit
- Elektrische Isolation über weite Bereiche
- Günstiges Gleit- und Verschleißverhalten
- Hohe Chemikalien- und Hydrolysebeständigkeit
- Schwer entflammbar

PEEK wird oft durch Beimengung von Zusatzstoffen wie Glasfasern, mineralischen Füllstoffen und Kohlenstofffasern in seinen Eigenschaften modifiziert.

Jones et al. [17] untersuchten die mechanischen Eigenschaften von Polyetheretherketonen. Die maximale erreichbare Kristallinität von PEEK liegt bei 48 %, während im Spritzguss üblicherweise (ohne die Anwendung von zielgerichteter Temperung) Werte von weniger als 30 % auftreten. Die geringere Kristallinität hat auch eine Minderung der physikalischen Dichte zur Folge; die Dichte einer vollkommen amorphen Phase ist $1,265 \text{ g/cm}^3$. Jones et al. wiesen außerdem auf die durch Faserverstärkung entstehende Anisotropie im Verbundwerkstoff hin. Getestet wurden seitlich angespritzte Scheiben aus PEEK mit einem Kohlenstofffasergehalt von 30 Gew.-% im 3-Punkt-Biegeversuch. Der größte gefundene „Anisotropiefaktor“ (dieser wurde festgelegt als das Verhältnis zwischen der maximalen und minimalen gefundenen Steifigkeit) war 1,7.

Jones et al. [8] fanden beim Durchstoßversuch bei einer Temperatur von ca. -15 °C einen „spröd-zäh-Übergang“ („*sub glass (β) relaxation*“, Abbildung 6) den Krishnaswamy und Kalika [21] weiter untersuchten. Sie entdeckten dabei seine Abhängigkeit von der Kristallisation der PEEK-Matrix. Bei 300 °C nachkristallisierte Proben zeigten einen Übergang bei deutlich höheren Temperaturen als weitgehend amorphe Proben.

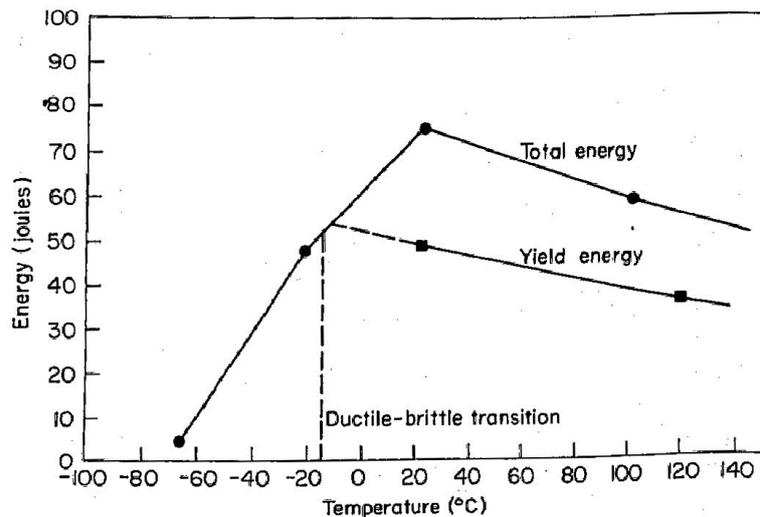


Abbildung 6: Durchstoßenergie über der Temperatur für unverstärktes PEEK bei einer Auftreffgeschwindigkeit v_0 von 5 m/s [17]

Bei Polyetheretherketon kann durch Temperung ein höherer Kristallisationsgrad eingestellt werden. Übliche Temperaturen für das Tempern sind deutlich über dem Glasübergangspunkt bei 180 °C bis 300 °C gelegen. Die folgenden Abbildungen zeigen den Verlustfaktor $\tan \delta$ für völlig amorphes (Abbildung 7 a) bzw. teilkristallines (Abbildung 7 b) PEEK. Teilkristallines PEEK zeigt beim Glasübergangspunkt keinen so enormen Anstieg des $\tan \delta$ (siehe Kapitel 3.4) wie amorphes PEEK.

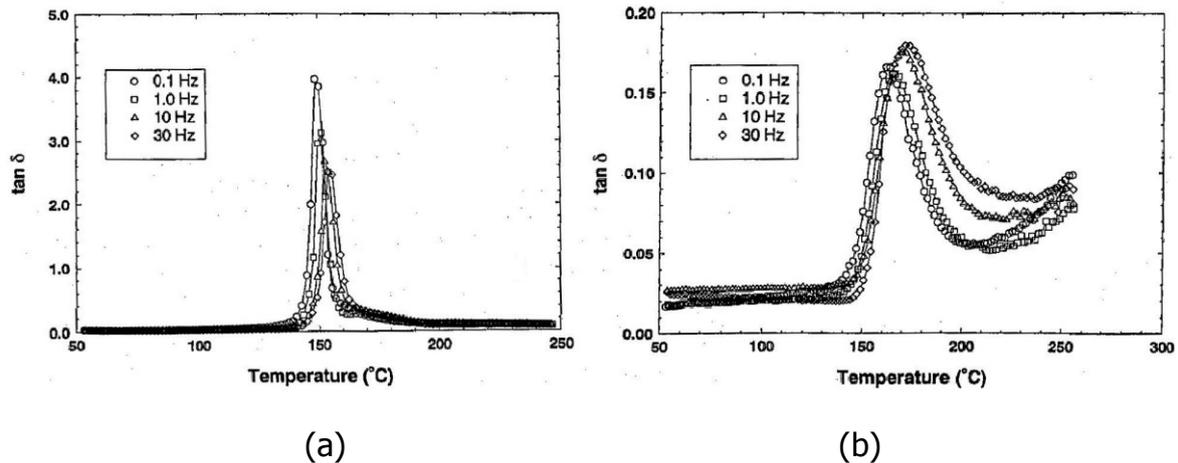


Abbildung 7: Verlustfaktoren $\tan \delta$ über der Temperatur aus der dynamisch mechanischen Analyse für amorphes PEEK (a) und teilkristallines PEEK (b) bei unterschiedlichen Belastungsfrequenzen [21]

Klar ersichtlich ist aus den obigen Abbildungen, dass sich der Verlustfaktor bei den teilkristallinen Proben noch nach dem Glasübergangspunkt deutlich progressiv entwickelt. Es kommt in höheren Temperaturbereichen also zunehmend zu plastischerer Deformation. Der Speichermodul ist nach dem Glasübergangspunkt bei den teilkristallinen Proben wesentlich höher als bei den amorphen. Durch Erhöhen der Tempertemperatur T_a ließ sich der Kristallisationsgrad kontinuierlich von 24 % (bei $T_a = 180 \text{ }^{\circ}\text{C}$) auf 35 % (bei $T_a = 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$) steigern [21].

Auch im „sub-glass“ Bereich (β -Relaxation) konnte ein Zusammenhang zwischen Kristallinitätsgrad und Übergangstemperatur T_{β} gefunden werden. Abbildung 8 zeigt die Verlustfaktoren $\tan \delta$ für amorphes und teilkristallines PEEK, getempert bei $T_a = 200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ bzw. $T_a = 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

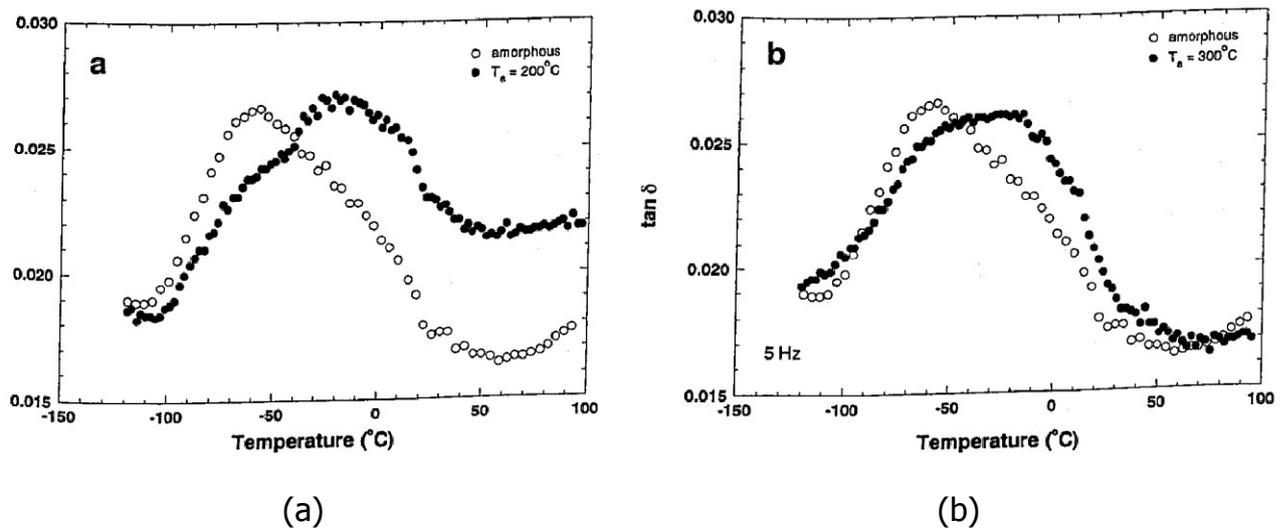


Abbildung 8: Verlustfaktoren $\tan \delta$ über der Temperatur aus der dynamisch mechanischen Analyse für amorphes PEEK verglichen mit teilkristallinem PEEK mit $T_a = 200^\circ\text{C}$ (a) bzw. $T_a = 300^\circ\text{C}$ (b) [21]

In beiden Fällen stellte sich heraus, dass sich die höchstmögliche Übergangstemperatur T_α bzw. T_β nach einer Temperung bei etwa 220°C einstellt.

Nisitani et al. [24] untersuchten das Ermüdungsverhalten von gekerbtem und ungekerbtem kohlenstofffaserverstärkten PEEK im Vergleich zu unverstärktem PEEK. Im Umlaufbiegeversuch sowie im Zugversuch konnte gefunden werden, dass mit 30 Gew.-% Kohlenstofffasern gefülltes PEEK generell wesentlich unempfindlicher gegenüber Kerben als ungefülltes PEEK ist. Die Verstärkung des Matrixmaterials mit Kohlenstofffasern wirkte sich maßgeblich auf die Rissausbreitungsgeschwindigkeit aus und somit auch auf die maximal ertragbaren Lastwechsel im Umlaufbiegeversuch.

Die Abhängigkeit mechanischer Eigenschaften von der mittleren Molmasse \bar{M}_w (Massenmittel) von PEEK wurde 2011 von Yuan et al. erforscht [33]. Im Zuge ihrer Untersuchungen wurde auch eine starke Korrelation zwischen der mittleren Molmasse \bar{M}_w und dem Kristallinitätsgrad gefunden. So stieg der Kristallinitätsgrad von 27,1 % bei einem PEEK mit $\bar{M} = 37\,000\text{ g/mol}$ auf 39,1 % bei einem PEEK mit $\bar{M}_w = 23\,000\text{ g/mol}$ kontinuierlich. Grund dafür sind die mit steigender mittlerer Molmasse immer sperriger werdenden Makromoleküle, welche die Kristallisation

behindern. Weiters wurde beobachtet, dass der Elastizitätsmodul im Zugversuch nicht von der mittleren Molmasse abhängt, jedoch die Reißdehnung mit steigender mittlerer Molmasse zunimmt. Im Biegeversuch sank die Bruchspannung σ_B leicht mit der mittleren Molmasse, während die Zugfestigkeit R_m stieg (Abbildung 9).

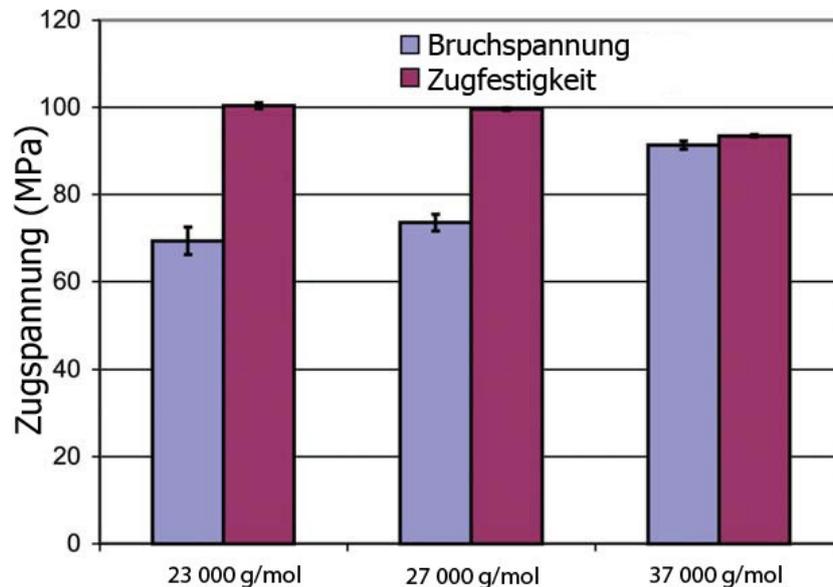


Abbildung 9: Bruchspannung σ_B und Zugfestigkeit R_m in Abhängigkeit von der mittleren Molmasse bei unverstärktem PEEK [nach 33]

Sandler et al. [25] erforschten die mechanischen Eigenschaften von mit *carbon nanofibres* (CNF) gefülltem PEEK. Es wurde festgestellt, dass die Zug- und Biegesteifigkeit sich mit kleinen Füllstoffanteilen (bis 10 Gew.-%) erhöht, ohne dass dabei die Duktilität der Matrix beeinträchtigt wird (siehe Abbildung 10). Außerdem wurde festgestellt, dass sich der Zuwachs an Steifigkeit durch die Beimengung von CNF vor allem über der Glasübergangstemperatur des Matrixpolymers beobachten lässt. Bei einem Füllergehalt von 15 % stiegen Steifigkeit und Festigkeit noch mehr an, während die Reißdehnung drastisch abnahm.

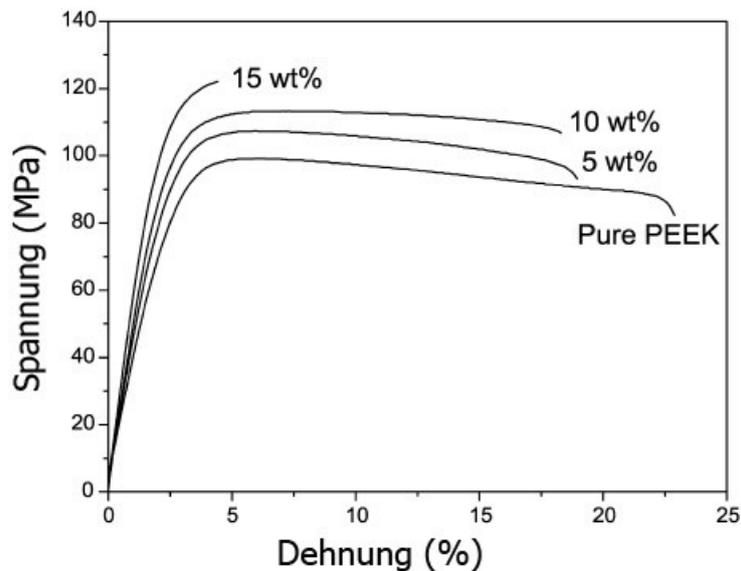


Abbildung 10: Spannungs-Dehnungs-Diagramm aus dem linearen Zugversuch für PEEK mit unterschiedlichen Beimengungen von CNF [nach 25]

Jeng und Chen [16] erkannten bei PEEK mit *short carbon fibres* (SCF), das bei unterschiedlichen Temperaturen (unterhalb von T_g bei 120 °C und darüber bei 180 °C) kristallisierte Proben bei Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop eine Änderung der kristallinen Strukturen. Die bei 120 °C kristallisierten Proben wiesen eine sphärolithische Struktur auf während die bei 180 °C kristallisierten Proben eine „transkristalline Zwischenphase“ zeigten, welche die Faser-Matrix-Haftung verbessert. Die über dem T_g kristallisierten Proben wiesen im 3-Punkt-Biegeversuch eine um etwa 20 % höhere Bruchdehnung ϵ_{fB} auf. Der Biegemodul der unter tiefer Temperatur kristallisierten Proben blieb über dem der unter hoher Temperatur kristallisierten Prüfkörper.

2.2.2 Polyphenylensulfid

PPS ist ein thermoplastischer Kunststoff, der durch Polykondensation hergestellt wird. Es handelt sich bei dem so synthetisierten PPS um ein lineares und unvernetztes Polymer. Durch andere Verfahren lässt sich auch ein vernetztes PPS erzeugen. Die Struktur von PPS besteht aus Phenolringen, die durch zweiwertigen Schwefel verbunden sind.

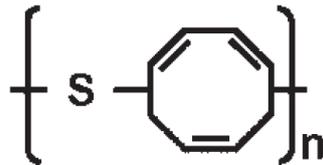


Abbildung 11: Die chemische Struktur von PPS [8]

Der maximale Kristallinitätsgrad liegt bei ca. 65%, damit ist PPS sehr stark kristallin. Der Kristallinitätsgrad hängt jedoch sehr stark von den Verarbeitungsparametern und der thermischen Vorgeschichte ab und beeinflusst die späteren Eigenschaften in erheblichem Ausmaß.

Polyphenylsulfid lässt sich durch folgende Eigenschaften beschreiben:

- Hohe Festigkeit und Steifigkeit
- Hohe Härte
- Dauergebrauchstemperaturen von bis zu 240 °C, kurzfristig bis 270 °C
- Hohe Wärmeformbeständigkeit
- Geringe Feuchteaufnahme
- Kaum Kriechneigung auch unter hohen Temperaturen
- Hohe Chemikalienbeständigkeit
- Hohe Flammwidrigkeit

Häufig werden durch Verstärkung mit Glas- oder Kohlenstofffasern die Festigkeit, die Steifigkeit sowie die Wärmeformbeständigkeit gezielt erhöht. Verzweigtes PPS kann thermisch unter Anwesenheit von Sauerstoff vernetzt werden (*Curing*-Verfahren). Bei hohen Vernetzungsgraden entsteht ein duromerer Kunststoff. Der Hauptanwendungsbereich liegt allerdings in der Verarbeitung als thermoplastischer Werkstoff, wo lineares, unvernetztes PPS benötigt wird.

PPS ist, vor allem mit verstärkenden Fasern, ein sehr wärmeformbeständiger Kunststoff. Abbildung 12 zeigt einen Vergleich der Wärmeformbeständigkeits-temperaturen von glasfaserverstärktem PPS (Fortron 1140L4) mit anderen Hochleistungskunststoffen. Man erkennt die herausragende Wärmeformbeständigkeit der PPS-Werkstoffe (ebenso wie die einiger PA-Typen und von glasfaserverstärktem PEEK)

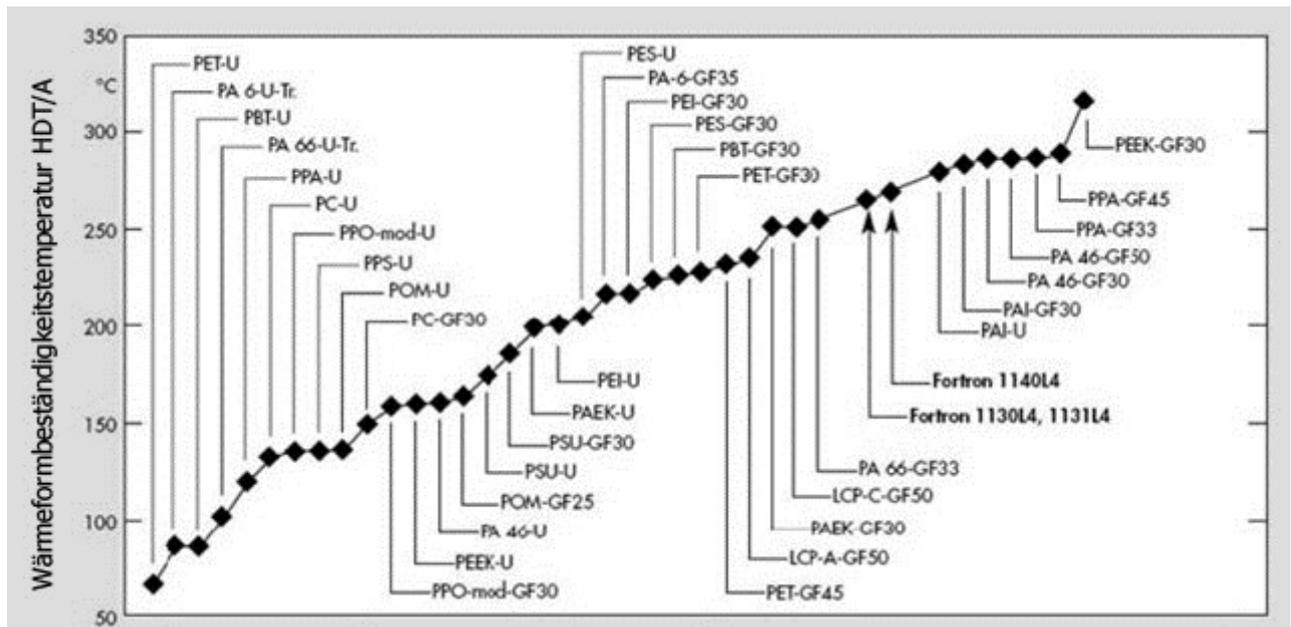


Abbildung 12: Vergleich von Wärmeformbeständigkeitstemperaturen HDT/A (1,8 MPa) nach ISO 75-1,2 von technischen – und Hochleistungskunststoffen [nach 8]

Den Verlauf der Biegemoduln von glasfaserverstärkten Fortron-Typen mit unterschiedlicher mittlerer Molmasse zeigt Abbildung 13. Bei einer Temperatur um den Glasübergangspunkt ($T_g = 90 \text{ °C}$) tritt ein rapider Abfall der Moduln auf.

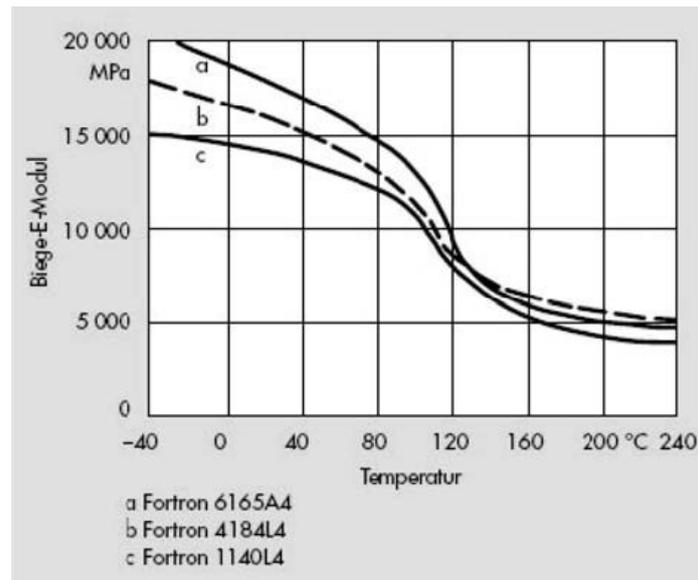


Abbildung 13: Biegemodul-Kurven am Beispiel dreier glasfaserverstärkter Fortron-Typen in Abhängigkeit von der Temperatur, gemessen nach DIN EN ISO 178 [8]

Vielle et al. [31] testeten PPS-Organobleche, die mit endlosen Kohlenstofffasern verstärkt waren. Beim Biegeversuch wurde sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 120 °C ein sprödes Materialversagen beobachtet. Bei der höheren Temperatur zeigte sich eine deutlich nichtlineare Verformung der Proben, was auf eine plastische Deformation der Matrix schließen ließ. Die Biegefestigkeit nahm über bis 120 °C um 31 % ab, der Biegemodul (E_f) um 15 %.

Lee et al. [22] wiesen darauf hin, dass für faserverstärktes PPS in der dynamisch mechanischen Analyse (DMA) gemessene Ergebnisse wie der Speichermodul maßgeblich von Faktoren wie dem *aspect ratio* (Verhältnis L/h des Probekörpers) und der Vorspannung abhängig sind. Der gemessene Speichermodul E_f' im Biegeversuch stieg mit dem aspect ratio stetig an, bis er sich bei $L/h = 20$ bei $E_f' = 5,4$ GPa einer Asymptote annäherte. E_f stieg mit der aufgebrauchten Vorspannkraft stetig an (siehe Abbildung 14).

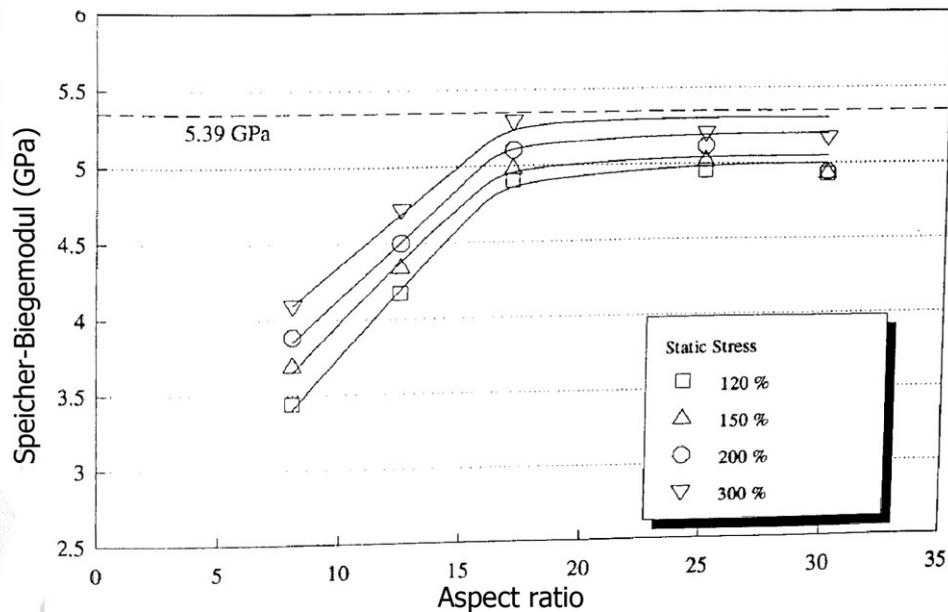


Abbildung 14: Speichermodul E_f' über aspect ratio der Probekörper [nach 22]

2.2.3 Polyamid 4.6

Grundsätzlich zeigen Polyamide folgende Eigenschaften:

- Hohe Festigkeit, Steifigkeit und Härte
- Hohe Wärmeformbeständigkeit
- Hoher Verschleißwiderstand
- Gute elektrische Isolation
- Hohes Dämpfungsvermögen
- Hohe Beständigkeit gegen Lösungsmittel und Schmiermittel
- Hohe Feuchtigkeitsaufnahme

Polyamid 4.6 wird aus 1,4-Diaminobutan und Adipinsäure polykondensiert. Es ist sehr wärmeformbeständig, schlagzäh und fest, weist eine ausgeprägte Abriebfestigkeit und ein günstiges Langzeitverhalten auf.

Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Eigenschaften einiger wichtiger PA-Sorten und die Stellung von PA 4.6.

Tabelle 1: Eigenschaften verschiedener PA-Typen ([8])

PA-Sorte	Summenformel	Verhältnis CH ₂ /CONH	Dichte (g/cm ³)	Schmelzpunkt (°C)	Wasser-aufnahme (%)
PA 6	[-NH(CH ₂) ₅ CO-]	5	1,12-1,15	230	9,5
PA 11	[-NH(CH ₂) ₁₀ CO-]	10	1,03-1,05	180	-
PA 12	[-NH(CH ₂) ₁₁ CO-]	11	1,01-1,04	175	1,8
PA 4.6	[-NH(CH ₂) ₄ NH-CO(CH ₂) ₄ CO-]	4	1,18-1,21	295	13
PA 6.6	[-NH(CH ₂) ₆ NH-CO(CH ₂) ₄ CO-]	5	1,13-1,16	255	8,5
PA 6.9	[-NH(CH ₂) ₆ NH-CO(CH ₂) ₇ CO-]	6,5	1,06-1,08	-	-
PA 6.10	[-NH(CH ₂) ₆ NH-CO(CH ₂) ₈ CO-]	7	1,07-1,09	215	3,3
PA 6.12	[-NH(CH ₂) ₆ NH-CO(CH ₂) ₁₀ CO-]	8	1,06-1,07	-	-

Sehr deutlich wird hier, dass PA 4.6 unter den verglichenen Polyamiden den höchsten Schmelzpunkt aufweist, aber auch sehr viel Feuchtigkeit aufnimmt.

3 Experimentelles

3.1 Untersuchte Kunststoffe

Dieses Kapitel soll kurz die Kunststofftypen der einzelnen Hersteller vorstellen, die für die Weiterentwicklung der Ventilplattenmaterialien untersucht wurden.

3.1.1 Ticona Fortron

Es wurden Slugs aus drei verschiedenen PPS-Werkstoffen der Firma Ticona gefertigt und Prüfkörper daraus hergestellt. Die drei Kunststofftypen wurden vom Hersteller ungefüllt geliefert, extern mit Kohlenstofffasern compoundiert und unterscheiden sich in ihrer mittleren Molmasse voneinander. Zur Verarbeitung wird bei allen Typen eine vorangehende Trocknung über drei bis vier Stunden bei 110 – 120 °C vorgenommen [29].

3.1.1.1 Fortron 0205

Fortron 0205 ist eine leichtfließende unverstärkte PPS-Type. Die Dichte liegt bei 1,35 g/cm³ und die Wasseraufnahme bei 0,02 %. Die Schmelztemperatur T_m beträgt 280 °C und die Glasübergangstemperatur T_g 90 °C. Der Biege-E-Modul beträgt laut Datenblatt 3900 MPa, die Bruchspannung 130 MPa (jeweils bei 23 °C).

3.1.1.2 Fortron 0214

Fortron 0214 hat durch seine etwas höhere mittlere Molmasse eine ausgeprägtere Schmelzestabilität. Es hat ebenfalls eine Dichte von 1,35 g/cm² und eine Wasseraufnahme von 0,02 %. Die Schmelztemperatur T_m liegt bei 280 °C und die Glasübergangstemperatur bei T_g 90 °C. Das Material erreicht einen Biege-E-Modul von 3750 MPa und eine Bruchspannung von 125 MPa (jeweils bei 23 °C).

3.1.1.3 Fortron 0320

Die Type Fortron 0320 weist eine sehr hohe Schmelzestabilität auf und ist eigentlich für den Extrusionsprozess ausgelegt. Dichte und Wasserabsorption sind gleich wie

bei den beiden anderen Rohstoffen. Der Biege-E-Modul ist mit 4200 MPa am höchsten, genauso wie die Bruchspannung mit 145 MPa (jeweils bei 23 °C). Glasübergangs- und Schmelztemperatur sind wieder gleich hoch wie bei den anderen beiden PPS-Typen. Tabelle 2 fasst die unterschiedlichen Eigenschaften der PPS-Typen zusammen. Der Glasübergangspunkt wird für alle Typen mit 90 °C angegeben.

Tabelle 2: Eigenschaften der PPS-Typen

Eigenschaft	Fortron 0205	Fortron 0214	Fortron 0320
Biegefestigkeit (23 °C)	130 MPa	125 MPa	145 MPa
Biegemodul (23 °C)	3,9 GPa	3,75 GPa	4,2 GPa
E-Modul (23 °C)	4 GPa	3,8 GPa	3,5 GPa

3.1.2 Victrex PEEK

Es wurden zwei verschiedene PEEK-Typen für die Herstellung der Prüfkörper verwendet. Dabei handelt es sich um die Victrex Polymere PEEK 450 und PEEK 650, die sich in ihrer Molmasse und Schmelzeviskosität voneinander unterscheiden. Beide haben eine Dichte von 1,3 g/cm³ und einen Schmelzpunkt T_m von 343 °C. Die Glasübergangstemperatur T_g beträgt 143 °C. Der Biegemodul beläuft sich bei der Type PEEK 450 auf 4100 MPa und bei der Type PEEK 650 auf 4000 MPa.

Die beiden Basispolymere wurden vom Hersteller bereits mit Kohlenstofffaser gefüllt, in Form von Pellets (fertige Granulatform) bezogen. Die Bezeichnungen für die fertig gemischten Typen lauten 450CA30 und 650CA30, die Faseranteile von 30 Gew.-% aufweisen.

Die für diese Arbeit relevanten Eigenschaften der Type PEEK 450CA30 sind in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3: Eigenschaften von Victrex PEEK 450CA30 und PEEK 650CA30

Eigenschaft	PEEK 450CA30	PEEK 650CA30
Biegefestigkeit (23 °C)	390 MPa	370 MPa
Biegefestigkeit (125 °C)	250 MPa	250 MPa
Biegemodul (23 °C)	23 GPa	22 GPa

3.1.3 DSM Stanyl TW441

Diese PA 4.6-Type schmilzt bei 295 °C und hat eine Formbeständigkeitstemperatur (nach ISO 75-1/-2B) von 190 °C. Der Biegemodul bei Raumtemperatur beträgt 3000 MPa, bei 120 °C noch 800 MPa. Der Rohstoff hat eine Dichte von 1,18 g/cm³ und absorbiert Feuchtigkeit bis 3,7 %.

3.2 Materialmodifikation und Probencodierung

Alle verwendeten unverstärkten Materialien wurden mit Glas- oder Kohlenstofffasern aufbereitet, um Festigkeit und Steifigkeit der gefertigten Platten zusätzlich zu erhöhen. Zurzeit wird Victrex PEEK450 mit 20 Gew.-% Kohlenstofffaser für Ventilplatten verwendet.

Sämtliche PPS-Sorten von Ticona wurden von der Firma RTP mit Kohlenstofffasern compoundingiert und auf unterschiedliche Fasergewichtsanteile eingestellt. Es wurden auch Untersuchungen an zwei Typen angestellt, die besonders lange Glas- bzw. Kohlenstofffasern enthalten; diese sind bereits vom Hersteller vorgemischt. Langfasern verbessern durch ihren größeren Zusammenhalt sowohl untereinander als auch mit der Polymermatrix deutlich die Festigkeit, die Steifigkeit und vor allem die Kerbschlagzähigkeit von Werkstoffen.

Die Polyamid 4.6-Sorten von DSM wurden mit Mikroglassfasern von der Firma RTP aufbereitet.

Eine Übersicht über alle verwendeten Materialien ist in Tabelle 4 zu sehen.

Tabelle 4: Verwendete Compounds und Codierung

Materialcode	Materialname	Testbezeichnung
A	Ticona PPS0214 IM CF30	PPS0214 IM CF30
B	Ticona PPS320 CF30	PPS0320 CF30
C	Ticona PPS320 CF35	PPS0320 CF35
D	Ticona PPS320 CF25	PPS0320 CF25
K	Ticona PPS0205P4 30% LCF	PPS0205P4 LCF30
L	Ticona PPS0205P4 30% LGF	PPS0205P4 LGF30
F	Victrex PEEK 450 22% CF	PEEK450CA22
G	Victrex PEEK 450CA30	PEEK450CA30
H	Victrex PEEK 650CA30	PEEK650CA30
I	DSM Stanyl TW441 26% μ GF	PA TW441 μ GF26 (HCA)
E	DSM Stanyl TW441 16-20% μ GF	PA TW441 μ GF20 (HCA)
J	DSM Stanyl TW441 16-20% μ GF	PA TW441 μ GF20 (Leoben)

3.3 Zyklischer Plattentest

Der zyklische Plattentest wurde speziell für die Anwendung an Ventilplatten von der Firma Hoerbiger entwickelt. Er stellt die Belastungssituation, die in der Realität auftritt, sehr gut nach. Abbildung 15 zeigt die Vorrichtung für den zyklischen Plattentest.



Abbildung 15: Vorrichtung für den zyklischen Plattentest

In einem wassergekühlten, dichten Prüfraum befindet sich eine Ventilplatte, die mittig aus einem Slug herausgefräst wurde zwischen zwei Ventilsitzen. Diese sind

durch zwei Rohre mit den zwei Zylindern (1 und 2 in Abbildung 15) verbunden. In Abbildung 16 ist der Prüfaufbau des zyklischen Plattentests skizziert.

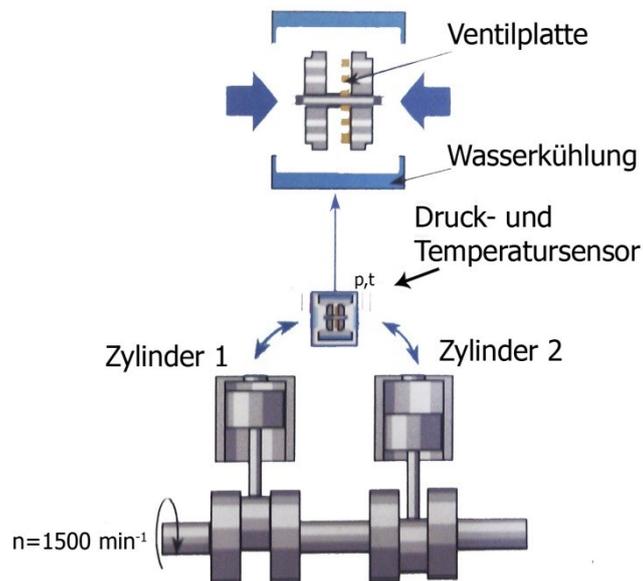


Abbildung 16: Schema der Prüfbedingungen beim zyklischen Plattentest [14]

Eine von einem Elektromotor angetriebene Kurbelwelle bewegt die Kolben in den beiden Zylindern abwechselnd nach oben in Richtung der Prüfkammer. Dadurch wird durch Einlassventile angesaugte Luft in den Zylindern periodisch mit hoher Frequenz verdichtet, was die Ventilplatte zwischen den Ventilsitzen hin und her bewegt. Der eingestellte Plattenhub beträgt 6 mm. Druck und Temperatur werden an beiden Seiten der Prüfkammer überwacht. Bei einem Defekt und Ausfall der zu prüfenden Ventilplatte wird diese undicht. Infolgedessen wird das gleiche Volumen Luft zwischen den beiden Zylindern hin- und hergeschoben, anstatt Frischluft anzusaugen. Dadurch steigt die Temperatur im Prüfraum an. Gemessen wird die Zeit bis zum Versagen der geprüften Platte. Als Versagenskriterium wird eine durch den Defekt der Ventilplatte verursachte Prüfraumtemperatur von 140 °C angenommen.

Das Verfahren ist nicht genormt und lässt sich nur zum direkten Vergleich zwischen den untersuchten Kunststofftypen anwenden. Eine Erhebung von Materialkennwerten ist nicht möglich. Zur Mittelwertbildung und Berechnung der Standardabweichung werden pro Versuchsreihe im zyklischen Plattentest zehn Platten geprüft.

3.4 Durchstoßversuch

Der Durchstoßversuch wird zur Bestimmung des Impactverhaltens von Kunststoffen und Kunststofffolien verwendet. In einem Fallwerk wird ein scheibenförmiger Probekörper senkrecht bei annähernd konstanter Geschwindigkeit von einem Fallbolzen durchstoßen und gleichzeitig die auftretende Kraft, sowie die Verformung aufgezeichnet. Die gemessenen Werte können zur Beurteilung des Werkstoffverhaltens herangezogen werden. Eigenschaften wie die Maximalkraft F_m , die Verformung bei Durchstoß l_p oder die Durchstoßenergie E_p werden ermittelt, beziehungsweise können errechnet werden. Die Ergebnisse aus dem Durchstoßversuch verschiedener Werkstoffe sind nur dann vergleichbar, wenn Abmessungen und Herstellung der Probekörper sowie die Prüfbedingungen gleich sind. Die Prüfungen zur Bestimmung des Durchstoßverhaltens wurden gemäß ISO 6603-2/40/10/C/4,4 [1] durchgeführt. Die Versuche wurden an einem Instron CEAST 9350 Fallwerk instrumentiert ausgewertet (siehe Abbildung 17).

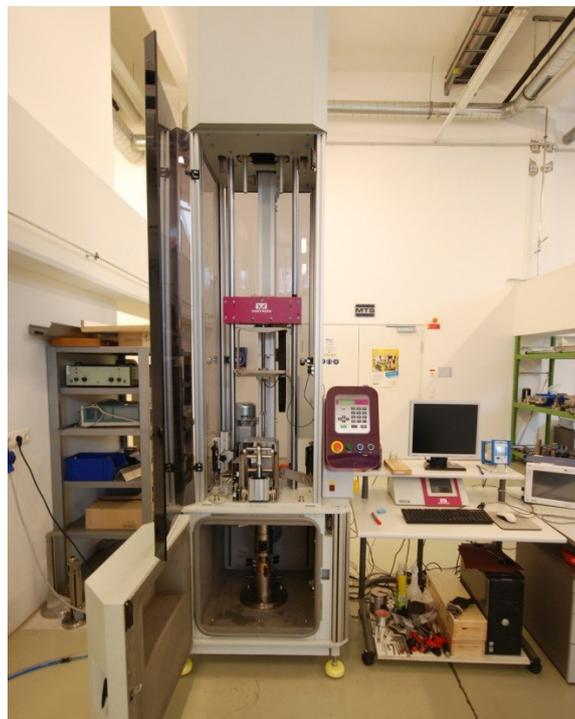


Abbildung 17: Instron CEAST 9350 des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe

Zur Probekörpervorbereitung wurden aus Slugs (mit einem Durchmesser von 165 mm, Dicke 4 mm) jeweils 4 kreisrunde Scheiben (mit einem Durchmesser von 60 mm) mit einer Lochsäge entnommen. Durch die mittig gelegene Anspritzung bei der Herstellung der Slugs werden durch diese Art der Probenentnahme möglichst gleichartige Zustände (Faserorientierung) in den Probekörpern gewährleistet. Beim Ausschneiden wurde durch eine geringe Schnittgeschwindigkeit die Hitzeentwicklung durch Reibungseffekte möglichst minimiert, um das Material nicht unnötig thermisch vorzubelasten. Abbildung 18 zeigt die Entnahmestellen für die Probekörper aus den Slugs.

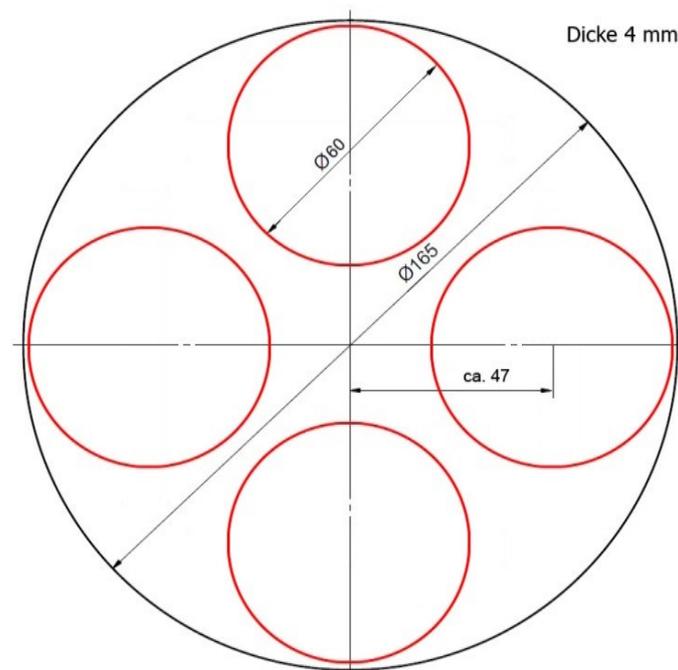


Abbildung 18: Probeentnahmestellen für den Durchstoßversuch

Getestet wurden alle zu untersuchenden Kunststofftypen (Tabelle 4) bei Raumtemperatur (23 °C), 100 °C, 150 °C sowie 200 °C. Die Probekörper wurden auf einen Auflagerring mit 40 mm Durchmesser gelegt und von oben während des Versuchs eingespannt gehalten. Als Stoßkörper wurde eine Halbkugelgeometrie mit einem Radius von 5 mm gewählt. Die Auftreffgeschwindigkeit des Stoßkörpers auf der Probe betrug bei allen Versuchen 4,4 m/s. Da der integrierte Ofen der Instron CEAST 9350 nur bis 150 °C heizen konnte, wurde für die Versuche bei 200 °C ein

zweiter Ofen beigestellt. Durch die Zeit, die das Wechseln der Probekörper in Anspruch nimmt, trat so unvermeidbar ein Temperaturabfall auf, der messtechnisch nicht erfasst blieb. Das Wechseln und anschließende Prüfen der Probekörper erfolgte möglichst rasch innerhalb weniger Sekunden.

Je Materialtyp und Temperatur wurden je fünf Versuche zur Berechnung des arithmetischen Mittelwerts gemacht.

3.5 3-Punkt-Biegeversuch

Der Biegeversuch ist eine Methode der zerstörenden Werkstoffprüfung, mithilfe derer verschiedene Materialkennwerte wie der Biegemodul E_f , die Verformung bei Bruch ϵ_{fB} oder die Bruchspannung σ_{fB} bestimmt werden können. Die Prüfungen zur Bestimmung des Biegemoduls wurden gemäß ISO 178 [2] durchgeführt. Bei sämtlichen Versuchen wurde an einer Zwick Z250 Zugprüfmaschine gearbeitet.

Die Probekörper wurden von der Fa. Hoerbiger bereitgestellt. Sie wurden aus Vollscheiben entsprechend der Norm auf eine Größe von $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ gefräst. Abbildung 19 zeigt die Entnahmepositionen aus der Scheibe. Die genauen Probekörperabmessungen, die für die Berechnung der mechanischen Eigenschaften erforderlich sind, sind im Anhang zu finden. Es wurden je fünf Prüfungen je Material und Temperatur durchgeführt, aus denen Mittelwert und Standardabweichung berechnet wurden.

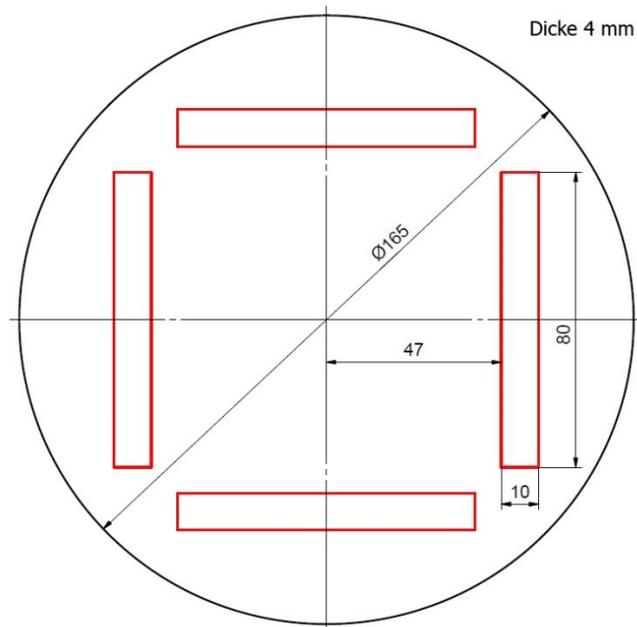


Abbildung 19: Probeentnahmestellen für den Biegeversuch

Eine derartige Probekörperentnahme spiegelt in Kombination mit der Biegebeanspruchung am ehesten die Belastungssituation im Ventil wider.

Abbildung 20 zeigt die Faserorientierung innerhalb eines Probekörpers anhand eines Schliffbildes sowie dessen Entnahmestelle. In der Mittelschicht sind die Fasern tangential orientiert, während sie in den Randschichten radial nach außen gerichtet sind.

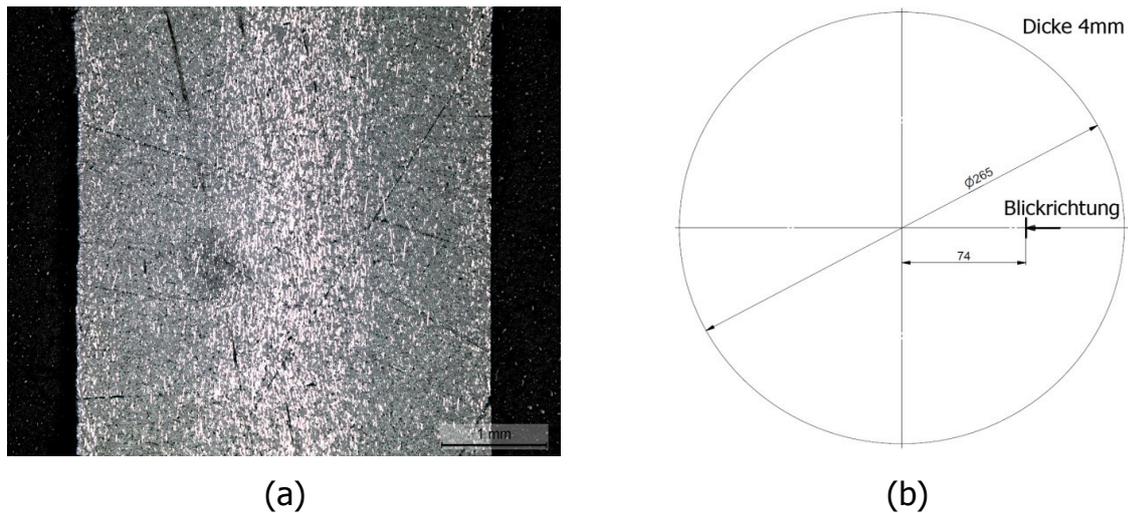


Abbildung 20: Faserorientierung im Schliffbild (a) und Entnahmestelle der Probe (b)
[23]

Die Druckfinne und die Auflager hatten einen Radius von 5 mm, die Stützweite der Auflager betrug 64 mm. Als Startbedingung für die Prüfung wurde auf den Probekörper eine Vorspannung der Randfaser von 0,1 MPa aufgebracht. Die wirkenden Belastungen wurden mit einer 10 kN Kraftmessdose aufgezeichnet. Die Durchbiegung des Probekörpers wurde mit einem Längenänderungsaufnehmer aufgezeichnet. Alle Messungen wurden in einem Temperierschrank durchgeführt.

Zusätzlich zu den Materialeigenschaften wurde auch der Einfluss der Temperung auf die Biegeeigenschaften von PEEK-Proben untersucht. Nach der Herstellung der Vollscheiben wurde dazu ein Teil der Platten bei 200 °C für 20 Stunden getempert und der andere Teil bei Raumtemperatur belassen.

3.6 Dynamisch mechanische Analyse

Mit der dynamisch mechanischen Analyse (DMA) können Informationen über den Verlauf mechanischer Eigenschaften unter geringer, meist sinusförmiger dynamischer Belastung als Funktion über Temperatur, Zeit und/oder Belastungsfrequenz gefunden werden.

Eine aufgebrachte mechanische Beanspruchung (eine Spannung bzw. Deformation) hat ein entsprechendes Antwortsignal zur Folge, welches hinsichtlich Amplitude und Phasenverschiebung ausgewertet wird (Abbildung 21)

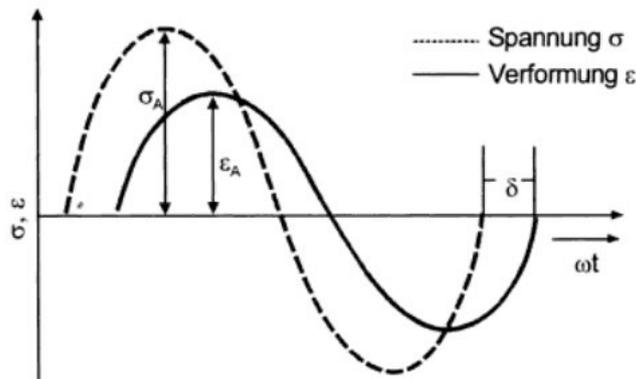


Abbildung 21: Sinusförmige Schwingung (Spannung σ) und Antwortsignal (Verformung ε) eines linear-viskoelastischen Materials [10]

Der komplexe Modul E^* wird als Quotient zwischen Spannungsamplitude σ_A und Verformungsamplitude ε_A berechnet und beschreibt die Steifigkeit der Probe. Sein Betrag ist:

$$|E^*| = \frac{\sigma_A}{\varepsilon_A} \quad (1)$$

Der komplexe Modul kann in seine zwei Bestandteile, den Speichermodul E' (Realteil) sowie den Verlustmodul E'' (Imaginärteil) aufgeteilt werden. Der Speichermodul stellt nach DIN EN ISO 6721-1 [2] die Steifigkeit eines viskoelastischen Werkstoffs dar und ist proportional zur maximal während einer Belastungsperiode elastisch gespeicherten Arbeit. Der Verlustmodul ist nach [2] proportional zu jener Arbeit, die während einer Belastungsperiode im Material dissipiert wird. Er ist ein Maß für die bei der Schwingung nicht wiedergewinnbare, in Wärme umgewandelte Energie.

Der Phasenwinkel δ ist nach [2] die Phasenverschiebung zwischen der dynamischen Spannung und der zugehörigen Verformung eines viskoelastischen Materials, das einer Schwingung ausgesetzt wird.

Der Verlustfaktor $\tan \delta$ ist das Verhältnis zwischen Verlust- und Speichermodul. Er wird als ein Maß für die Höhe der Energieverluste bei einer Schwingungsbelastung herangezogen und gibt Auskunft über das Dämpfungsverhalten des Werkstoffes. Die Berechnungsformeln für den Speichermodul E' , den Verlustmodul E'' , den komplexen

Modul E^* sowie den Verlustmodul $\tan \delta$ jeweils als Funktion der Kreisfrequenz ω zeigen folgende Gleichungen:

$$E'(\omega) = |E^*| \cdot \cos \delta \quad (2)$$

$$E''(\omega) = |E^*| \cdot \sin \delta \quad (3)$$

$$|E^*| = \sqrt{[E'(\omega)]^2 + [E''(\omega)]^2} \quad (4)$$

$$\tan \delta = \frac{E''(\omega)}{E'(\omega)} \quad (5)$$

Die Auswertung der Glasübergangstemperatur erfolgt in Anlehnung an die genormte *Differential scanning calorimetry* (DSC) Auswertung DIN EN ISO 11357-1 [4] (Abbildung 22). In Abbildung 22 steht T_{eig} für die extrapolierte Onset-Temperatur, T_{efg} für die extrapolierte Offset-Temperatur und T_{mg} für die Mittelpunktstemperaturen (gemessen ab der Hälfte der Höhe h der Kurve vor dem Beginn des Abfalls)

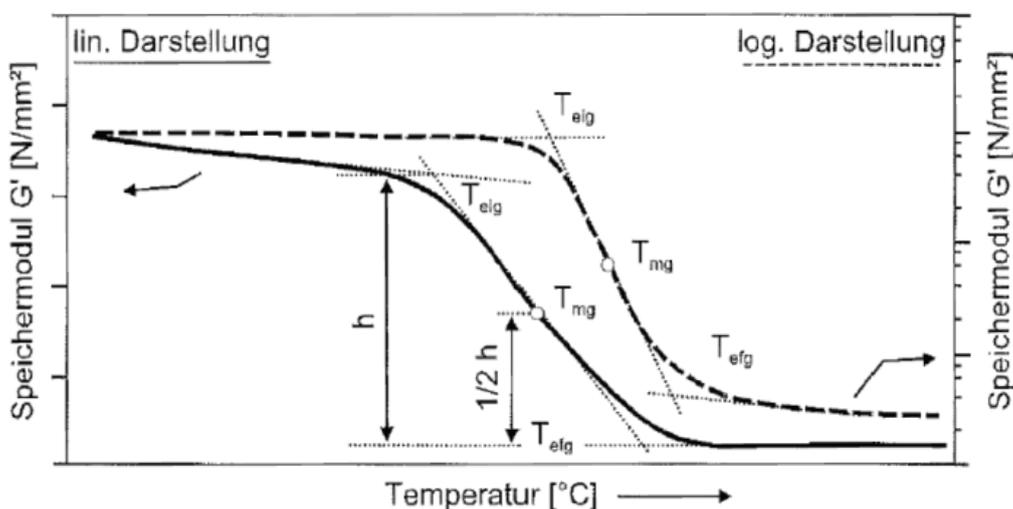


Abbildung 22: Möglichkeiten für die T_g -Auswertung der Speichermodulkurve [10]

Zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur wurde die extrapolierte Anfangstemperatur bzw. Onsettemperatur ausgewählt. Dazu wird der Schnittpunkt der Wendetangente mit einer von Temperaturen unterhalb des Glasübergangs extrapolierten Tangente markiert (in Abbildung 22 mit T_{eig} bezeichnet).

Sämtliche Messungen wurden auf einem Gerät von Mettler Toledo mit einer maximalen Kraftamplitude von 40 N mit einer Heizrate von 2 K/min und einer Belastungsfrequenz von 10 Hz im Biegemodus durchgeführt. Es wurden Probekörper mit einer Geometrie von 80 x 10 x 4 mm³ verwendet, die aus den Vollscheiben entsprechend Abbildung 19 herausgefräst wurden. Die Temperatur wurde in den Messungen beginnend bei Raumtemperatur linear bis etwa 10 K unter den Schmelzpunkt des untersuchten Materials erhöht.

4 Ergebnisse

4.1 Zyklischer Plattentest

Abbildung 23 zeigt die gesammelten Resultate des zyklischen Plattentests für alle Materialklassen mit Fehlerbalken (höchster und niedrigster gemessener Wert). Die Messergebnisse unterliegen einer hohen Streuung. Es wurden pro Material jeweils zehn Versuche gemacht [15]. Deutlich zu erkennen sind die deutlich höhere Laufleistung des PPS0214 IM CF30 im Vergleich zu den anderen PPS-Typen sowie die herausragende Laufleistung des PEEK650CA30.

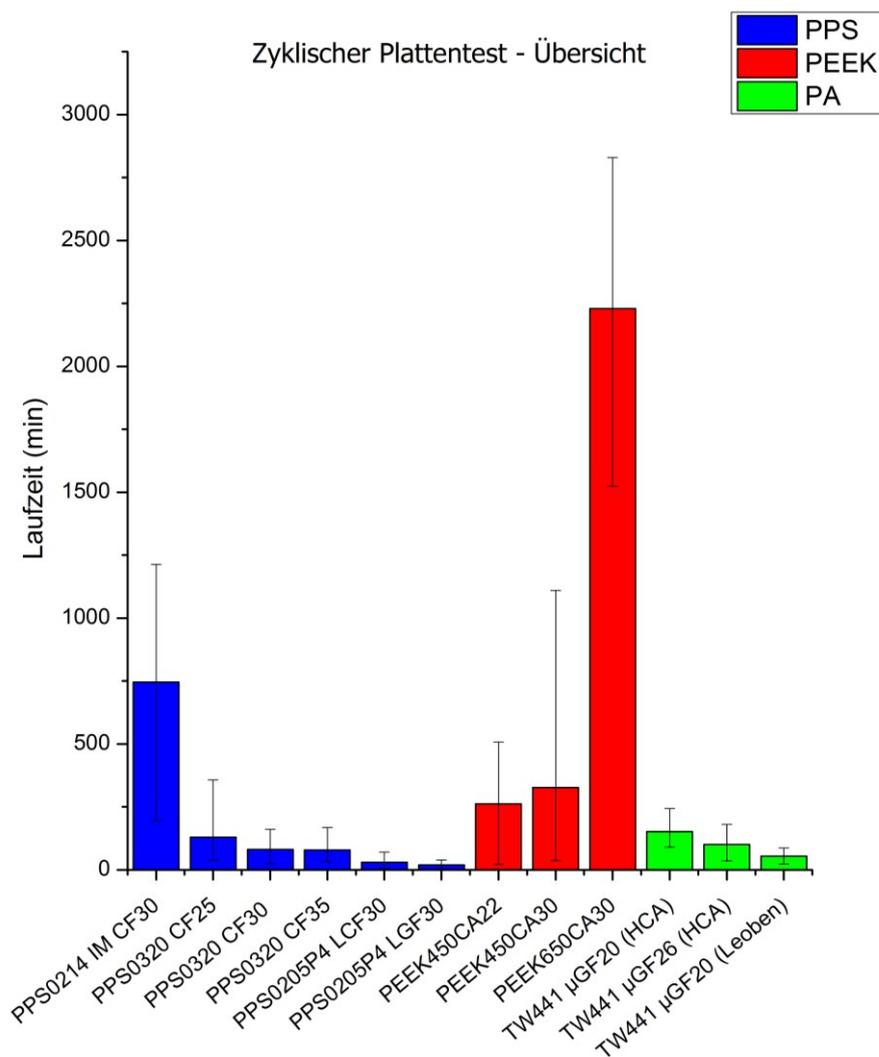


Abbildung 23: Ergebnisse der zyklischen Plattentests (blau = PPS-Typen, rot = PEEK-Typen, grün = PA-Typen)

4.1.1 Ergebnisse PPS-Typen

Abbildung 24 zeigt gesondert die Ergebnisse für die untersuchten PPS-Typen.

Das bei Fa. Hoerbiger bereits eingesetzte PPS0214 IM CF30 mit mittlerem Molekulargewicht (30 Gew.-% CF) hielt den Prüfbedingungen im Durchschnitt 746 min stand. Die PPS-Typen mit den höheren bzw. niedrigeren mittleren Molekularmassen (also PPS0205P4-Typen sowie PPS0320-Typen) zeigten eine niedrigere Laufleistung. Dazu muss allerdings bemerkt werden, dass diese Typen nicht mit einem Schlagzähmodifizierer ausgestattet sind. Die langfaserverstärkten niederviskosen PPS-Typen (PPS0205P4 LCF30 und PPS0205P4 LGF30) hielten den Belastungen ca. 30 min stand. Die kohlenstofffasergefüllte Type erreichte mit 30 Minuten eine etwas längere Laufzeit als die glasfasergefüllte (19 min). Mögliche Ursachen für diese enorme Diskrepanz zwischen den Ergebnissen könnte eine ungenügende Faser-Matrix-Haftung oder die niedrige mittlere Molmasse bei den langfaserverstärkten Typen sein. Die PPS-Typen mit der höheren mittleren Molekularmasse (PPS0320) kommen auf ca. 100 min Laufzeit, die signifikant unter der des PPS0214 IM CF30 liegt. Als Ursache dafür kommt die fehlende Schlagzähmodifizierung infrage. Bei den PPS0320-Typen wurde der Einfluss des Fasergewichtsanteils auf die Laufzeit untersucht. Es ließ sich folgender Trend erkennen: Mit steigendem Fasergewichtsanteil sank die gemessene Laufzeit im zyklischen Plattentest. Zwar nimmt die Festigkeit mit höheren Fasergewichtsanteilen zu, jedoch wird diese durch die zunehmend geringere Bruchdehnung (siehe Kapitel 3.5) und Sprödigkeit der höher gefüllten Materialien kompensiert und diese Sprödigkeit führt sogar noch früher zum Bruch. Die Ventilplatten müssen offensichtlich ein gewisses Maß an Zähigkeit aufweisen, um abrupte Impactbelastungen in den Ventilsitzen „abfedern“ zu können.

Zyklischer Plattentest - PPS

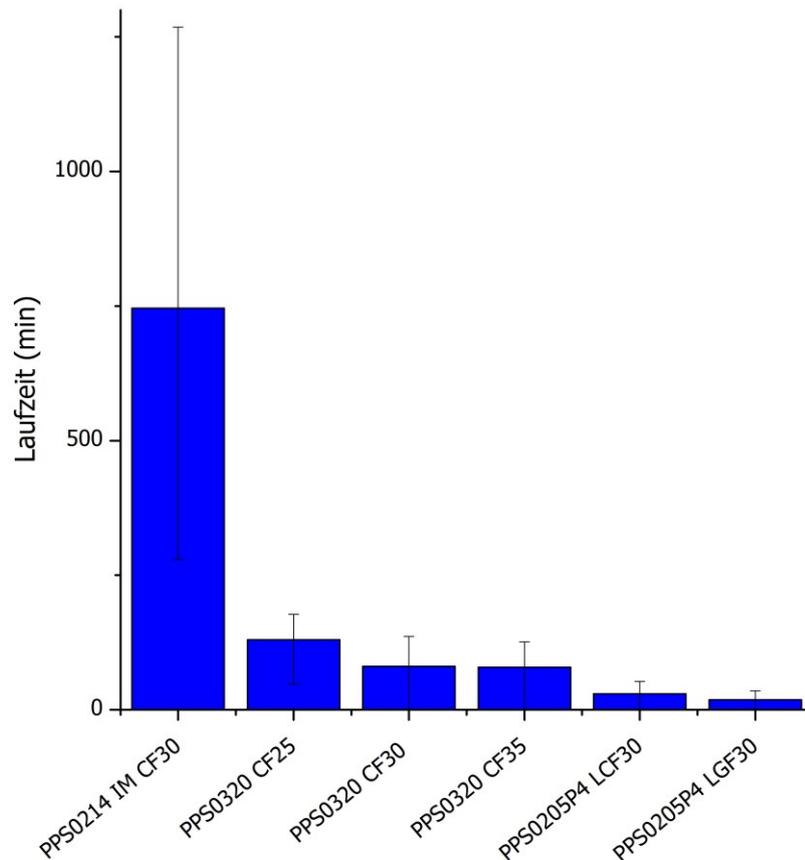


Abbildung 24: Ergebnisse des zyklischen Plattentests für PPS-Typen

4.1.2 Ergebnisse PEEK-Typen

Abbildung 25 zeigt einen Vergleich der PEEK-Typen.

Die beiden PEEK450-Typen von Victrex erreichten sehr ähnliche Laufzeiten von ca. 300 Minuten. Zwar ist der Mittelwert der Laufzeit beim höher gefüllten PEEK450CA30 etwas höher als beim PEEK450CA30, die Streuung bei diesen Versuchen war allerdings sehr groß, wodurch kein statistisch signifikanter Unterschied festgestellt werden kann (p -Wert im t -Test kleiner 0,05). Zu erwarten wäre gewesen, dass der höhere Füllstoffgehalt zu einer geringeren Laufzeit geführt hätte (entsprechend den Ergebnissen aus Kapitel 4.1.1)

Mit einer Laufzeit von durchschnittlich 2229 Minuten (36,67 Stunden) hielten die aus Victrex PEEK650CA30 gefertigten Ventilplatten dem zyklischen Plattentest weitaus

am längsten stand. Dieses Ergebnis ist um den Faktor 3 größer als der Wert des zur Zeit verwendeten PPS0214 IM CF30. Zwar zeigt auch das Victrex-Datenblatt [30] ein leicht besseres Schlagzähigkeitsverhalten von PEEK650CA30, jedoch sind die Unterschiede im bauteilnahen Versuch überraschenderweise um ein Vielfaches größer.

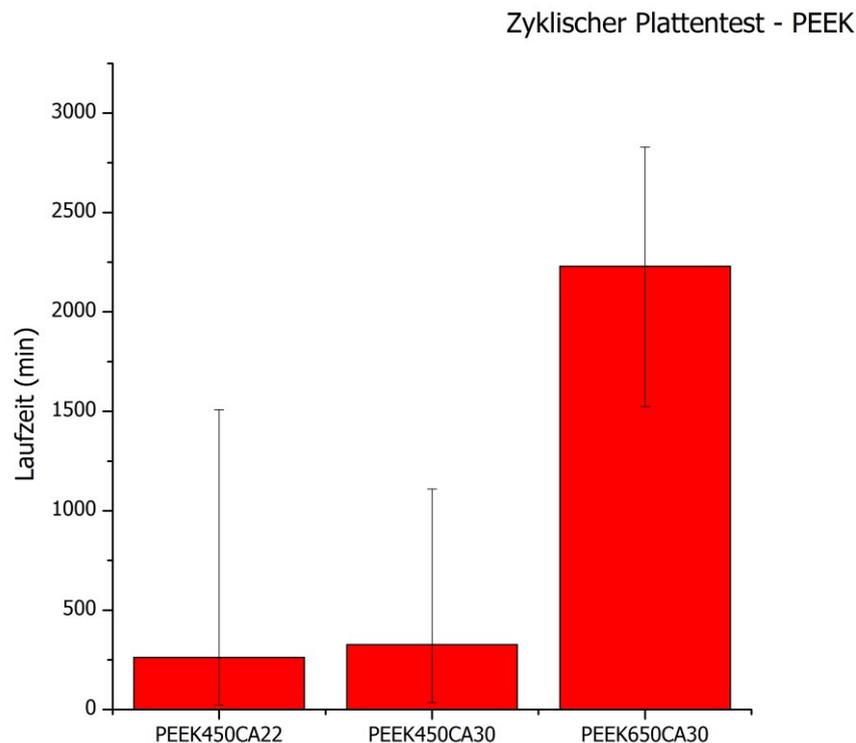


Abbildung 25: Ergebnisse des zyklischen Plattentests für PEEK-Typen

4.1.3 Ergebnisse PA-Typen

Abbildung 26 zeigt die Ergebnisse für die untersuchten PA-Typen.

Die Ventilplatten aus Polyamid 4.6 neigten trotz vorangehender Temperung zu hohem Verzug. Durch den Verzug aus der Plattenebene heraus waren die Platten in der Lage, stoßartige Belastungen besser abzufedern, während sie keine vollkommene Dichtheit ermöglichten. Dadurch stieg die Temperatur im Prüfraum, was zum Abbruch des Versuchs führte. Sie erschienen so nach dem Versuch oft frei von

Defekten und wurden erneut getestet. Nach dem Wiedereinbau der Platten wurde die Zeitnehmung fortgesetzt.

Die Ventilplatten versagten nach höchstens 152 min Laufzeit. Das höher gefüllte MTX GF26 wies eine niedrigere Laufleistung auf als das mit 20 % gefüllte PA. Dies bestätigt den, schon bei den PPS-Typen erkannten Trend. Die Laufleistung der in Leoben compoundingierten und produzierten MTX-Vollscheiben mit gleichem Rezeptaufbau war überraschenderweise nur etwa ein Drittel so hoch wie die der Scheiben aus extern compoundingiertem Material. Ein Grund dafür kann eine zu hohe thermische Belastung des Matrixpolymers bei der Compoundingierung sein.

Zyklischer Plattentest - PA

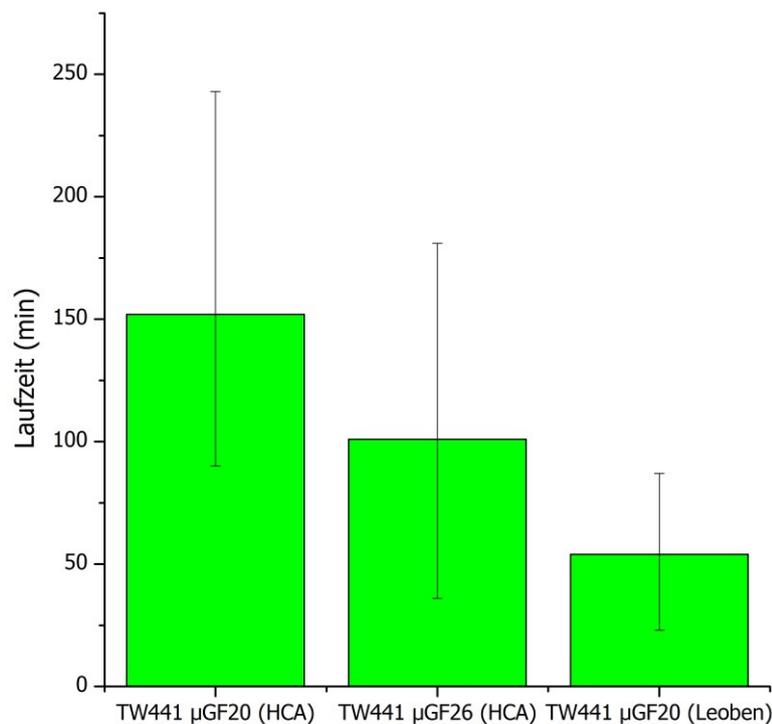


Abbildung 26: Ergebnisse des zyklischen Plattentests für PA-Typen

4.1.4 Schadbilder an Ventilplatten

Die im zyklischen Plattentest zerstörten Ventilplatten wurden optisch kontrolliert. Es zeigten sich einige charakteristische Schadbilder. Sehr häufig kam es zu Steg-

und Ringbrüchen an den Ventilplatten (Abbildung 27). Diese beiden Schadbilder führen zur Undichtheit der Ventilplatte. Es konnten aber auch Einschlüsse an der Oberfläche, punktförmige Ausbrüche sowie Ventilsitzmarkierungen festgestellt werden. In seltenen Fällen kam es zum Bruch der Randflächen am äußeren Ring der Platten.

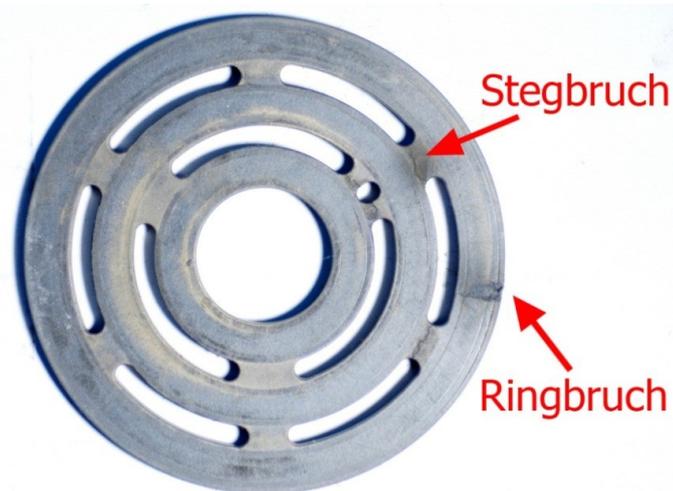


Abbildung 27: Steg- und Ringbruch einer Ventilplatte

Besonders auffällig war, dass größere Ausbrüche von Stegen sowie Brüche an den Randflächen der Scheibe nur bei langfaserverstärkten oder sehr hoch gefüllten Polymertypen gefunden werden konnten (PPS0205P4 LCF30, PPS0205P4 LGF30, PPS0320 CF35). Ventilplatten aus sehr spröden Materialien „bersten“ also bei gleichen Beanspruchungen eher. Abbildung 28 zeigt einen solchen Versagensfall.



Abbildung 28: Totalausbruch einer PPS0205P4 LCF30-Ventilplatte

Es konnte eine Abhängigkeit der Fehlerhäufigkeit von der Laufzeit im zyklischen Plattentest gefunden werden. Das bedeutet, dass an einer Ventilplatte während des Versuchs Defekte entstehen können, die zu keiner Undichtheit führen müssen. Beim PPS0214 IM CF30 wurde beispielsweise ein Korrelationskoeffizient von 0,95 errechnet.

Tabelle 5 zeigt für jede Materialklasse die durchschnittliche Anzahl an Schäden die nach der Undichtheit (Versagenskriterium im zyklischen Plattentest) zu entdecken waren. Gezählt wurden nur Defekte, die zur Undichtheit führen können (Steg- und Ringbrüche). Die Platten aus PEEK hatten am Ende ihrer Laufzeit im Mittel deutlich weniger Schäden als Platten aus PA oder PPS. Beim PEEK450 CA22 und PEEK650 CA30 waren einige Ventilplatten nach dem Versuch frei von erkennbaren Fehlern. Eine mögliche Erklärung dafür ist, dass bei den extrem lang andauernden Versuchen mit den PEEK-Ventilplatten die Temperatur auch ohne Undichtheit durch z.B. innere Reibung oder durch die langen Prüfzeiten auftretende Verschleißerscheinungen an den Kolbenringen auf Abbruchniveau steigt.

Tabelle 5: Durchschnittliche Anzahl an Defekten nach Materialklasse

	Mittelwert der Defektanzahl bei Versagen
PEEK	1,17
PA	2,20
PPS	3,32

4.2 Durchstoßversuch

Die Bruchbilder der geprüften Probekörper ähnelten sich bei Raumtemperatur über alle Materialtypen sehr stark. Sie versagten ohne Ausnahme spröd. Die aufgezeichneten Kraft-Verformungs-Kurven stimmen mit den im Anhang A der ISO 6603 dargestellten Diagrammen überein. Das dort als Bild A.1 angeführte Schädigungsbild gilt für „spröde oder textilfaserverstärkte Kunststoffe, die den Schädigungsbeginn mit anschließendem Durchstoßen zeigen“ [1]. Abbildung 29 und Abbildung 30 zeigen zum Vergleich die aufgetretenen Kraft-Verformungs-Kurven aus der ISO-Norm und dem praktischen Versuch.

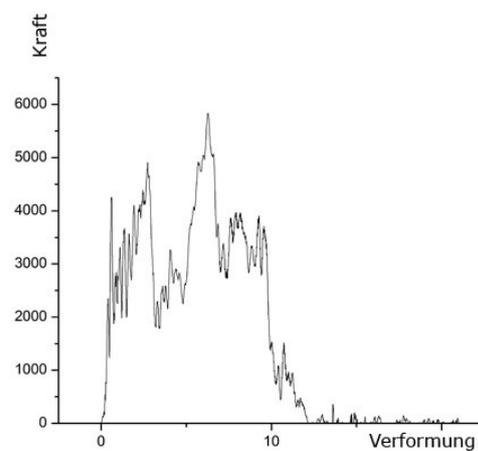
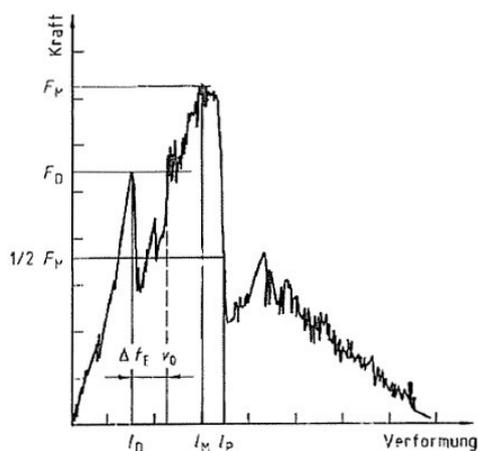


Abbildung 29: ISO 6603, Anhang A, Bild A.1

A.1

Abbildung 30: Ticona PPS 320 CF25

(Materialcode D) bei 23 °C

Es wurde stets mittig vom Stoßkörper ein Stück herausgeschlagen. Die Bruchflächen sind auf verschiedene Ebenen verteilt, die diskret und scharf abgegrenzt erscheinen. Abbildung 31 zeigt einen Probekörper nach dem Durchstoßversuch bei 23 °C.



Abbildung 31: PPS 320 CF35 nach dem Durchstoßversuch bei 23 °C

Die Schadensbilder der Prüfkörper nach Zerstörung unter höheren Temperaturen lassen ebenso auf ein sprödes Verhalten schließen. Die einzige Ausnahme bilden hier die PA-Typen, die unter Prüfbedingungen bei 150 °C und 200 °C Bruchflächen zeigen, die auf duktilere Verformung schließen lassen und teilweise auch nicht scharf mittig abgetrennt wurden (siehe Abbildung 32).



Abbildung 32: TW441 µGF20 (PA) nach dem Durchstoßversuch bei 150 °C

4.2.1 Übersicht Ergebnisse

Tabelle 6: Die Ergebnisse des Durchstoßversuchs für alle Materialklassen und gemessenen Temperaturen (23, 100, 150 und 200 °C)

Type	E_{p,23} (Nm)	E_{p,100} (Nm)	E_{p,150} (Nm)	E_{p,200} (Nm)
PPS0214 IM CF30	38,3	33,1	30,8	21,2
PPS0320 CF25	32,6	24,5	19,2	16,8
PPS0320 CF30	34,3	30,9	19,8	17,6
PPS0320 CF35	35,4	33,0	21,0	18,6
PPS0205P4 LCF30	29,2	30,2	19,8	20,2
PPS0205P4 LGF30	23,5	21,3	15,6	20,7
PEEK450CA22	34,0	22,3	41,1	32,5
PEEK450CA30	40,6	22,6	37,7	29,5
PEEK650CA30	43,2	27,3	45,1	33,2
PA TW441 µGF20 (Leoben)	15,9	15,8	25,6	22,8
PA TW441 µGF20 (HCA)	16,9	15,8	20,2	21,8
PA TW441 µGF26 (HCA)	19,4	14,1	20,7	18,2

4.2.2 Ergebnisse im Detail

Ergebnisse PPS-Typen

Abbildung 33 zeigt die Ergebnisse des Durchstoßversuchs für alle PPS-Materialien.

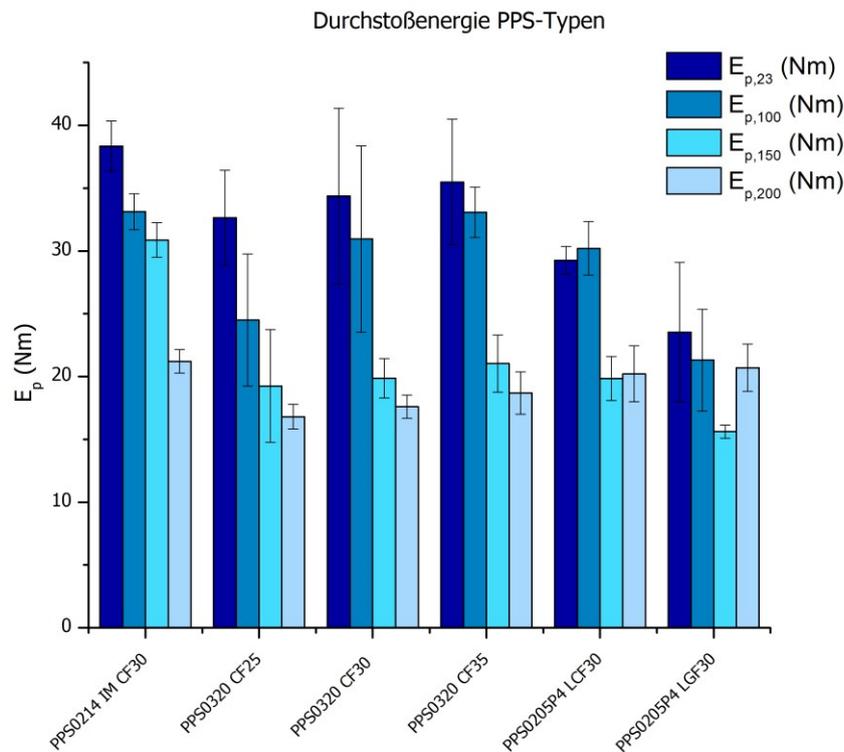


Abbildung 33: Ergebnisse des Durchstoßversuches für PPS-Typen

Das schon eingesetzte PPS0214 IM CF30 von Ticona erreichte bei Raumtemperatur eine mittlere Durchstoßenergie von 38,4 Nm. Die Durchstoßenergien für höhere Temperaturen sanken kontinuierlich ab. Die Glasübergangstemperatur der verwendeten PPS-Typen liegt bei 90 °C. Bei 200 °C lag die Durchstoßenergie noch bei 21,2 Nm. Auffällig war hier, dass die Durchstoßenergie bei 150 °C bei dem schlagzähmodifizierten PPS0214 IM CF30 auf einem deutlich höheren Niveau lag als bei den anderen Typen (auf etwa 80 % des Wertes bei Raumtemperatur statt etwa 60 % durchschnittlich bei den anderen Typen). Bei den höhermolekularen PPS-Sorten aus der Reihe PPS0320 lässt sich deutlich erkennen, dass mit zunehmendem Fasergewichtsanteil die benötigte Durchstoßenergie ansteigt. So lag die Durchstoßenergie E_p von PPS0320 CF25 bei 32,7 Nm, während sie bei der mit

35 Gew.-% gefüllten Type 35,5 Nm erreichte. Das PPS0320 mit 30 Gew.-% Kohlenstofffasern erreichte bei Raumtemperatur eine mittlere Durchstoßenergie von 34,4 Nm und liegt somit unter denen des auch mit 30 Gew.-% verstärkten PPS0214 IM CF30 mit dem niedrigeren Molekulargewicht und Schlagzähmodifizierung.

Das PPS0205P4 erreichte in dieser Testserie die niedrigsten Durchstoßenergien trotz seiner Verstärkung mit Langfasern, was auf einen positiven Einfluss höherer Molekularmassen hindeutet. Die mit Kohlenstofffasern gefüllte Type lag, der Erwartungshaltung gemäß, deutlich über der mit Glasfasern gefüllten Type. Das Material erfuhr bei höheren Temperaturen vergleichsweise kleine Einbußen bei den Durchstoßenergien. Langfasern können Verschlaufungen bilden, die auch bei erhöhter Temperatur ihre Festigkeit unabhängig von der Polymermatrix erhalten können.

Ergebnisse PEEK-Typen

Abbildung 34 stellt die Ergebnisse des Durchstoßversuches für die untersuchten PEEK-Typen dar.

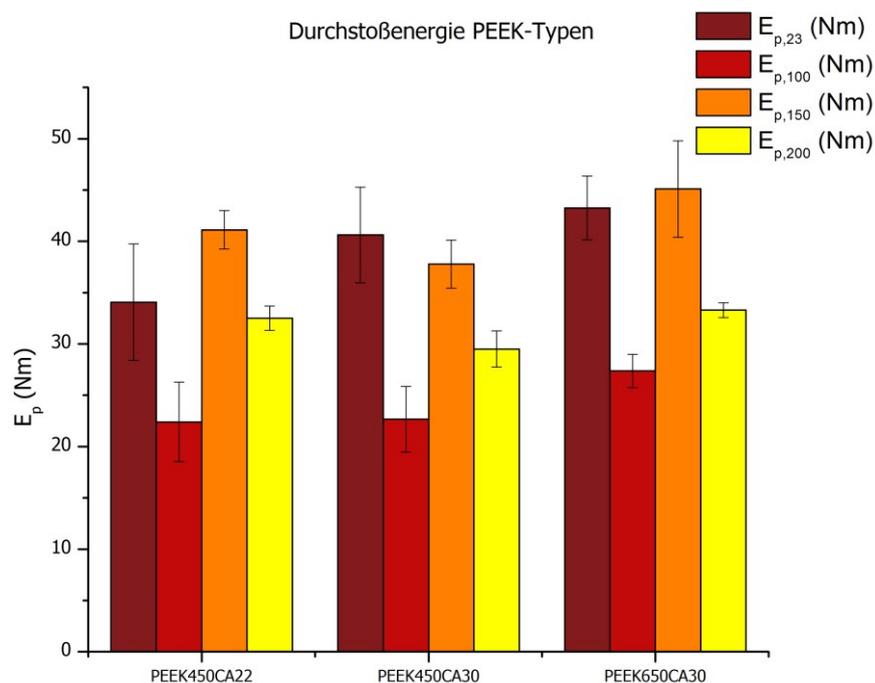


Abbildung 34: Ergebnisse des Durchstoßversuches für PEEK-Typen

Das Polyetheretherketon PEEK450CA22 mit einem Fasergewichtsanteil von 22 % benötigte für den Durchstoß bei Raumtemperatur eine Energie von 34 Nm. Mit einem erhöhten Fasergewichtsanteil von 30 % kann die nötige Durchstoßenergie auf 40,6 Nm gesteigert werden. Noch höhere Ergebnisse konnten mit der Type PEEK650CA30 erzielt werden, welche eine höhere mittlere Molmasse aufweist als die vorher genannten Typen.

Auffällig bei allen PEEK-Typen war eine niedrige Durchstoßenergie bei einer Prüftemperatur von 100 °C und der anschließende Anstieg auf eine hohe Durchstoßenergie bei einer Temperatur von 150 °C. Dieser Verlauf erscheint zunächst nicht plausibel. Eine mögliche Erklärung dafür könnten die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten des Faser- und Matrixmaterials, sein. Die stark verstreckte Kohlenstofffaser hat einen negativen Wärmeausdehnungskoeffizient, die Polymermatrix einen positiven. Durch das gegenteilige Ausdehnungsverhalten bei Erwärmung entstehen im Verbundwerkstoff nur durch den Einfluss der Temperatur innere Spannungen zwischen Fasern und Matrixmaterial. Aufgrund der guten Faser-Matrix-Anbindung haften die Fasern derart gut an der Polymermatrix, dass sich diese Spannungen mit jenen Spannungen, die aus dem Stoß resultieren, addieren. Als Folge wird für das Durchstoßen der Probe weniger Energie vom Fallbolzen benötigt. Bei höheren Temperaturen (150 °C und 200 °C) können die inneren Spannungen sich durch eine flexiblere Matrix (die Glasübergangstemperatur liegt hier bei 146 °C) besser abbauen. Dadurch wird die benötigte Energie für den Durchbruch der Probe wieder größer.

Die Ergebnisse bei 200 °C liegen mit etwa 30 Nm deutlich über denen der PPS-Typen.

Ergebnisse PA-Typen

Die Ergebnisse für die untersuchten PA-Typen zeigt Abbildung 35.

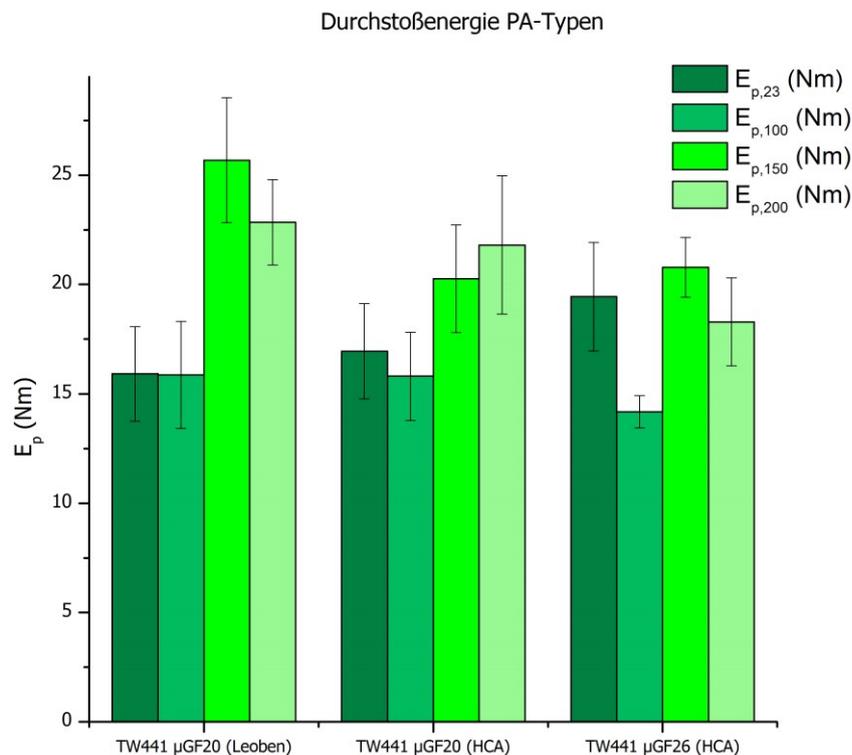


Abbildung 35: Ergebnisse des Durchstoßversuches für PA-Typen

Die zur Zerstörung der Prüfkörper aufgebrauchten Energien lagen bei den PA-Verbunden auf einem deutlich niedrigeren Niveau im Vergleich zu den PEEK- und PPS-Typen. So erreichte die Type MTX mit 20 % Glasfasergewichtsanteil eine mittlere Durchstoßenergie von 15,9 Nm. Das von der Firma RTP compounding, mit 26 % Glasfasern gefüllte PA 46 benötigte zum Durchstoß eine etwas höhere Energie von 19,4 Nm.

Die zum Durchstoß nötigen Energien (sowie die Energien bis zur Maximalkraft während des Versuchs) liegen für jede Materialklasse auf einem ähnlichen Niveau. Die mit 20 Gew.-% gefüllten PA-Typen verbrauchten 15 Nm zum Durchstoß, was auch bei einer Temperatur von 100 °C auf gleichem Niveau blieb. Eine weitere Erhöhung auf 150 °C ließ die nötigen Durchstoßenergien zunehmen. Zwar ließen die

Bruchflächen auch über 150 °C noch auf sprödes Materialversagen schließen, im Vergleich zu den PEEK- und PPS-Typen waren jedoch klar duktilere Versagensmuster zu erkennen (z.B.: keine völlige Abtrennung der herausgeschlagenen Stücke).

Abbildung 36 zeigt die Durchstoßenergien E_p (hier bei 23 °C) aufgetragen über die Laufzeit im zyklischen Plattentest. Es kann kein direkter Zusammenhang zwischen den Ergebnissen erkannt werden. Der errechnete Korrelationskoeffizient zwischen den Ergebnisgruppen beträgt 0,56. Der Korrelationskoeffizient kann Werte zwischen -1 und $+1$ annehmen. Bei einem Wert von $+1$ (bzw. -1) besteht ein vollständig positiver (bzw. negativer) linearer Zusammenhang zwischen den betrachteten Merkmalen.

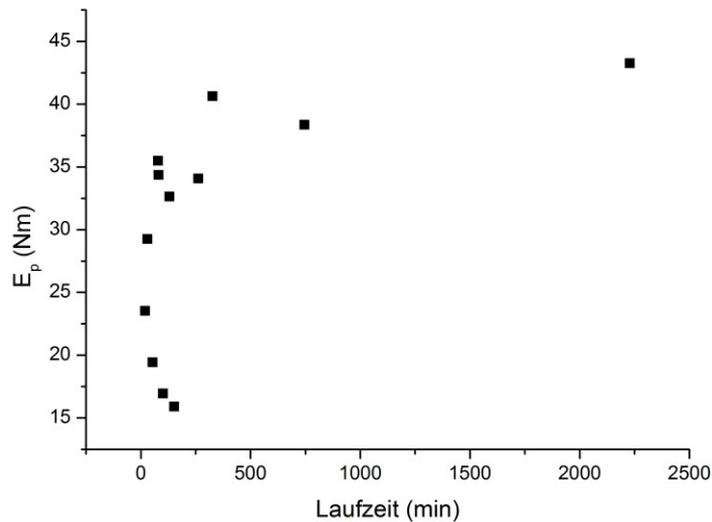


Abbildung 36: Korrelation zwischen der Laufzeit im zyklischen Plattentest und der Durchstoßenergie E_p

4.3 3-Punkt-Biegung

Aufgrund ihrer besseren Verarbeitbarkeit, Dauereinsatztemperaturen und besseren Ergebnissen im Plattentest verlagerte sich der Fokus im Laufe der Arbeit auf die Materialien PEEK und PPS, deswegen wurden bei den PA 46 Materialien auf die Durchführung der 3-Punkt-Biegung sowie der dynamisch mechanischen Analyse verzichtet. Die Ergebnisse für die beiden Versuche entfallen daher.

4.3.1 Vergleich der Biegemoduln

Durch Tempern können innere Spannungen in Kunststoffen, die beispielsweise durch die Verarbeitung entstanden sind, abgebaut werden. Besonderes Augenmerk in Bezug auf Eigenspannungen muss auf faserverstärkte Kunststoffe gelegt werden. Die Fasern sind durch den Spritzgießprozess im Bauteil orientiert und können so für ungewollte Eigenspannungen sorgen. Beim Tempern wird das Bauteil längere Zeit auf hoher Temperatur (z.B. knapp unter der Schmelztemperatur) gehalten, um ein Relaxieren der Spannungen zu ermöglichen. Versuchsweise wurden einige Slugs getempert, um den Einfluss der Temperung auf das Biegeverhalten untersuchen zu können.

Es zeigte sich, dass der Biegemodul der getemperten Slugs im Vergleich zu den nicht getemperten Platten etwas höher liegt. Die getemperten Probekörper zeigten einen E-Modul von 9548 MPa, während sich bei den unbehandelten 9525 MPa ergaben. Das ergibt eine relative Abweichung von 0,24%. Durch die beträchtliche Standardabweichung von (in beiden Fällen) etwa 100 MPa ist der Einfluss der Temperung hier jedoch nicht signifikant. Es kann weiters davon ausgegangen werden, dass durch den Einsatz der Ventilplatten teils über der Glasübergangstemperatur der verwendeten Basispolymere Änderungen in der Mikrostruktur der Bauteile auftreten können.

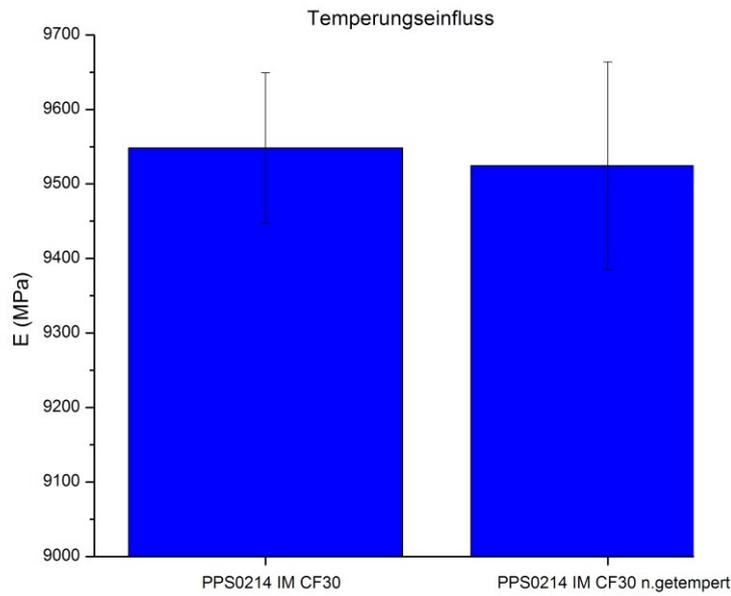


Abbildung 37: Einfluss der Temperung auf den Biege-E-Modul bei Raumtemperatur (PPS0215 IM CF30, Raumtemperatur)

Abbildung 38 zeigt die Ergebnisse des Biegeversuchs für alle PPS-Typen.

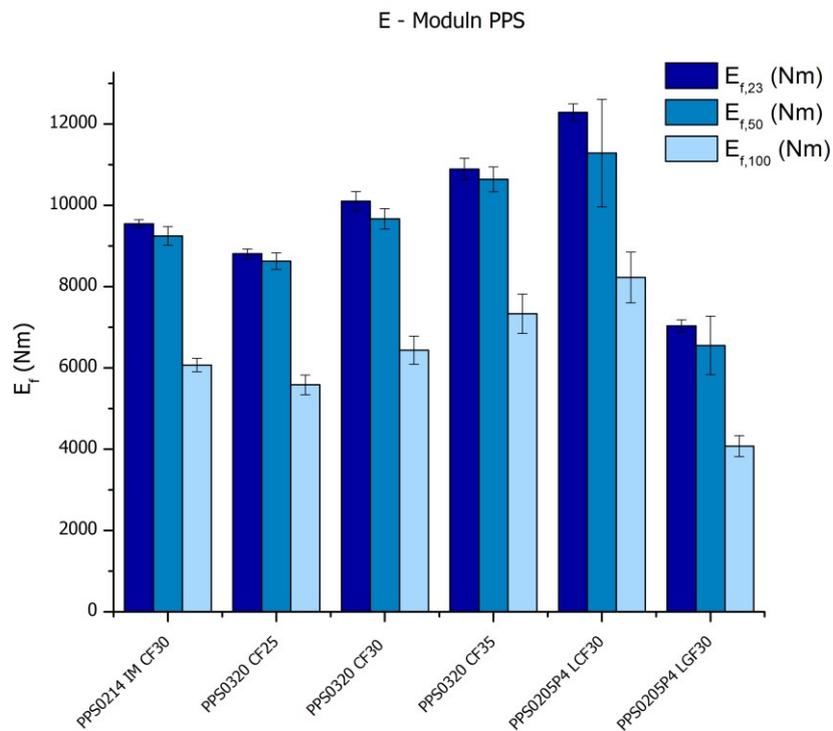


Abbildung 38: Ergebnisse aus dem Biegeversuch: Biege-E-Moduln für PPS-Typen

Das PPS0214 mit 30 % Kohlenstofffaser erreichte bei Raumtemperatur einen Biege-E-Modul von 9548 MPa. Der höhermolekulare PPS-Typ 0320 mit einem gleich hohen Anteil an verstärkenden Fasern kam auf einen E-Modul von 10108 MPa. Das entspricht einer Steigerung von 5,9 %. Eine Zunahme des Füllgrades mit Kohlenstofffaser hatte, wie bei den PPS0320-Sorten deutlich wird, einen Anstieg des Biege-E-Moduls zur Folge. Sämtliche Ergebnisse bei den höheren Temperaturen von 50 °C und 100 °C korrelierten.

Besonders auffällig bei den Ergebnissen mit den PPS-Typen war die deutliche Abnahme des Moduls bei den Biegeversuchen bei 100 °C. Laut dem Datenblatt des Herstellers [29] beträgt die Glasübergangstemperatur des Materials 90 °C, was diesen Effekt erklärt. Bei Temperaturen über der Glasübergangstemperatur haben die Matrixmoleküle eine höhere Beweglichkeit und gleiten leichter voneinander ab, somit lässt die Steifigkeit des Verbundes nach.

Die langfaserverstärkten PPS0205 Typen haben eine Matrix mit niedrigerer mittlerer Molmasse. Mit 30 % Langkohlenstofffasern ließ sich der Biege-E-Modul bei Raumtemperatur auf über 12 GPa steigern. Mit demselben Gehalt an langen Glasfasern erreichte der Verbundwerkstoff einen Modul von 7036 MPa und damit den geringsten Modul innerhalb der Materialklasse. Dafür verantwortlich ist die den Kohlenstofffasern unterlegene Steifigkeit der verstärkenden Glasfasern.

Abbildung 39 zeigt die Ergebnisse aus dem Biegeversuch für alle PEEK-Typen.

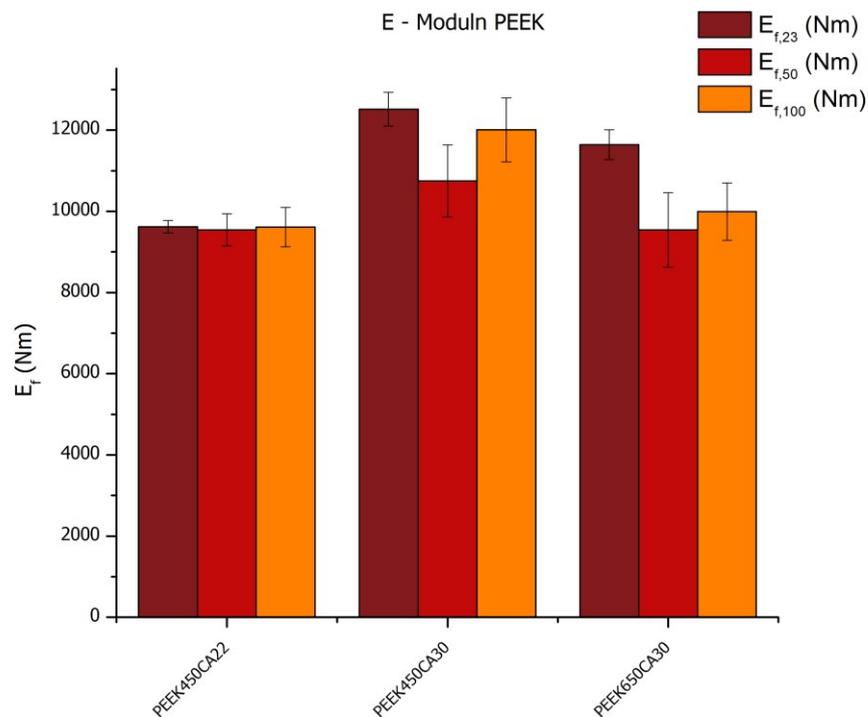


Abbildung 39: Biege-E-Modul für PEEK-Typen

Das PEEK450 mit einem Füllstoffgehalt von 22% (Kohlenstofffaser) wies einen Biegemodul auf dem Niveau des PPS0214 IM CF30 auf. Durch die steigenden Prüftemperaturen kam es hier allerdings zu keinen erheblichen Absenkungen des Moduls. Durch eine Erhöhung des Füllstoffgehalts auf 30 % konnte der Elastizitätsmodul auf 12516 MPa gesteigert werden. Auffällig sind die Einbrüche des Moduls bei der mittleren Prüftemperatur von 50 °C. Diese Effekte können nach dem getätigten Arbeitsumfang nicht unmittelbar erklärt werden und bedürfen weiterer Untersuchungen.

4.3.2 Vergleich der Bruchdehnungen

Abbildung 40 zeigt die Bruchdehnungen bei den untersuchten PPS-Materialien.

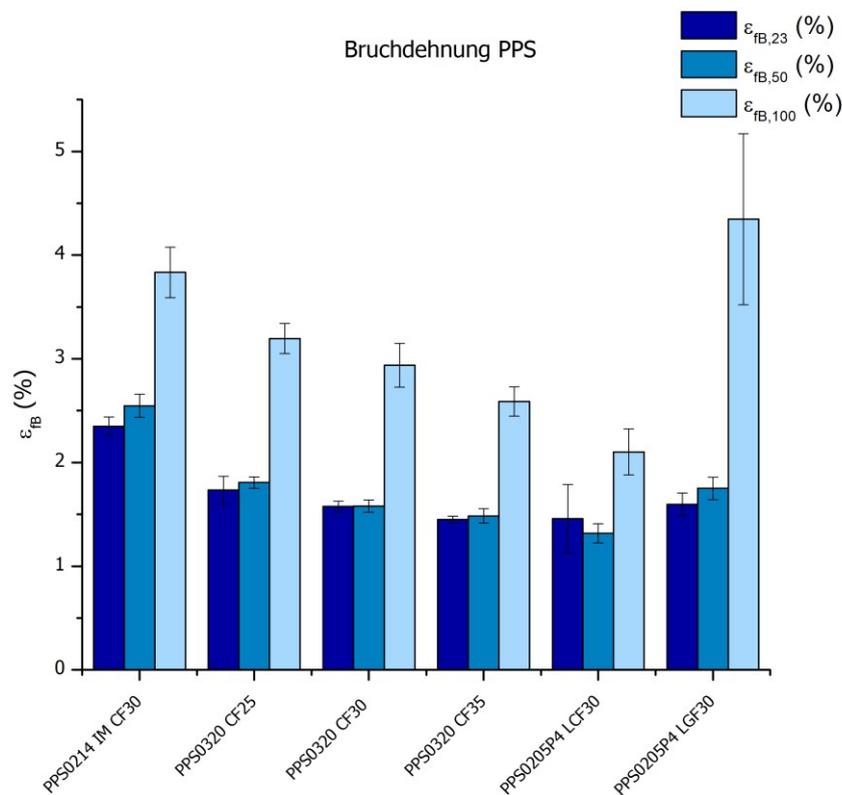


Abbildung 40: Bruchdehnungen für PPS-Typen

PPS0214 IM CF30 bricht bei Raumtemperatur bei einer Randfaserdehnung von 2,4 %. Mit steigendem Fasergewichtsanteil sank die Bruchdehnung kontinuierlich ab. Das Material wird steifer und spröder. Mit der Temperatur stieg die Bruchdehnung unterhalb des Glasübergangs nur geringfügig an. Eine deutliche Steigerung von ϵ_{fb} trat bei allen Materialien nach dem Glasübergangspunkt auf. Die Ursache dafür ist, dass das Matrixmaterial des Verbundwerkstoffs nach T_g weicher wird, was dazu führt, dass Bruchspannungen erst bei höheren Durchbiegungen erreicht werden.

Die Haftung der Langkohlenstofffasern an der PPS0205P4-Matrix blieb auch nach dem Überschreiten des Glasübergangspunktes vergleichsweise gut bestehen, während die Langglasfasern deutlicher abgleiten.

Abbildung 41 stellt die Ergebnisse der Bruchdehnung für die untersuchten PEEK-Typen dar.

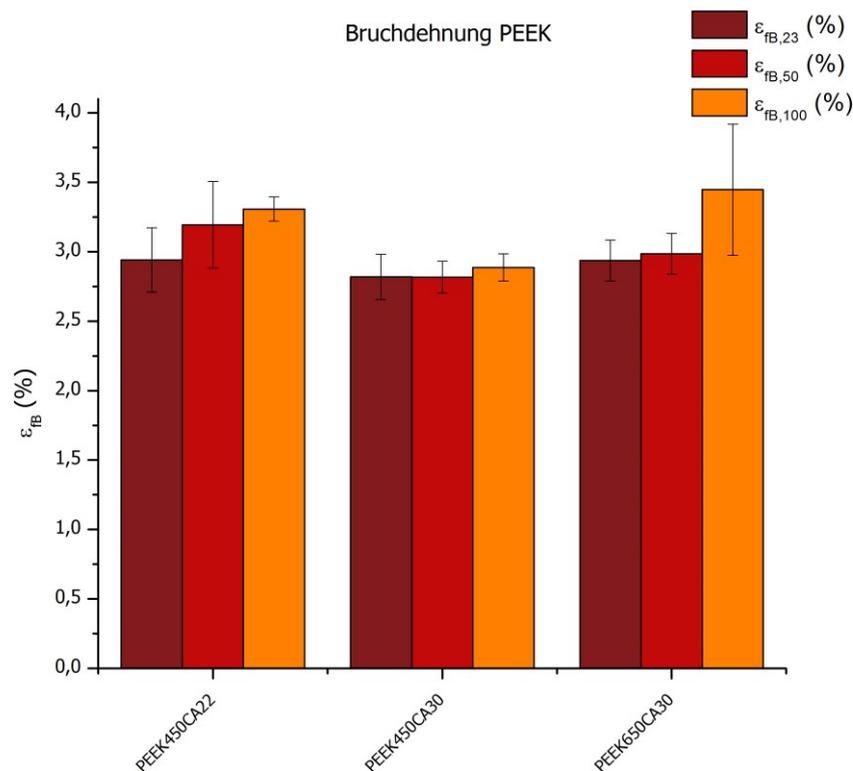


Abbildung 41: Bruchdehnungen für PEEK-Typen

PEEK450CA22 wies bei Raumtemperatur eine Randfaserdehnung von 3 % auf, was auffällig über den erreichten Dehnungen sämtlicher PPS-Typen liegt. Die Dehnungen steigen auch hier mit der Temperatur leicht an. Die maximale Prüftemperatur von 100 °C liegt deutlich unter dem Glasübergangspunkt von PEEK, weshalb keine wesentlich höheren Dehnungen auftraten. Auch das höher molekulare PEEK650CA30 dehnt sich im beobachteten Temperaturrahmen nicht signifikant mehr als die verglichenen Typen.

4.3.3 Vergleich der Bruchspannungen

Abbildung 42 veranschaulicht die Bruchspannungen für die PPS-Typen.

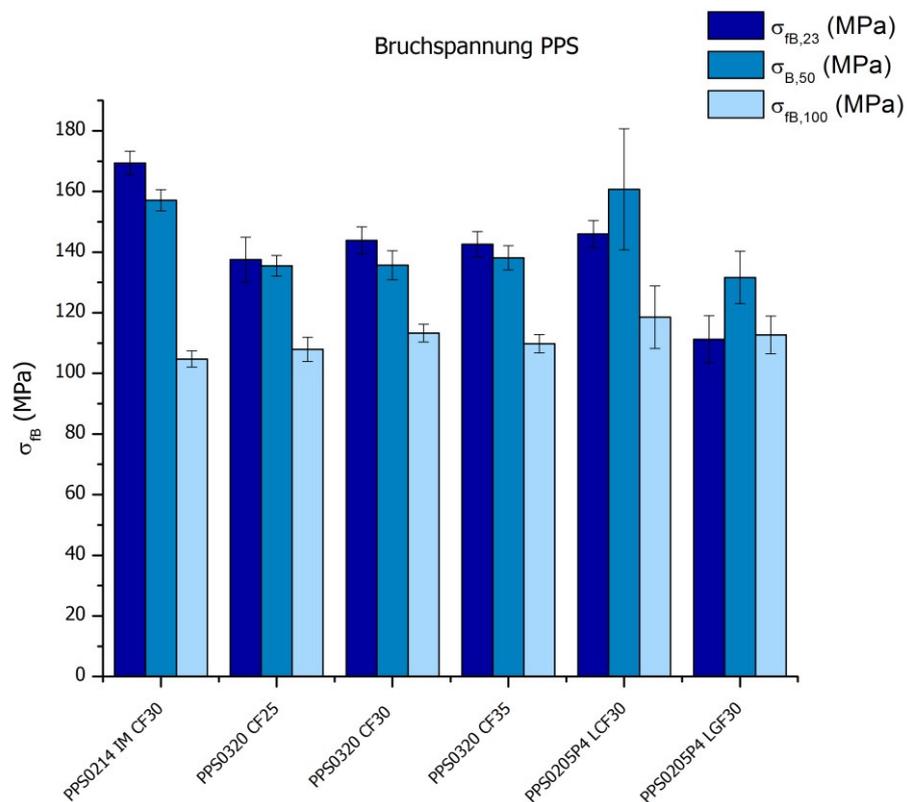


Abbildung 42: Bruchspannungen für die PPS-Typen

Das PPS0214 IM CF30 mit der geringeren Molmasse erreichte bei Raumtemperatur mit 169,4 MPa die höchste Bruchspannung. Die ertragbaren Spannungen sinken mit der Temperatur (besonders nach dem Überschreiten von T_g) kontinuierlich. Beim PPS0320 steigen die Bruchspannungen von 25 % auf 30 % Verstärkungsfasern leicht an, von 30 % auf 35 % gibt es keine Steigerung mehr und die Bruchspannungen bleiben auf ungefähr dem gleichen Niveau. Das PPS0205P4 LCF30 reiht sich mit den PPS0320 CF30 und CF35-Typen ein, wobei die Werte bei 50 °C ähnlich wie beim langglasfaserverstärkten PPS nochmals leicht steigen. Die langglasfaserverstärkten Proben erreichten mit 111,2 MPa die geringsten Bruchspannungen.

Abbildung 43 zeigt die Bruchspannungen für die Gruppe der untersuchten Polyetheretherketone.

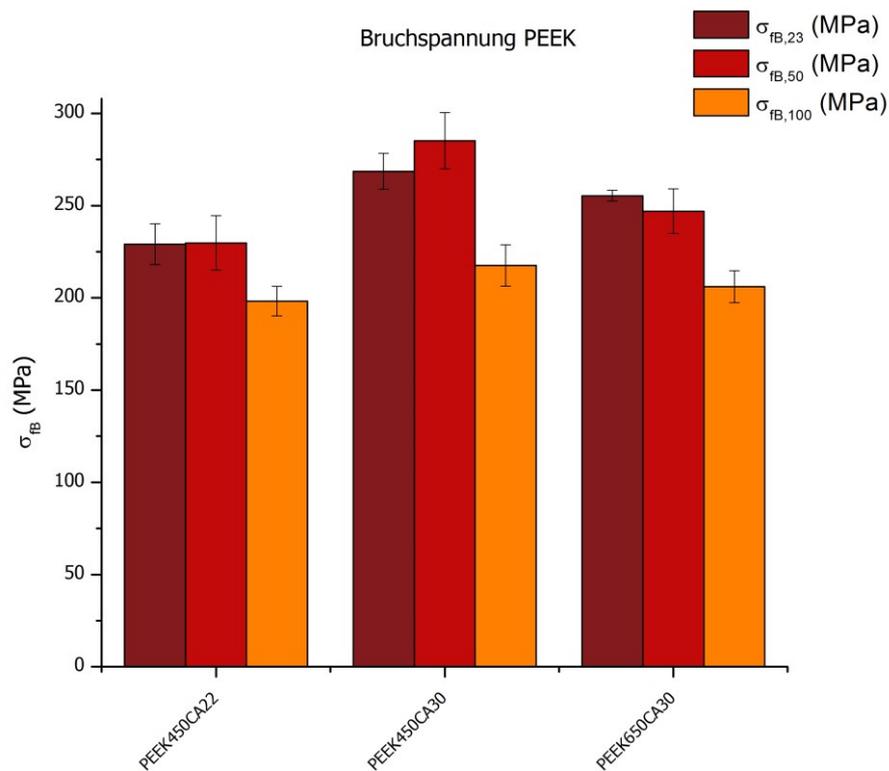


Abbildung 43: Bruchspannungen für die PEEK-Typen

Hier sinkt mit der höheren Molekularmasse des PEEK650CA30 die ertragene Bruchspannung im Vergleich zum PEEK450CA30. Durch einen höheren Füllgrad mit Fasern kann die Bruchspannung auf ein höheres Niveau angehoben werden, wie der direkte Vergleich zwischen dem PEEK450CA22 und dem PEEK450CA30 zeigt.

Abbildung 44 zeigt die Bruchspannung σ_{fB} aufgetragen über die Laufzeit aus dem zyklischen Plattentest. Es besteht kein Zusammenhang zwischen den beiden Größen. Der Korrelationskoeffizient beträgt hier 0,59. Auch alle anderen Ergebnisse aus dem 3-Punkt-Biegeversuch wurden mit ähnlichem Resultat auf eine Korrelation untersucht.

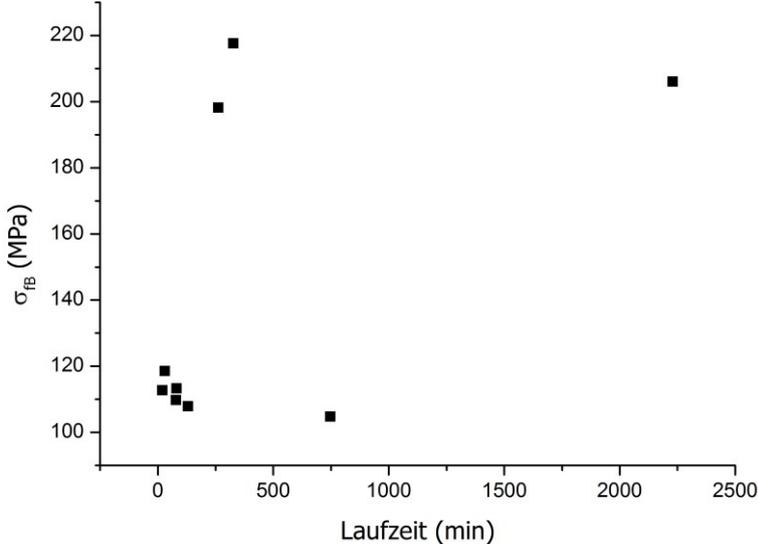


Abbildung 44: Korrelation zwischen der Laufzeit im zyklischen Plattentest und der Bruchspannung σ_{FB}

4.4 Dynamisch mechanische Analyse

4.4.1 Glasübergangspunkte

Zur Bestimmung der Glasübergangstemperatur wurde wie in Kapitel 3.6 beschrieben die extrapolierte Anfangstemperatur bzw. Onsettemperatur ausgewählt. Tabelle 7 zeigt die ausgewerteten Glasübergangstemperaturen für die untersuchten Werkstoffe. Durch das gute Abschneiden der hochmolekularen Victrex PEEK Type im Plattentest wurde zusätzlich zu den bereits beschriebenen untersuchten Materialien auch eine hochmolekulare PEEK-Type der Firma Evonik (VESTAKEEP5000 CF30) mittels DMA analysiert.

Tabelle 7: Glasübergangstemperaturen der untersuchten Materialien

Material	T_g (°C)
PPS0214 IM CF30	97,5
PPS0320 CF25	99,9
PPS0320 CF30	98,9
PPS0320 CF35	98,4
PPS0205P4 LCF30	91,3
PPS0205P4 LGF30	88,4
PEEK450CA22	140,2
PEEK450CA30	143,7
PEEK650CA30	146,6
VESTAKEEP5000 CF30	146,6

Die Glasübergangstemperaturen der PPS-Typen sind abhängig von der mittleren molaren Masse der Matrixpolymere. Die niedermolekulare PPS0205-Sorte erreichte eine Glasübergangstemperatur von 91,3 °C mit LCF bzw. 88,4 °C mit LGF. Die festere Kohlenstofffaser vermag also im Vergleich zur Glasfaser den Glasübergangspunkt zu höheren Temperaturen hin zu verschieben. Das Material wird in seiner inneren Beweglichkeit gehindert. PPS0214 IM CF30 weist eine höhere mittlere Molmasse auf und erreichte eine Glasübergangstemperatur von 97,5 °C. Beim PPS0320 konnten noch höhere Glasübergangstemperaturen gemessen werden.

Auch bei den PEEK-Typen konnte eine Abhängigkeit des T_g von der mittleren Molmasse beobachtet werden. Durch den Einsatz des höhermolekularen PEEK650 als Matrixpolymer erhöhte sich der Glasübergangspunkt um ca. 3 K. Ein vergleichbarer Effekt mit einer Verschiebung des Glasübergangspunktes aufgrund der mittleren Molmasse konnte in der gesichteten Literatur nicht gefunden werden. Das zum Vergleich untersuchte VESTAKEEP5000 erreichte mit 146,6 °C den gleichen Glasübergangspunkt wie das PEEK650CA30 von Victrex. Das PEEK450CA22 erreichte einen T_g von 140,2 °C. Ein höherer Fasergehalt von 30 % wirkt sich auf den Glasübergangspunkt positiv aus, wie sich beim PEEK450CA30 mit einem T_g von 143,7 °C erkennen lässt.

4.4.2 Speichermodul-Temperatur Verläufe

Ergebnisse PPS

Abbildung 45 zeigt den Verlauf von Speichermodul E' sowie $\tan \delta$ für das PPS0214 IM CF30. E' beläuft sich bei 50 °C auf ca. 9 GPa. Die Moduln des Verbundmaterials sinken mit steigender Temperatur zusehends, bis sie ab T_g drei Viertel ihres ursprünglichen Niveaus innerhalb eines Temperaturintervalls von 50 °C verlieren. Bei 250 °C beginnt ein erneuter Abfall, der den Schmelzvorgang andeutet.

Der $\tan \delta$ -Verlauf zeigt bei niedrigen Temperaturen ein stark elastisches Verhalten. Nach dem Überschreiten von T_g steigen die viskoelastischen Anteile der Verformung ($\tan \delta$ steigt ebenfalls an).

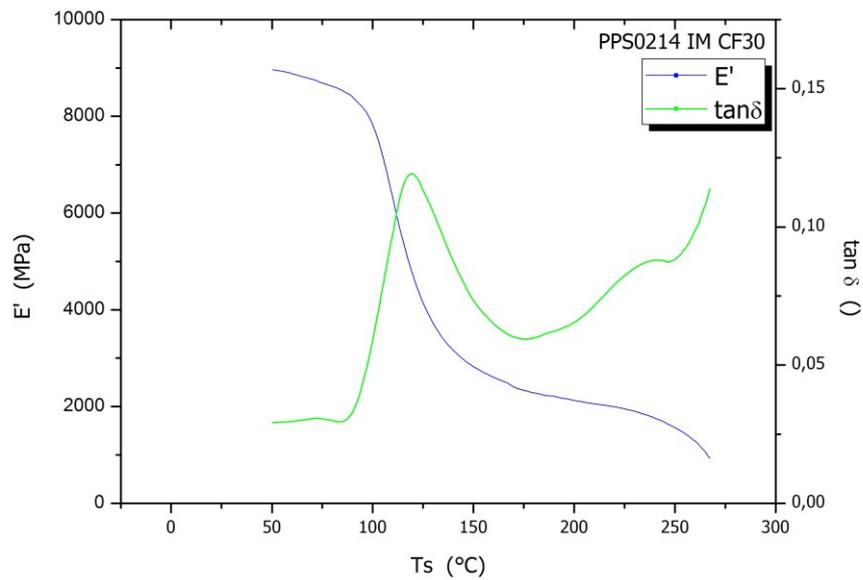


Abbildung 45: Speichermodul E' und $\tan \delta$ über Proben temperatur T_s für

PPS0214 IM CF30

Der Einfluss der Temperung (20 Stunden bei 200 °C) wird in Abbildung 46 deutlich.

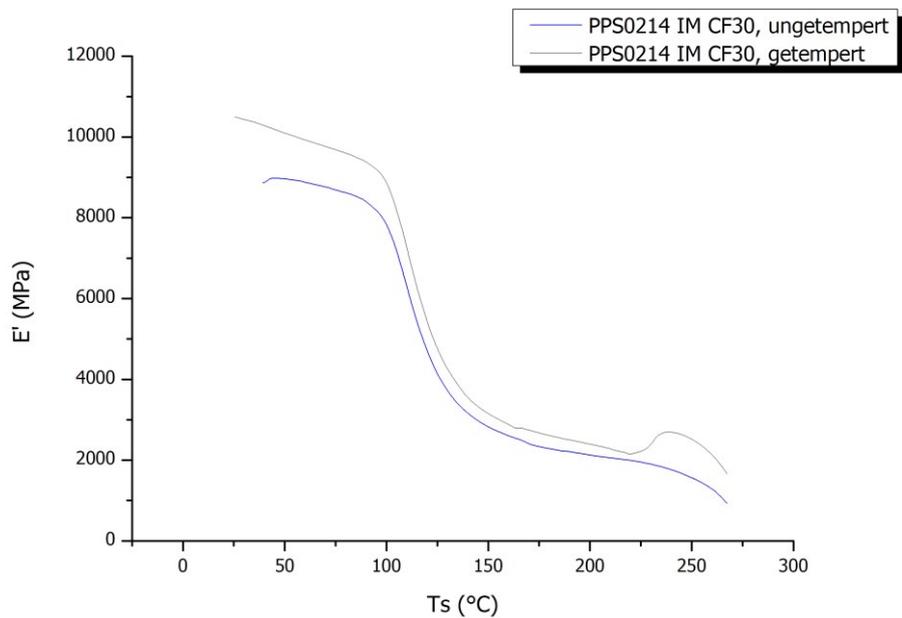


Abbildung 46: Speichermodul von ungetemperten und getemperten

PPS0214 IM CF30-Proben

Durch das Tempern wird die Kristallinität des PPS erhöht. Das höhere Niveau der Speichermodulkurve bestätigt das. Die Glasübergangstemperatur der getemperten Probe ist ebenfalls höher als die der ungetemperten. Besonders im Temperaturbereich unterhalb T_g wird durch den Tempervorgang ein höherer Modul des Kunststoffes erreicht.

Abbildung 47 zeigt die zugehörigen Verlustfaktor-Kurven. Auch hier wird die höhere Glasübergangstemperatur durch das verschobene Maximum durch die Temperung sichtbar. Außerdem ist das Niveau der $\tan \delta$ -Kurve der getemperten Probe generell höher. Tempervorgänge bewirken in teilkristallinen Thermoplasten üblicherweise den gegenteiligen Effekt: Zwar steigt durch das Tempern wie auch hier beobachtet die Steifigkeit, allerdings vermindert sich die Dämpfung bis zur Tempertemperatur [10].

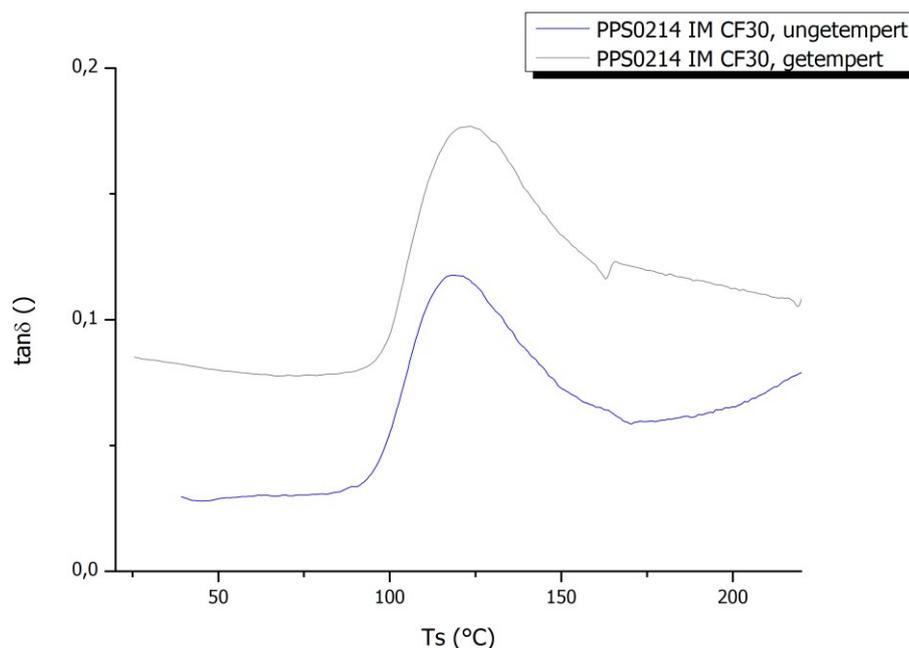


Abbildung 47: Verlustfaktor von ungetemperten und getemperten PPS0214 IM CF30-Proben

Abbildung 48 zeigt die Verläufe von Speichermodul über Temperatur für sämtliche getestete PPS0320-Typen.

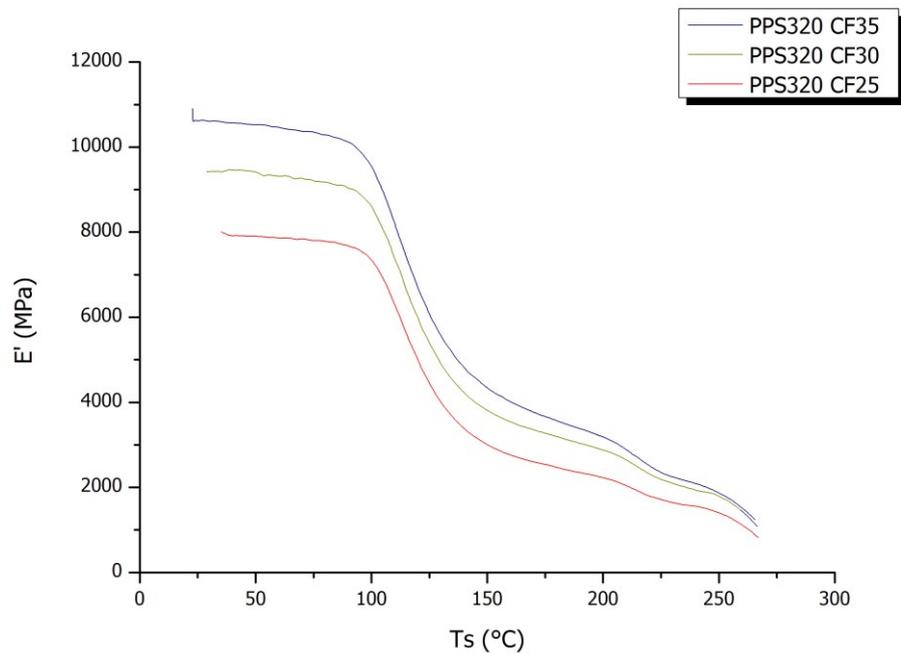


Abbildung 48: Übersicht über die Speichermodulkurven der PPS0320-Typen

Klar erkennbar ist hier, dass durch einen höheren Füllgrad sowohl höhere Steifigkeiten als auch eine Verschiebung des T_g hin zu höheren Temperaturen erreicht werden kann.

Abbildung 49 zeigt die zugehörigen Verlustfaktorkurven.

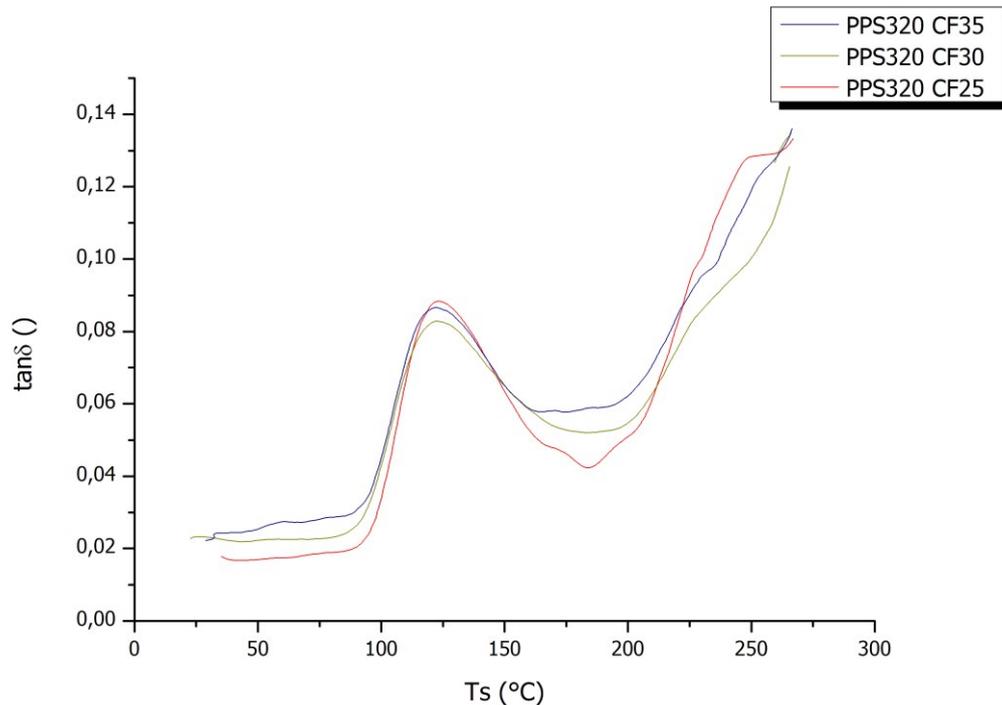


Abbildung 49: Übersicht über die $\tan \delta$ -Kurven der PPS0320-Typen

Die Verläufe des $\tan \delta$ sind nahezu ident. Die Kurvenmaxima liegen bei derselben Probetemperatur T_s . Die Materialien haben ähnliche Dämpfungseigenschaften und ein ausgeprägt elastisches Verhalten (sehr niedrige viskose Anteile an der Gesamtverformung).

Abbildung 50 zeigt die E' -Kurven der langfaserverstärkten PPS0205P4-Typen.

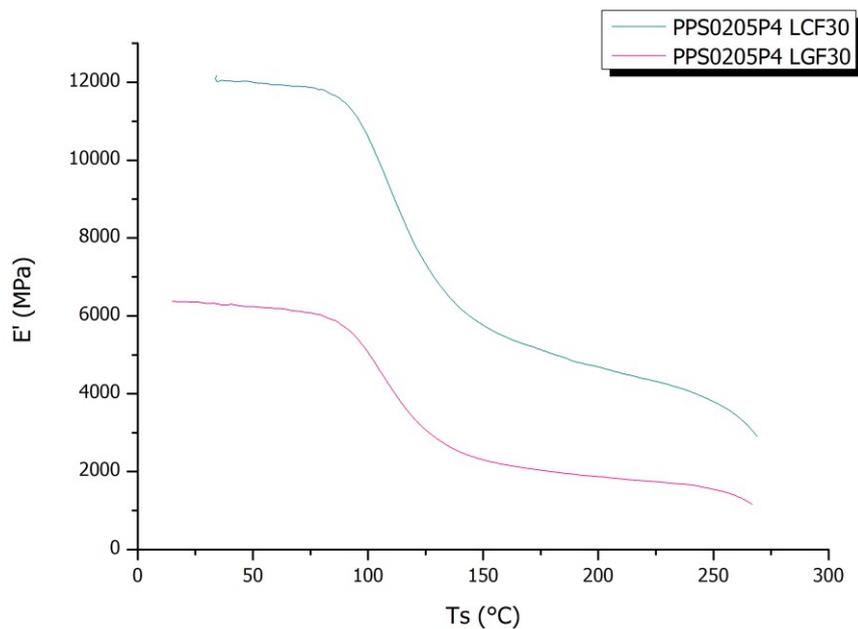


Abbildung 50: Speichermodulkurven der langfaserverstärkten PPS0205P4-Materialien

Der Speichermodul des mit LCF verstärkten Verbundmaterials ist über den gesamten Temperaturbereich wesentlich höher als der des mit LGF verstärkten. Bei Raumtemperatur beläuft sich E' beim PPS0205P4 LCF auf 12 GPa und beim PPS0205P4 LGF auf 6,1 GPa. Durch die Verwendung von Kohlenstofffaser wird also eine fast doppelt so hohe Steifigkeit erzielt.

Abbildung 51 zeigt die $\tan \delta$ -Kurven der langfaserverstärkten PPS0205P4-Typen.

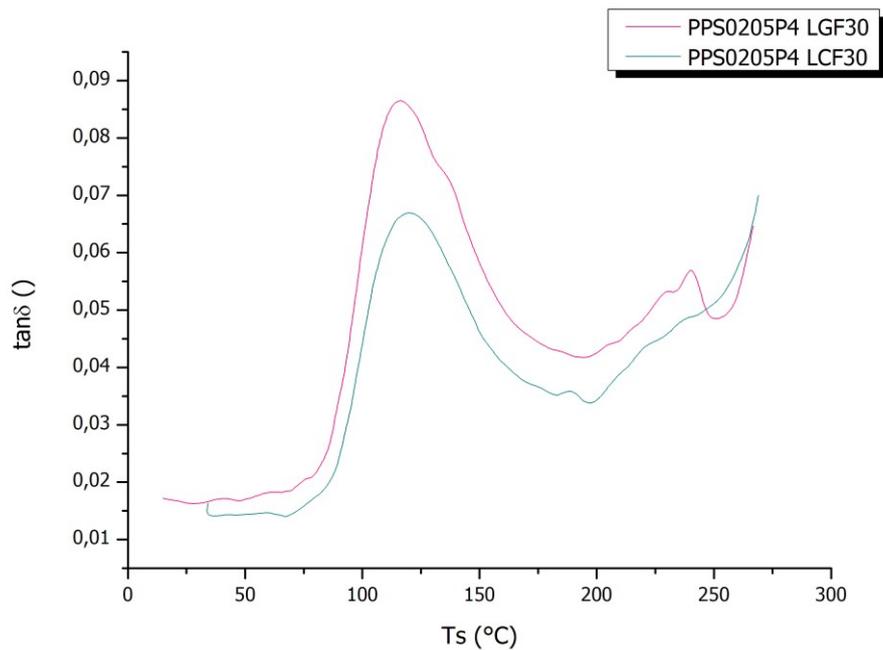


Abbildung 51: Verlustfaktorkurven der langfaserverstärkten PPS0205P4-Materialien

Das mit LGF verstärkte PPS0205P4 hat eine etwas höhere Wärmedissipation. Die Verschiebung der Maxima der $\tan \delta$ -Kurven entspricht etwa der Differenz der Glasübergangspunkte. Beide Verbundmaterialien verformen sich ausgeprägt elastisch bei sehr geringen Verlustmoduln.

Abbildung 52 zeigt die DMA-Kurven für sämtliche PPS-Typen mit 30 %-iger Füllung an Verstärkungsfasern. Man erkennt deutlich, wie der Speichermodul durch die höhere mittlere Molekularmasse und die Verstärkung mit längeren Kohlenstofffasern angehoben werden kann. Die langglasfaserverstärkte Probe (PPS0205P4 LGF30) liefert die niedrigste Speichermodulkurve.

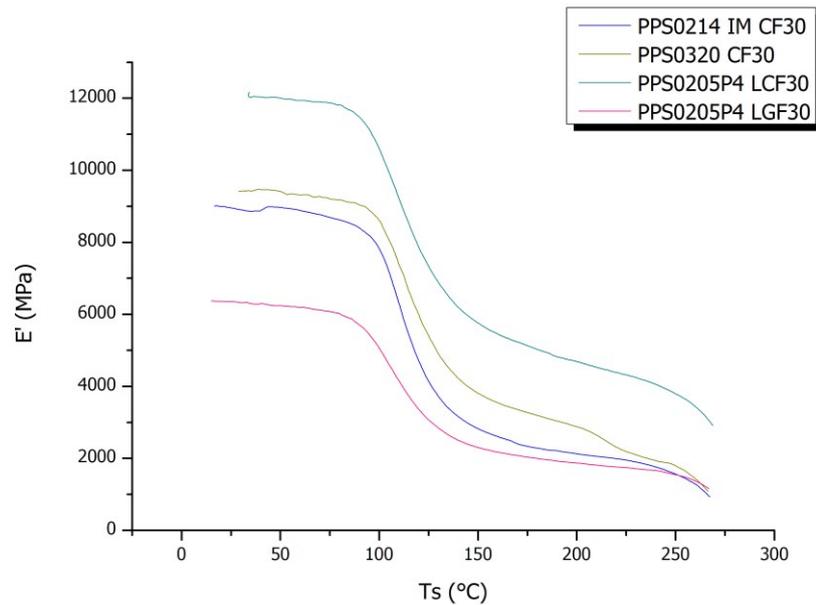


Abbildung 52: Sämtliche PPS-Typen mit 30 %-iger Füllung an Fasern

Ergebnisse PEEK

Abbildung 53 zeigt die Speichermodulkurven für sämtliche PEEK-Materialien.

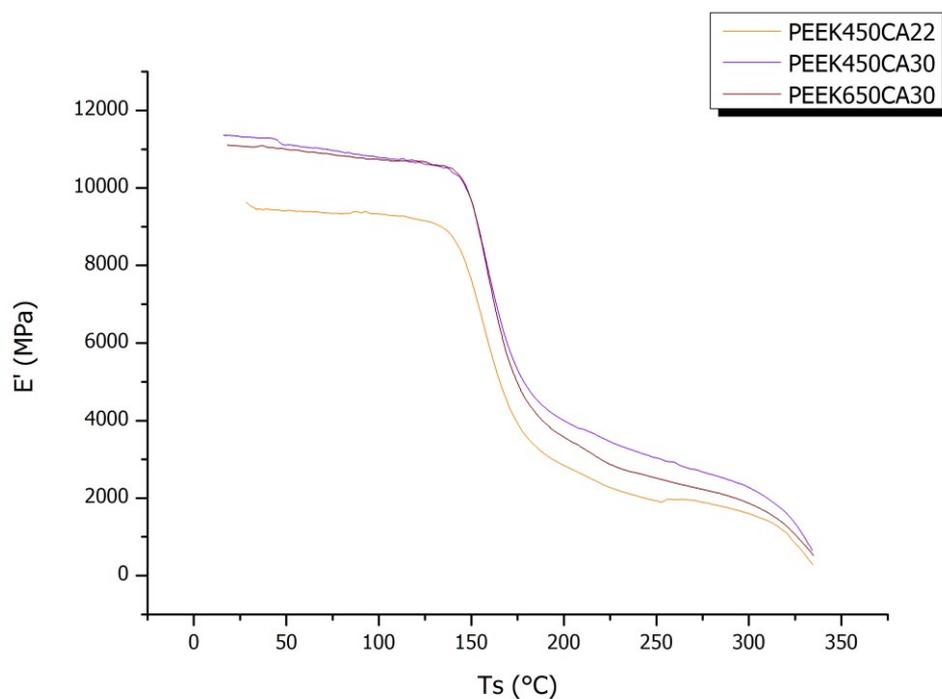


Abbildung 53: Speichermodulkurven der PEEK-Materialien

Bei niedrigen Temperaturen unterhalb von T_g und auch während des Glasübergangs gleichen sich die Steifigkeiten des PEEK450CA30 und des PEEK650CA30 nahezu. Die Speichermodulkurve des PEEK450CA22 liegt etwas unter den Kurven der beiden anderen Typen. Bei hohen Temperaturen ist das PEEK450CA30 etwas überlegen. Auch hier erkennt man einen deutlichen Abfall des Speichermoduls durch eine Reduktion des Fasergewichtsanteils, der sich besonders bei Temperaturen unterhalb von T_g bemerkbar macht. Eine merkliche Verschiebung des Glasübergangspunktes zu niedrigen Temperaturen ist eine weitere Folge davon.

Abbildung 54 zeigt die Verlustfaktorkurven für sämtliche PEEK-Materialien.

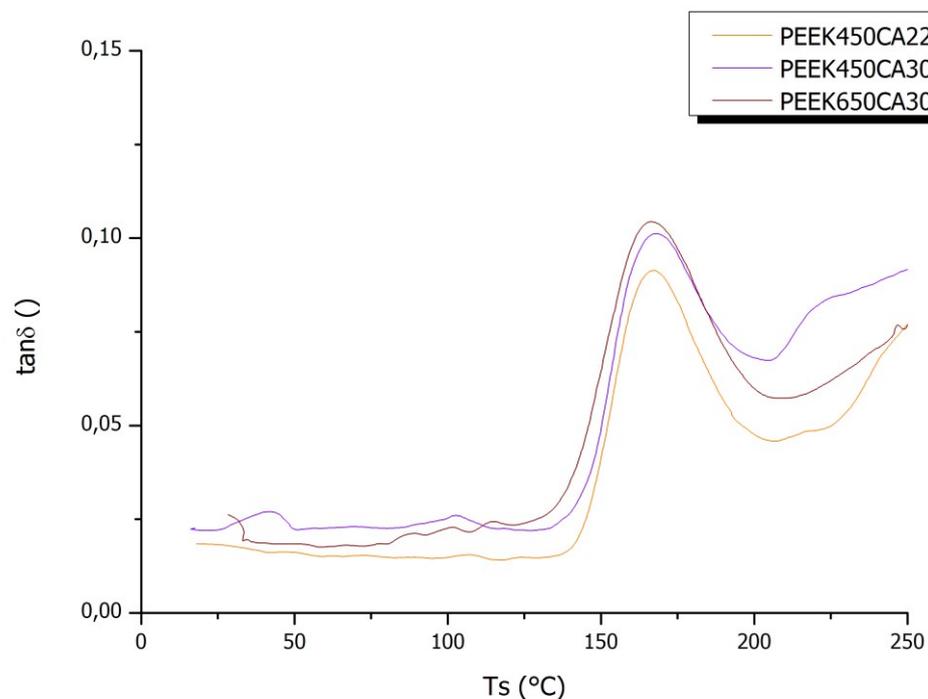


Abbildung 54: Verlustfaktorkurven der PEEK-Materialien

Generell ist die dissipierte Energie im Material bei PEEK-Materialien etwa gleich wie bei den PPS-Verbundstoffen. Das PEEK650CA30 setzt am wenigsten Energie durch die Verformung in Wärme um, was sich besonders nach dem Glasübergangspunkt bemerkbar macht.

Ein Vergleich der höhermolekularen Typen PEEK650 CF30 und VESTAKEEP5000 CF30 ist in Abbildung 55 zu sehen.

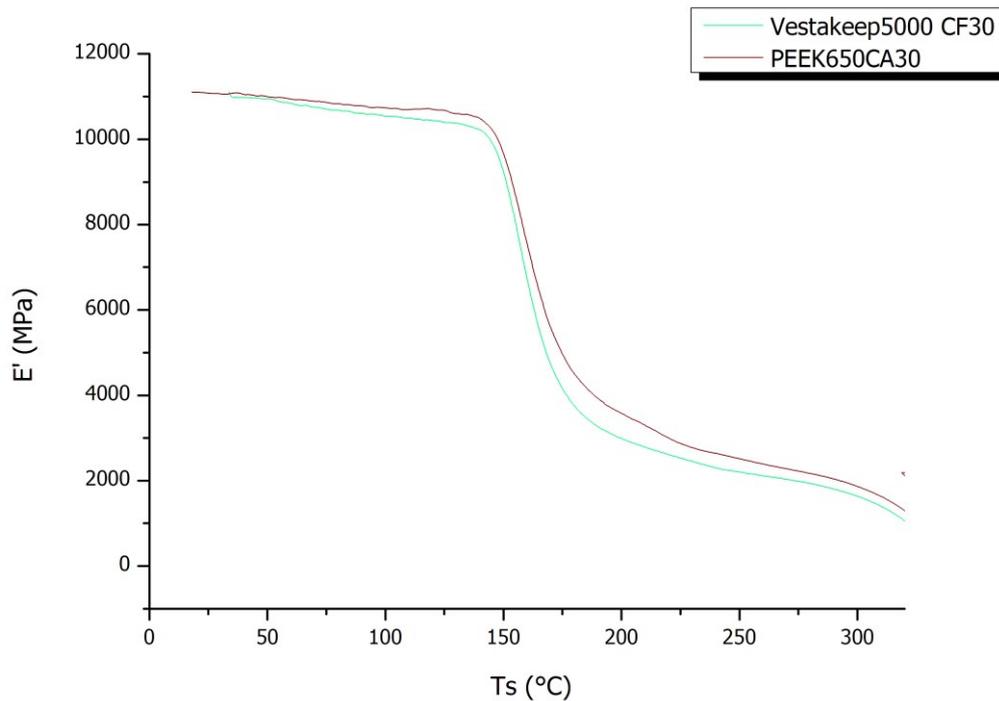


Abbildung 55: Speichermodulkurven von VESTAKEEP5000 CF30 und PEEK650CA30

Die beiden Kurven haben einen ähnlichen Verlauf und ein ähnliches Speichermodul-Niveau. Der nach der Methode der Onsettemperatur berechnete Glasübergangspunkt liegt exakt gleich. Der Speichermodul des VESTAKEEP5000 CF30 ist jedoch sowohl unter als auch über der Glasübergangstemperatur stets ein wenig niedriger als der des PEEK650 CF30.

4.4.3 Auswertung der Speichermoduln bei 140 °C

Um herauszufinden, ob ein Zusammenhang zwischen den Speichermoduln im DMA-Versuch bei der kritischen Temperatur von 140 °C (beim Abbruch des zyklischen Plattentests) ähnliche Tendenzen aufweisen wie die Ergebnisse aus dem zyklischen Plattentest, wurden diese an genau dieser Stelle ausgewertet. Abbildung 56 zeigt die E-Moduln der einzelnen Werkstoffe bei einer Temperatur von 140 °C.

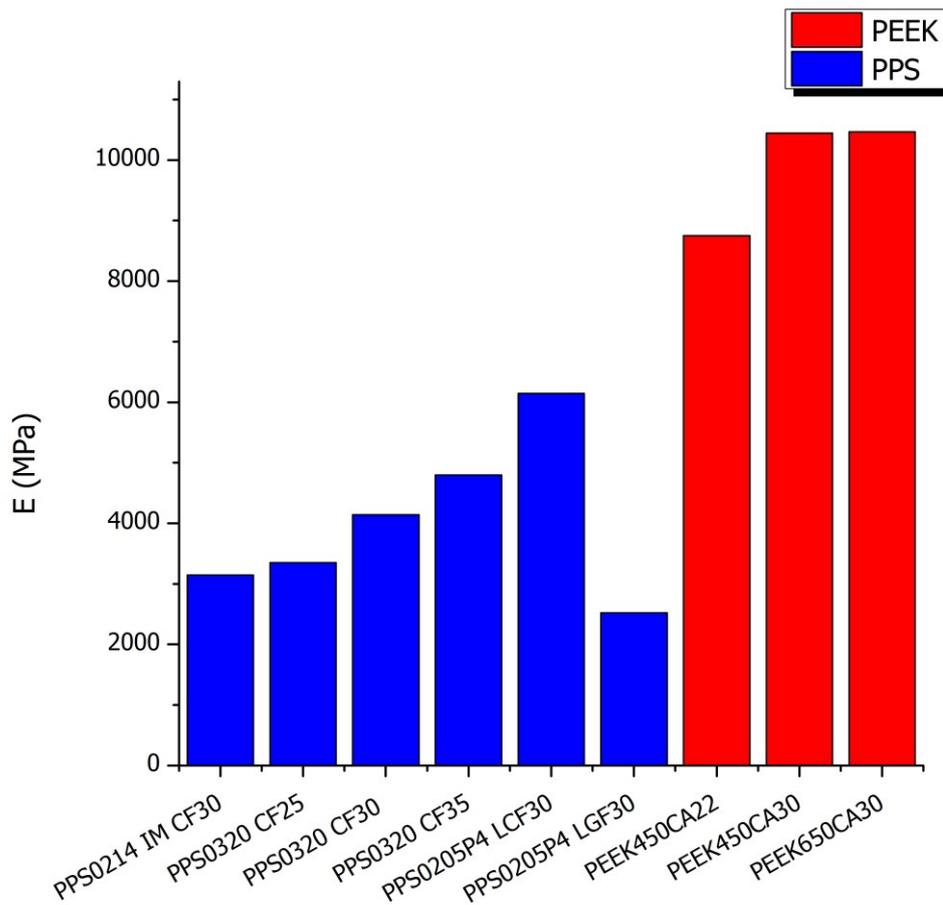


Abbildung 56: Speichermoduln aus dem DMA-Versuch für sämtliche untersuchte Werkstoffe bei 140 °C

Die Ergebnisse unterscheiden sich deutlich von den Ergebnissen aus dem zyklischen Plattentest. Die PEEK-Typen sind auch hier den PPS-Typen vorzuziehen, die enorme Leistungsüberlegenheit von PPS0214 IM CF30 oder PEEK650CA30 wird hier aber nicht deutlich. Die E-Moduln im Biegemodus sind daher nicht das entscheidende Kriterium für die Ausdauer der Ventilplatten im zyklischen Plattentest.

Auch bei der DMA konnte keine lineare Abhängigkeit von den Ergebnissen aus dem zyklischen Plattentest gefunden werden, wie Abbildung 57 zeigt (der Korrelationskoeffizient beträgt hier 0,52).

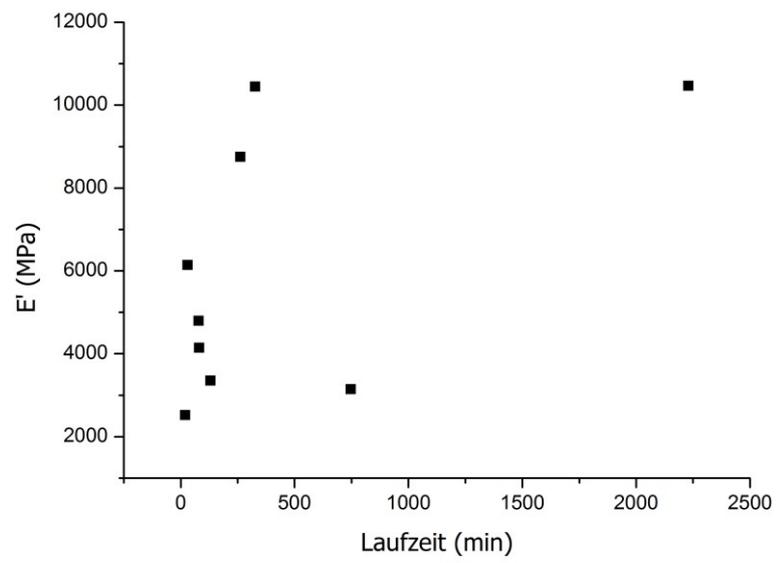


Abbildung 57: Korrelation zwischen der Laufzeit im zyklischen Plattentest und dem Speichermodul E' bei 140 °C

5 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden Polyetheretherketon, Polyamid 4.6 sowie Polyphenylsulfid auf ihre Eignung als Ventilplattenwerkstoffe untersucht. Dazu wurden Materialkombinationen unterschiedlicher Art gezielt auf ihr Verhalten in realitätsnahen Einsatzbedingungen geprüft. Die Matrixpolymere hatten unterschiedliche mittlere Molmassen sowie unterschiedliche Füllgrade an Kohlenstoff-beziehungsweise Glasfaser. Zusätzlich wurde der Einfluss der Temperatur auf mechanische Eigenschaften untersucht. Es wurde evaluiert, ob ein verwendetes standardisiertes Prüfverfahren geeignet ist, um den momentan bei der Fa. Hoerbiger üblichen zyklischen Plattentest zukünftig zu ersetzen.

Im zyklischen Plattentest, der die realen Einsatzbedingungen in einer Prüfanordnung am besten nachstellt, wurden hohe Leistungsunterschiede zwischen den einzelnen Kunststofftypen festgestellt. Die Schäden an den zerstörten Ventilplatten wurden optisch dokumentiert und gezählt. Es wurde festgestellt, dass ein Defekt in der Platte nicht zwangsläufig zu einer Undichtheit und damit einem Ausfall führen muss. Die Ergebnisse waren mit sehr hohen Streuungen behaftet. Durch andere Prüfmethoden, wie den Durchstoßversuch, die 3-Punkt-Biegung sowie die dynamisch mechanische Analyse wurde das mechanische Eigenschaftsprofil der Werkstoffe untersucht.

Der Durchstoßversuch zeigte eine deutliche Überlegenheit des Werkstoffverhaltens von PEEK besonders bei Temperaturen über 100 °C. Die gefundenen Durchstoßenergien blieben bis 200 °C auf einem hohen Niveau. Wegen seines tieferen T_g verliert PPS bei höheren Temperaturen rasch seine Matrix-Faser-Haftung und kann Spannungen durch die weichere Matrix nicht mehr an die Fasern weiterleiten. PA 4.6 verbrauchte etwa die Hälfte an Energie für den Durchstoß und versagte bei höheren Temperaturen schon duktiler.

Im Biegeversuch konnte festgestellt werden, dass nicht die Steifigkeit der Werkstoffe für die hohen Laufleistungsunterschiede verantwortlich ist. Langfaserverstärkte Typen lieferten hier die höchsten E-Moduln, versagten aber im zyklischen Plattentest zuerst. Der Durchstoßversuch zeigte, dass für die PEEK-Typen im Mittel eine deutlich

höhere Energie für eine Zerstörung erforderlich war als bei den anderen Matrixpolymeren.

Aus DMA-Versuchen konnte abgeleitet werden, dass sich der Glasübergangspunkt durch ein Erhöhen der mittleren molekularen Masse und auch einen höheren Füllgrad an verstärkenden Fasern zu höheren Temperaturen hin verschieben lässt. An sämtlichen untersuchten Werkstoffen wurden E-Moduln von bis über 2 GPa bei 200 °C gemessen.

Die Ergebnisse aus den verschiedenen Normprüfverfahren spiegeln in keiner Weise die Ergebnisse aus dem zyklischen Plattentest wider. Durch die durchgeführten zerstörenden Prüfungen wie Biegeversuch und Durchstoßversuch lässt sich der dynamische Charakter der Schwingbewegung im zyklischen Plattentest nicht nachstellen. Beispielsweise konnte die herausragende Performance des PEEK650CA30 mit keinem der angewandten Verfahren abgebildet werden. Klassische mechanische Kennwerte geben kaum Hinweise auf das Verhalten der Werkstoffe beim Einsatz als Ventilplatten, können aber kombiniert genutzt werden, um eine potentielle Eignung abzuschätzen. Dazu müssen zukünftige Ergebnisse mit in dieser Arbeit gefundenen Werten verglichen werden. Der zyklische Plattentest kann durch keine der verwendeten Prüfmethode zukünftig ersetzt werden. Soll dennoch ein zeitlich weniger intensives Prüfverfahren gefunden werden, müsste ein geeignetes Maschinenkonzept erarbeitet werden, das mit einer dynamischen Stoß-Biegebelastung arbeitet (beispielsweise eine zyklische Schlagbeanspruchung auf eine wie in der 3-Punkt-Biegung eingespannte Probe).

Bei den Untersuchungen stellte sich heraus, dass Verbundwerkstoffe, deren Polymermatrix eine höhere mittlere Molmasse aufweisen, besser geeignet sind, um daraus Ventilplatten zu fertigen. Eine Schlagzähmodifizierung, wie sie beim PPS0214 IM CF30 stattgefunden hat, wirkt sich auf die Haltbarkeit einer daraus gefertigten Ventilplatte ebenfalls förderlich aus. Sowohl gefundene mechanische Kennwerte als auch die Laufzeit im zyklischen Plattentest bestätigen das. Der gefundene Einfluss des Faserfüllgrades und der Faserlänge blieb im zyklischen Plattentest hinter den Erwartungen zurück. Dort hingen die Ergebnisse hauptsächlich von der mittleren

Molmasse und der Schlagzähmodifizierung ab. Für die Zukunft sollte daher der Fokus bei der Fertigung der Ventilplatten auf hochmolekulare Verbunde gesetzt werden.

Eine Selektion des Materials kann nicht nur aufgrund der Eigenschaften des Materials erfolgen. Wirtschaftlichkeit im Produktionsbetrieb muss ebenfalls berücksichtigt werden. Führt man sich den Marktpreis der untersuchten Polymere vor Augen, wird offenbar, wie enorm sich der Preis mit vergleichsweise geringer Steigerung der Eigenschaften entwickelt. PA 4.6 kostet gefüllt zurzeit etwa 8 €/kg; PPS ist mit ca. 35 €/kg schon deutlich teurer. Den höchsten Preis hat PEEK mit 80 - 90 €/kg. Es ist daher sinnvoll, eine Auswahl des jeweiligen Ventilplattenwerkstoffs unter Berücksichtigung der Anforderungen und des Preises durchzuführen.

Für eine korrekte Werkstoffauswahl müssen die Beanspruchungen des Bauteils genau bekannt sein. Im Hinblick auf eine völlige Aufklärung der Thematik sollte daher in Zukunft die Belastungssituation einer arbeitenden Ventilplatte durch z.B. Computersimulation dargestellt werden. Außerdem ist eine Überprüfung der Wirkung von Schlagzähmodifikatoren auf PEEK- und PA-Typen anzuraten.

6 Literaturverzeichnis

- [1] CEN, EN ISO 6603-2: Kunststoffe – Bestimmung des Durchstoßverhaltens von festen Kunststoffen – Teil 2: Instrumentierter Schlagversuch, CEN, Brüssel, 2000
- [2] CEN, EN ISO 6721-1: Kunststoffe – Bestimmung dynamisch-mechanischer Eigenschaften, CEN, Brüssel, 2011
- [3] CEN, EN ISO 178: Kunststoffe – Bestimmung der Biegeeigenschaften, CEN, Brüssel, 2005
- [4] CEN, EN ISO 11357: Kunststoffe - Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC) Teil 1: Allgemeine Grundlagen, CEN, Brüssel, 2009
- [5] Deng, F.; Ogasawara, T.; Takeda, N.: Tensile properties at different temperature and observation of micro deformation of carbon nanotubes–poly(ether ether ketone) composites. In: Polymer Nanocomposites-Modeling, Mechanical and Functional Properties Polymer Nanocomposites 67 (14), S. 2959–2964, 2007
- [6] Díez-Pascual, A. M.; Naffakh, M.; González-Domínguez, J. M.; Ansón, A.; Martínez-Rubi, Y.; Martínez, M. T.: High performance PEEK/carbon nanotube composites compatibilized with polysulfones-II. Mechanical and electrical properties. In: Carbon 48 (12), S. 3500–3511, 2010
- [7] Díez-Pascual, A. M.; Ashrafi, B.; Naffakh, M.; González-Domínguez, J. M.; Johnston, A.; Simard, B. et al.: Influence of carbon nanotubes on the thermal, electrical and mechanical properties of poly(ether ether ketone)/glass fiber laminates. In: Carbon 49 (8), S. 2817–2833, 2011
- [8] Domininghaus, H.; Elsner, P.; Eyerer, P.; Hirth, T.: Kunststoffe, 7. Auflage, Springer, Berlin, 2008
- [9] DSM®, Materialdatenblatt Stanyl® TW441, Koninklijke DSMN.V, 6401 JH Heerlen, The Netherlands, 2012
- [10] Ehrenstein, G. W.; Riedel, G.; Trawiel, P.: Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen. 2. Aufl., Hanser, München, 2003

- [11] Frenkel, M.I.: Kolbenverdichter: Theorie, Konstruktion und Projektierung, 1. Auflage, VEB, Berlin, 1969
- [12] Haage, H.D.: Maschinenkunde Kraft- und Arbeitsmaschinen, 7.Auflage, Hanser, München, 1992
- [13] Hoerbiger, Internal Training Handbook, 2010
- [14] Hoerbiger, Cyclic Plate Tester, Internal Test Manual, 2010
- [15] Janko M., Slap Testing Results of the Valve Plate Material Screening 2012, Internal Hoerbiger Report, 2012
- [16] Jeng, C.; Chen, M.: Flexural failure mechanisms in injection-moulded carbon fibre/PEEK composites. In: Composites Science and Technology 60 (9), S. 1863–1872, 2000
- [17] Jones, D. P.; Leach, D. C.; Moore, D. R.: Mechanical properties of poly(ether-ether-ketone) for engineering applications. In: Speciality Polymers 84 26 (9), S. 1385–1393, 1985
- [18] Kalide, W.; Hansen, A.: Kraft- und Arbeitsmaschinen, 5. Auflage, Hanser, München, 1975
- [19] Kalide, W.; Sigloch, H.: Energieumwandlung in Kraft- und Arbeitsmaschinen, 10. Auflage, Hanser, München, 2010
- [20] Kriechbaum, T.: Orthotropes Festigkeitskriterium für kurzfaserverstärkte technische Thermoplaste, Montanuniversität Leoben, 2000
- [21] Krishnaswamy, R. K.; Kalika, D. S.: Dynamic mechanical relaxation properties of poly(ether ether ketone). In: Polymer 35 (6), S. 1157–1165, 1994
- [22] Lee, T. H.; Boey, Freddy Y. C.; Loh, N. L.: Characterization of a fibre-reinforced PPS composite by dynamic mechanical analysis: Effect of aspect ratio and static stress. In: Composites Science and Technology 49 (3), S. 217–223, 1993
- [23] Lucyshyn T.; Janko M.; Schmid M.; Holzer C.: Interaction Between Injection-Molding Parameters, Fiber Orientation And Warpage In Short-Fiber Reinforced

Polyphenylene Sulfide (PPS) Valve Plates, PPS 29, Neue Materialien Bayreuth GmbH, Bayreuth, 2013

[24] Nisitani, H.; Noguchi, H.; Kim, Y.-H.: Evaluation of fatigue strength of plain and notched specimens of short carbon-fiber reinforced polyetheretherketone in comparison with polyetheretherketone. In: Engineering Fracture Mechanics 43 (5), S. 685–705, 1992

[25] Sandler, J.; Werner, P.; Shaffer, M. S. P.; Demchuk, V.; Altstädt, V.; Windle, A. H.: Carbon-nanofibre-reinforced poly(ether ether ketone) composites. In: Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 33 (8), S. 1033–1039, 2002

[26] Spiegl, B. J.: Dynamisch belastete faserverstärkte Kunststoffventildichtelemente, Montanuniversität Leoben, 2001

[27] Ticona®, Materialdatenblatt Fortron® 0205, Ticona GmbH, Deutschland, 2012

[28] Ticona®, Materialdatenblatt Fortron® 0214, Ticona GmbH, Deutschland, 2012

[29] Ticona®, Materialdatenblatt Fortron® 0320, Ticona GmbH, Deutschland, 2012

[30] Victrex®, Materialdatenblatt PEEK, Victrex, Lancashire, United Kingdom, 2012

[31] Vieille, B.; Aucher, J.; Taleb, L.: Carbon fiber fabric reinforced PPS laminates: Influence of temperature on mechanical properties and behavior. In: Adv. Polym. Technol. 30 (2), S. 80–95, 2011

[32] Windisch, H.: Thermodynamik. Ein Lehrbuch für Ingenieure. 2. Aufl. München, Oldenbourg, 2006

[33] Yuan, M.; Galloway, J. A.; Hoffman, R. J.; Bhatt, S.: Influence of molecular weight on rheological, thermal, and mechanical properties of PEEK. In: Polymeric Engineering and Science 51 (1), S. 94–102, 2011

7 Abkürzungen und Symbole

Abkürzung	Bedeutung	Einheit
CF	Carbon fiber (engl. f. Kohlenstofffaser)	
CNF	Carbon nanofiber (engl. f. Kohlenstoffnanofaser)	
DMA	Dynamisch mechanische Analyse	
E'	Speichermodul aus dem DMA-Versuch	MPa
E _f	Biegemodul	MPa
E _M	aufgewendete Energie bis Höchstkraft im Durchstoßversuch	Nm
E _p	aufgewendete Energie bis Durchstoß im Durchstoßversuch	Nm
GF	Glasfaser	
h	Höhe	mm
HDT	Heat deflection temperature (engl. f. Wärmeformbeständigkeit)	°C
IM	Impact modifier (engl. f. Schlagzähmodifizierer)	
L	Länge	mm
LCF	Long carbon fiber (engl. f. Langkohlenstofffaser)	
LGF	Langglasfaser	
\bar{M}	mittlere Molmasse	g/mol
PA	Polyamid	
PE	Polyethylen	
PEEK	Polyetheretherketon	
PET	Polyethylenterephthalat	
PPS	Polyphenylsulfon	
SCF	Short carbon fiber (engl. f. Kurzkohlenstofffaser)	
T _a	Tempertemperatur (a von engl.: annealing temperature)	°C
tan δ	Verlustmodul aus dem DMA- Versuch	
T _g	Glasübergangstemperatur	°C
T _m	Schmelztemperatur	°C
T _s	Probentemperatur DMA-Versuch	°C

Abkürzungen und Symbole

T_{α}	Übergangstemperatur über T_g von PEEK	°C
T_{β}	Übergangstemperatur unter T_g von PEEK	°C
v_0	Auftreffgeschwindigkeit im Durchstoßversuch	m/s
ϵ_{fB}	Dehnung bei Bruch im Biegeversuch	
ϵ_{fm}	Dehnung bei Maximalkraft im Biegeversuch	
σ_{fB}	Spannung bei Bruch im Biegeversuch	MPa
σ_{fm}	Spannung bei Maximalkraft im Biegeversuch	MPa

8 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung und p-V-Diagramm eines idealen, verlustfreien Kolbenverdichters [32]	10
Abbildung 2: Darstellung einer Ventilplatte (a) und eines zusammengebauten Ventils (b)	11
Abbildung 3: Explosionsdarstellung eines Hochdruckventils [18] (1 Ventilsitz, 2 Hubfänger, 3 Bolzen, 4 Ventilring, 5 Kappe, 6 Feder, 7 Zentrierstift, 8 Sicherungsscheibe, 9 Mutter)	12
Abbildung 4: Geschwindigkeit der Ventilplatte beim Aufschlagen auf dem Hubfänger (—) und auf dem Ventilsitz (- - -) bei unterschiedlichen bezogenen Massen m_b und Federdrücken p [11]	13
Abbildung 5: Die chemische Struktur von PEEK [8]	16
Abbildung 6: Durchstoßenergie über der Temperatur für unverstärktes PEEK bei einer Auftreffgeschwindigkeit v_0 von 5 m/s [17]	17
Abbildung 7: Verlustfaktoren $\tan \delta$ über der Temperatur aus der dynamisch mechanischen Analyse für amorphes PEEK (a) und teilkristallines PEEK (b) bei unterschiedlichen Belastungsfrequenzen [21]	18
Abbildung 8: Verlustfaktoren $\tan \delta$ über der Temperatur aus der dynamisch mechanischen Analyse für amorphes PEEK verglichen mit teilkristallinem PEEK mit $T_a = 200 \text{ °C}$ (a) bzw. $T_a = 300 \text{ °C}$ (b) [21]	19
Abbildung 9: Bruchspannung σ_b und Zugfestigkeit R_m in Abhängigkeit von der mittleren Molmasse bei unverstärktem PEEK [33]	20
Abbildung 10: Spannungs-Dehnungs-Diagramm aus dem linearen Zugversuch für PEEK mit unterschiedlichen Beimengungen von CNF [25]	21
Abbildung 11: Die chemische Struktur von PPS [8]	22
Abbildung 12: Vergleich von Wärmeformbeständigkeitstemperaturen HDT/A (1,8 MPa) nach ISO 75-1,2 von technischen – und Hochleistungskunststoffen [8]	23
Abbildung 13: Biegemodul-Kurven am Beispiel dreier glasfaserverstärkter Forton-Typen in Abhängigkeit von der Temperatur, gemessen nach DIN EN ISO 178 [8]	24
Abbildung 14: Speichermodul E_f' über aspect ratio der Probekörper [22]	25
Abbildung 15: Vorrichtung für den zyklischen Plattentest	30
Abbildung 16: Schema der Prüfbedingungen beim zyklischen Plattentest [14]	31
Abbildung 17: Instron CEAST 9350 des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe	32
Abbildung 18: Probeentnahmestellen für den Durchstoßversuch	33
Abbildung 19: Probeentnahmestellen für den Biegeversuch	35
Abbildung 20: Faserorientierung im Schliffbild (a) und Entnahmestelle der Probe (b) [23]	36
Abbildung 21: Sinusförmige Schwingung (Spannung σ) und Antwortsignal (Verformung ϵ) eines linear-viskoelastischen Materials [10]	37
Abbildung 22: Möglichkeiten für die T_g -Auswertung der Speichermodulkurve [10]	38
Abbildung 23: Ergebnisse der zyklischen Plattentests (blau = PPS-Typen, rot = PEEK-Typen, grün = PA-Typen)	40
Abbildung 24: Ergebnisse des zyklischen Plattentests für PPS-Typen	42
Abbildung 25: Ergebnisse des zyklischen Plattentests für PEEK-Typen	43
Abbildung 26: Ergebnisse des zyklischen Plattentests für PA-Typen	44
Abbildung 27: Steg- und Ringbruch einer Ventilplatte	45
Abbildung 28: Totalausbruch einer PPS0205P4 LCF30-Ventilplatte	45
Abbildung 29: ISO 6603, Anhang A, Bild A.1	47
Abbildung 30: Ticona PPS 320 CF25 (Materialcode D) bei 23 °C	47
Abbildung 31: PPS 320 CF35 nach dem Durchstoßversuch bei 23 °C	48
Abbildung 32: TW441 μ GF20 (PA) nach dem Durchstoßversuch bei 150 °C	48
Abbildung 33: Ergebnisse des Durchstoßversuches für PPS-Typen	50
Abbildung 34: Ergebnisse des Durchstoßversuches für PEEK– Typen	51

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 35: Ergebnisse des Durchstoßversuches für PA-Typen	53
Abbildung 36: Korrelation zwischen der Laufzeit im zyklischen Plattentest und der Durchstoßenergie E_p	54
Abbildung 37: Einfluss der Temperung auf den Biege-E-Modul bei Raumtemperatur (PPS0215 IM CF30, Raumtemperatur)	56
Abbildung 38: Ergebnisse aus dem Biegeversuch: Biege-E-Moduln für PPS-Typen	56
Abbildung 39: Biege-E-Modul für PEEK-Typen	58
Abbildung 40: Bruchdehnungen für PPS-Typen	59
Abbildung 41: Bruchdehnungen für PEEK-Typen	60
Abbildung 42: Bruchspannungen für die PPS-Typen	61
Abbildung 43: Bruchspannungen für die PEEK-Typen	62
Abbildung 44: Korrelation zwischen der Laufzeit im zyklischen Plattentest und der Bruchspannung σ_B	63
Abbildung 45: Speichermodul E' und $\tan \delta$ über Proben temperatur T_s für PPS0214 IM CF30	66
Abbildung 46: Speichermodul von ungetemperten und getemperten PPS0214 IM CF30-Proben	66
Abbildung 47: Verlustfaktor von ungetemperten und getemperten PPS0214 IM CF30-Proben	67
Abbildung 48: Übersicht über die Speichermodulkurven der PPS0320-Typen	68
Abbildung 49: Übersicht über die $\tan \delta$ -Kurven der PPS0320-Typen	69
Abbildung 50: Speichermodulkurven der langfaserverstärkten PPS0205P4-Materialien	70
Abbildung 51: Verlustfaktorkurven der langfaserverstärkten PPS0205P4-Materialien	71
Abbildung 52: Sämtliche PPS-Typen mit 30 %-iger Füllung an Fasern	72
Abbildung 53: Speichermodulkurven der PEEK-Materialien	72
Abbildung 54: Verlustfaktorkurven der PEEK-Materialien	73
Abbildung 55: Speichermodulkurven von VESTAKEEP5000 CF30 und PEEK650CA30	74
Abbildung 56: Speichermoduln aus dem DMA-Versuch für sämtliche untersuchte Werkstoffe bei 140 °C	75
Abbildung 57: Korrelation zwischen der Laufzeit im zyklischen Plattentest und dem Speichermodul E' bei 140 °C	76

9 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Eigenschaften verschiedener PA-Typen ([8])	26
Tabelle 2: Eigenschaften der PPS-Typen	28
Tabelle 3: Eigenschaften von Victrex PEEK 450CA30 und PEEK 650CA30	29
Tabelle 4: Verwendete Compounds und Codierung	30
Tabelle 5: Durchschnittliche Anzahl an Defekten nach Materialklasse	46
Tabelle 6: Die Ergebnisse des Durchstoßversuchs für alle Materialklassen und gemessenen Temperaturen (23, 100, 150 und 200 °C)	49
Tabelle 7: Glasübergangstemperaturen der untersuchten Materialien	64
Tabelle 8: Tabellarische Ergebnisse Biegeversuch, 23 °C	88
Tabelle 9: Tabellarische Ergebnisse Biegeversuch, 50 °C	88
Tabelle 10: Tabellarische Ergebnisse Biegeversuch, 100 °C	89
Tabelle 11: Probenabmessungen Biegeversuch, 23 °C	89
Tabelle 12: Probenabmessungen Biegeversuch, 50 °C	91
Tabelle 13: Probenabmessungen Biegeversuch, 100 °C	92
Tabelle 14: Tabellarische Ergebnisse Durchstoßversuch, 23 °C	93
Tabelle 15: Tabellarische Ergebnisse Durchstoßversuch, 100 °C	94
Tabelle 16: Tabellarische Ergebnisse Durchstoßversuch, 150 °C	96
Tabelle 17: Tabellarische Ergebnisse Durchstoßversuch, 200 °C	97

10Anhang

Tabelle 8: Tabellarische Ergebnisse Biegeversuch, 23 °C

		E_f (MPa)	σ_{fM} (MPa)	ϵ_{fM} (%)	σ_{fB} (MPa)	ϵ_{fB} (%)
PPS0214 IM CF30	Mittel	9548,34	169,41	2,35	169,41	2,35
	Stabw	101,04	3,85	0,09	3,85	0,09
PPS0214 IM CF30 n.t	Mittel	9524,57	158,17	2,20	158,17	2,20
	Stabw	139,28	3,15	0,10	3,15	0,10
PPS0320 CF30	Mittel	10108,37	143,84	1,58	143,84	1,58
	Stabw	237,33	4,50	0,05	4,50	0,05
PPS0320 CF35	Mittel	10893,52	142,59	1,45	142,59	1,45
	Stabw	263,85	4,17	0,03	4,17	0,03
PPS0320 CF25	Mittel	8811,43	137,54	1,73	137,54	1,73
	Stabw	118,39	7,44	0,13	7,44	0,13
PEEK450CA22	Mittel	9620,55	229,10	2,94	229,10	2,94
	Stabw	152,71	10,97	0,23	10,97	0,23
PEEK450CA30	Mittel	12515,98	268,64	2,82	268,64	2,82
	Stabw	417,39	9,66	0,16	9,66	0,16
PEEK650CA30	Mittel	11643,49	255,36	2,94	255,36	2,94
	Stabw	365,86	2,86	0,15	2,86	0,15
PPS0205P4 LCF30	Mittel	12290,50	146,85	1,30	145,97	1,46
	Stabw	211,70	3,51	0,05	4,40	0,33
PPS0205P4 LGF30	Mittel	7036,49	111,22	1,60	111,22	1,60
	Stabw	146,99	7,81	0,11	7,81	0,11

Tabelle 9: Tabellarische Ergebnisse Biegeversuch, 50 °C

		E_f (MPa)	σ_{fM} (MPa)	ϵ_{fM} (%)	σ_{fB} (MPa)	ϵ_{fB} (%)
PPS0214 IM CF30	Mittel	9250,99	157,08	2,55	157,08	2,55
	Stabw	226,10	3,49	0,11	3,49	0,11
PPS0320 CF30	Mittel	9667,98	135,67	1,58	135,67	1,58
	Stabw	253,16	4,78	0,06	4,78	0,06
PPS0320 CF35	Mittel	10641,23	138,10	1,48	138,10	1,48
	Stabw	306,87	4,00	0,07	4,00	0,07
PPS0320 CF25	Mittel	8627,80	135,50	1,81	135,50	1,81
	Stabw	202,75	3,39	0,06	3,39	0,06
PEEK450CA22	Mittel	9543,63	229,80	3,19	229,80	3,19
	Stabw	395,06	14,70	0,31	14,70	0,31

PEEK450CA30	Mittel	10745,33	285,17	2,82	285,17	2,82
	Stabw	886,22	15,25	0,11	15,25	0,11
PEEK650CA30	Mittel	9539,65	247,01	2,98	247,01	2,98
	Stabw	917,25	12,05	0,15	12,05	0,15
PPS0205P4 LCF30	Mittel	11286,17	160,72	1,32	160,72	1,32
	Stabw	1324,66	19,98	0,09	19,98	0,09
PPS0205P4 LGF30	Mittel	6556,64	131,64	1,75	131,64	1,75
	Stabw	718,16	8,64	0,11	8,64	0,11

Tabelle 10: Tabellarische Ergebnisse Biegeversuch, 100 °C

		E_f (MPa)	σ_{fM} (MPa)	ϵ_{fM} (%)	σ_{fB} (MPa)	ϵ_{fB} (%)
PPS0214 IM CF30	Mittel	6072,42	104,75	3,83	104,75	3,83
	Stabw	163,49	2,71	0,24	2,71	0,24
PPS0320 CF30	Mittel	6435,73	113,28	2,94	113,28	2,94
	Stabw	347,97	2,92	0,21	2,92	0,21
PPS0320 CF35	Mittel	7337,56	109,76	2,59	109,76	2,59
	Stabw	483,91	3,04	0,14	3,04	0,14
PPS0320 CF25	Mittel	5584,19	107,93	3,20	107,93	3,20
	Stabw	238,68	4,00	0,14	4,00	0,14
PEEK450CA22	Mittel	9613,06	198,21	3,31	198,21	3,31
	Stabw	485,92	7,98	0,09	7,98	0,09
PEEK450CA30	Mittel	12005,48	217,63	2,89	217,63	2,89
	Stabw	788,14	11,21	0,10	11,21	0,10
PEEK650CA30	Mittel	9992,67	206,08	3,45	206,08	3,45
	Stabw	709,08	8,70	0,47	8,70	0,47
PPS0205P4 LCF30	Mittel	8227,72	118,53	2,00	99,22	2,10
	Stabw	626,95	10,30	0,06	43,20	0,22
PPS0205P4 LGF30	Mittel	4076,47	112,71	4,35	112,71	4,35
	Stabw	259,75	6,20	0,83	6,20	0,83

Tabelle 11: Probenabmessungen Biegeversuch, 23 °C

	#	Probendicke (mm)	Probenbreite (mm)
PPS0214 IM CF30	1	10,11	4,45
	2	10,13	4,46
	3	10,11	4,45
	4	10,11	4,46
PPS0320 CF30	1	10,07	4,5

Anhang

	2	10,1	4,51
	3	10,1	4,49
	4	10,08	4,46
	5	10,06	4,49
PPS0320 CF35	1	10,06	4,47
	2	10,06	4,51
	3	10,07	4,48
	4	10,07	4,49
	5	10,1	4,52
PPS0320 CF25	1	10,07	4,4
	2	9,97	4,42
	3	9,94	4,42
	4	10,05	4,42
	5	9,97	4,48
PEEK450CA22	1	9,64	4,1
	2	10,05	4,09
	3	10,01	4,11
	4	10,03	4,13
	5	10,01	4,1
PEEK450CA30	1	10,12	4,14
	2	10,13	4,14
	3	10,14	4,13
	4	10,15	4,13
	5	10,18	4,16
PEEK650CA30	1	10,06	4,12
	2	10,1	4,13
	3	10,06	4,12
	4	10,07	4,14
	5	10,07	4,15
PPS0205P4 LCF30	1	10,06	4,27
	2	10,01	4,26
	3	10,01	4,27
	4	10,02	4,26
	5	10,05	4,28
PPS0205P4 LGF30	1	9,82	4,31
	2	10,03	4,3
	3	10,06	4,32
	4	10,08	4,29
	5	9,8	4,31
PPS0214 IM CF30 n.t	1	9,96	4,47
	2	9,98	4,45
	3	9,97	4,51
	4	9,96	4,47

	5	9,96	4,45
--	---	------	------

Tabelle 12: Probenabmessungen Biegeversuch, 50 °C

	#	Probendicke (mm)	Probenbreite (mm)
PPS0214 IM CF30	1	10,12	4,5
	2	10,07	4,45
	3	10,13	4,5
	4	10,11	4,49
	5	10,12	4,45
PPS0320 CF30	1	9,99	4,45
	2	10,05	4,48
	3	10,12	4,52
	4	10,03	4,47
	5	10,01	4,48
PPS0320 CF35	1	10,03	4,48
	2	10,04	4,49
	3	10,1	4,49
	4	10,06	4,48
	5	10,08	4,48
PPS0320 CF25	1	10,07	4,48
	2	9,98	4,44
	3	10	4,44
	4	10,01	4,42
	5	9,99	4,41
PEEK450CA22	1	10,09	4,44
	2	10,05	4,13
	3	10,11	4,12
	4	9,92	4,1
	5	9,97	4,1
PEEK450CA30	1	10,06	4,1
	2	10,07	4,16
	3	10,16	4,14
	4	10,14	4,16
	5	10,06	4,16
PEEK650CA30	1	10,08	4,13
	2	10,01	4,11
	3	10,11	4,12
	4	10,01	4,09
	5	10,03	4,1
PPS0205P4 LCF30	1	10,06	4,28
	2	10,04	4,27

	3	10,01	4,3
	4	10,06	4,28
	5	10,06	4,28
PPS0205P4 LGF30	1	10,04	4,32
	2	9,98	4,32
	3	10,08	4,3
	4	10,06	4,31
	5	10	4,29

Tabelle 13: Probenabmessungen Biegeversuch, 100 °C

	#	Probendicke (mm)	Probenbreite (mm)
PPS0214 IM CF30	1	10,09	4,48
	2	10,1	4,48
	3	10,09	4,45
	4	10,08	4,45
PPS0320 CF30	1	10,08	4,47
	2	10,09	4,47
	3	10,05	4,46
	4	10,04	4,47
	5	10,1	4,45
PPS0320 CF35	1	9,97	4,51
	2	10,05	4,47
	3	10,06	4,5
	4	10,03	4,49
	5	10,03	4,48
PPS0320 CF25	1	10,08	4,48
	2	9,97	4,5
	3	9,95	4,44
	4	10	4,42
	5	10,03	4,49
PEEK450CA22	1	9,96	4,48
	2	9,99	4,08
	3	9,88	4,1
	4	10,03	4,07
	5	9,99	4,09
PEEK450CA30	1	10,05	4,08
	2	10,04	4,12
	3	10,05	4,15
	4	10,15	4,18
	5	10,08	4,12
PEEK650CA30	1	9,98	4,14
	2	10,08	4,11

	3	10,14	4,09
	4	10,09	4,11
	5	10,03	4,12
PPS0205P4 LCF30	1	10,1	4,1
	2	10,058	4,27
	3	10,07	4,27
	4	10,03	4,27
	5	10,01	4,26
PPS0205P4 LGF30	1	10,04	4,3
	2	10,08	4,32
	3	10,07	4,32
	4	9,94	4,31
	5	9,9	4,31

Tabelle 14: Tabellarische Ergebnisse Durchstoßversuch, 23 °C

Serie	Versuch	Integral (Nmm)	y_0 (N)	x_2 (mm)	Mittel (Nm)	Stabw
PPS0214 IM CF30	1	40106,46	5868,76	12,70	38345,73	2009,45
	2	39160,13	5702,87	12,99		
	3	36117,50	5536,99	12,72		
	4	36253,57	5505,60	12,88		
	5	40090,99	5501,12	12,96		
PPS0320 CF30	1	18554,31	5070,71	12,48	34369,63	7001,97
	2	29342,03	4828,61	11,27		
	3	39179,74	5362,13	11,79		
	4	41501,38	7240,68	11,26		
	5	27455,37	7545,55	10,56		
PPS0320 CF35	1	38338,88	6110,86	12,43	35483,56	4994,55
	2	29833,40	5182,80	11,27		
	3	37213,16	6505,40	11,31		
	4	41314,58	8105,97	11,88		
	5	30717,80	5075,20	12,07		
PPS0320 CF25	1	19827,76	4819,64	8,16	32645,63	3785,27
	2	34146,09	5837,37	12,17		
	3	30192,98	5976,36	11,59		
	4	37260,85	5823,92	12,15		
	5	28982,62	5693,91	11,57		
TW441 μGF20 (HCA)	1	14544,07	2864,89	10,78	15907,89	2159,90
	2	17389,69	3075,61	11,14		
	3	13620,36	2515,18	9,92		
	4	18077,44	3631,55	11,51		
	5					
PEEK450CA22	1	8005,69	4286,12	10,95	34073,72	5683,16

	2	29433,39	4712,04	12,31		
	3	39655,12	5931,53	4,14		
	4	38281,18	5801,51	12,36		
	5	28925,17	5868,76	12,10		
PEEK450CA30	1	27632,77	4653,76	10,20	40622,43	4660,03
	2	44739,83	7352,76	12,70		
	3	38025,15	5882,21	12,22		
	4	44350,88	7747,30	11,73		
	5	35373,86	4945,18	12,22		
PEEK650CA30	1	38805,15	5832,89	12,60	43246,87	3094,81
	2	44740,51	7142,04	12,72		
	3	43619,11	6527,82	12,70		
	4	45822,73	6890,97	12,84		
	5	21851,60	5962,91	11,71		
TW441 μGF26 (HCA)	1	22236,40	3905,03	9,39	19440,36	2481,77
	2	16748,56	3232,52	11,71		
	3	20693,71	3667,41	9,45		
	4	18082,76	3568,78	10,71		
	5	8599,28	2793,15	13,43		
TW441 μGF20 (Leoben)	1	19700,07	3420,83	12,00	16947,01	2181,35
	2	16892,78	4209,90	9,32		
	3	18217,48	3900,55	12,00		
	4	15952,12	3039,74	11,64		
	5	13972,62	3156,31	9,56		
PPS0205P4 LCF30	1	29511,09	4393,72	13,26	29256,22	1111,26
	2	27843,45	3792,95	12,46		
	3	29137,53	3900,55	12,70		
	4	30532,82	4577,54	14,70		
	5					
PPS0205P4 LGF30	1	20603,33	3393,93	9,65	23532,78	5553,15
	2	18905,83	3456,69	8,53		
	3	33090,63	4187,49	13,66		
	4	22487,34	3712,25	12,33		
	5	22576,80	4191,97	11,21		

Tabelle 15: Tabellarische Ergebnisse Durchstoßversuch, 100 °C

Serie	Versuch	Integral (Nmm)	y_0 (N)	x_2 (mm)	Mittel (Nm)	Stabw
PPS0214 IM CF30	1	33298,85	5469,74	12,82	33129,77	1426,90
	2	35164,70	5160,38	12,96		
	3	32389,88	5290,40	13,15		
	4	33482,92	5223,15	13,18		
	5	31312,49	5097,61	10,05		

PPS0320 CF30	1	15537,03	4308,54	12,84	30955,60	7413,00
	2	34229,31	4895,86	11,57		
	3	32685,10	4241,29	12,79		
	4	36779,67	5940,49	12,58		
	5	20128,33	3618,10	13,13		
PPS0320 CF35	1	32696,68	5353,17	12,47	33084,05	2009,69
	2	36028,30	4877,93	12,94		
	3	31685,13	5043,81	12,96		
	4	31926,09	5039,33	13,42		
	5	14540,98	3779,50	9,32		
PPS0320 CF25	1	17640,12	3896,07	12,30	24502,52	5261,37
	2	28130,87	4712,04	12,73		
	3	29662,70	3792,95	13,58		
	4	26855,19	3492,56	12,90		
	5	20223,71	3402,89	12,76		
TW441 μGF20 (HCA)	1	14596,45	2470,35	11,54	15800,56	2015,37
	2	18816,19	3335,64	9,13		
	3	14879,47	2326,88	11,94		
	4	14910,14	3057,67	9,52		
	5					
PEEK450CA22	1	16750,38	4747,91	7,24	22394,93	3879,57
	2	25797,76	4680,66	12,80		
	3	23333,73	5021,40	9,88		
	4	20304,69	5250,05	12,86		
	5	25788,09	5075,20	11,24		
PEEK450CA30	1	21076,56	5581,82	12,46	22664,11	3205,97
	2	27220,89	4788,26	12,92		
	3	18536,31	5339,72	11,07		
	4	22999,90	6196,05	10,05		
	5	23486,88	6079,48	10,98		
PEEK650CA30	1	28904,76	6218,46	12,69	27369,12	1615,32
	2	25281,42	5958,43	9,36		
	3	26825,56	6267,78	9,29		
	4	26728,49	6460,57	8,46		
	5	29105,35	5989,81	13,39		
TW441 μGF26 (HCA)	1	13772,30	3259,42	11,67	14180,37	732,77
	2	14923,96	3245,97	14,64		
	3	13164,88	3039,74	9,32		
	4	14232,32	2842,47	13,02		
	5	14808,41	3514,98	9,18		
TW441 μGF20 (Leoben)	1	18092,16	3627,06	13,75	15864,18	2447,80
	2	18631,46	3532,91	9,65		
	3	12946,11	3452,21	8,66		
	4	14245,69	3465,66	12,51		

	5	15405,47	3689,83	10,84		
PPS0205P4 LCF30	1	28851,02	3528,43	13,16	30203,88	2136,05
	2	32637,02	3653,96	13,72		
	3	32439,66	5164,87	13,54		
	4	28503,19	3600,16	12,92		
	5	28588,54	3568,78	13,72		
PPS0205P4 LGF30	1	15677,75	3402,89	11,94	21311,66	4042,81
	2	20651,81	3519,46	11,27		
	3	25131,24	3501,53	12,30		
	4	25337,19	3940,90	19,64		
	5	19760,28	3609,13	15,11		

Tabelle 16: Tabellarische Ergebnisse Durchstoßversuch, 150 °C

Serie	Versuch	Integral (Nmm)	y_0 (N)	x_2 (mm)	Mittel (Nm)	Stabw
PPS0214 IM CF30	1	31055,67	3039,74	19,27	30872,24	1373,82
	2	28960,60	3093,54	18,71		
	3	31394,45	3591,20	18,69		
	4	32671,39	3636,03	18,43		
	5	30279,09	3483,59	18,72		
PPS0320 CF30	1	21744,76	3178,72	12,70	19865,68	1565,33
	2	18030,94	3147,34	14,10		
	3	20800,47	3384,96	15,30		
	4	20256,64	3344,61	14,30		
	5	18495,61	2824,54	12,87		
PPS0320 CF35	1	19831,39	3111,47	12,84	21029,99	2265,73
	2	17879,59	3263,91	14,00		
	3	21438,41	2963,52	13,45		
	4	22212,35	3057,67	14,04		
	5	23788,20	3358,06	18,54		
PPS0320 CF25	1	16606,22	2968,00	12,60	19249,59	4482,30
	2	13413,07	3089,06	11,62		
	3	25264,53	2878,34	13,80		
	4	20264,73	2887,30	14,30		
	5	20699,37	3075,61	20,02		
TW441 μGF20 (HCA)	1	17623,16	3344,61	9,09	20257,53	2461,58
	2	19322,77	3402,89	11,80		
	3	23996,97	3582,23	11,20		
	4	19071,03	3241,49	9,84		
	5	21273,71	3801,91	10,44		
PEEK450CA22	1	42586,77	5124,52	16,01	41117,23	1876,69
	2	38475,00	4774,81	11,50		
	3	41457,84	4721,01	17,94		

	4	40035,83	4963,11	17,80		
	5	43030,71	4882,41	17,94		
PEEK450CA30	1	35250,75	5348,68	10,01	37791,10	2342,38
	2	35677,30	5532,50	12,53		
	3	37915,60	6012,23	10,34		
	4	39443,17	5770,12	14,40		
	5	40668,70	5909,11	15,05		
PEEK650CA30	1	40736,64	5761,16	10,95	45104,23	4694,35
	2	49196,28	5850,82	17,33		
	3	49131,21	5828,41	14,98		
	4	41352,79	6110,86	13,04		
	5					
TW441 μGF26 (HCA)	1	18736,15	3465,66	9,15	20778,31	1362,42
	2	21670,47	3317,71	14,50		
	3	20280,05	3456,69	9,51		
	4	20949,86	3703,28	9,96		
	5	22255,05	3384,96	15,88		
TW441 μGF20 (Leoben)	1	23584,43	3452,21	11,50	25683,25	2858,84
	2	27349,08	4111,27	11,88		
	3	29692,54	3967,80	11,83		
	4	25128,47	3990,22	10,47		
	5	22661,73	3685,35	14,56		
PPS0205P4 LCF30	1	20188,31	3017,32	13,27	19843,74	1749,96
	2	18112,12	3156,31	12,52		
	3	19229,37	3353,58	13,06		
	4	19007,09	3470,14	12,40		
	5	22681,84	3546,36	13,87		
PPS0205P4 LGF30	1	15253,32	3212,85	12,84	15610,87	516,44
	2	16263,22	3612,67	12,46		
	3	15978,13	3348,95	13,01		
	4	14997,52	3466,16	12,98		
	5	15562,18	3714,19	12,73		

Tabelle 17: Tabellarische Ergebnisse Durchstoßversuch, 200 °C

Serie	Versuch	Integral (Nmm)	y_0 (N)	x_2 (mm)	Mittel (Nm)	Stabw
PPS0214 IM CF30	1	21341,54	2784,19	13,13	21205,01	931,81
	2	21627,20	2672,10	15,17		
	3	22375,03	2833,50	16,89		
	4	19886,24	2707,97	11,29		
	5	20795,04	2824,54	12,92		
PPS0320 CF30	1	18809,41	2914,20	12,75	17596,68	921,62
	2	16572,91	2748,32	12,29		

	3	17577,96	2846,95	10,58		
	4	17426,44	3003,87	12,37		
	5					
PPS0320 CF35	1	20326,34	2699,00	29,50	18686,67	1677,10
	2	17822,69	2627,27	20,28		
	3	20371,98	2743,83	24,17		
	4	18442,89	2618,30	23,21		
	5	16469,46	2734,87	15,72		
PPS0320 CF25	1	17121,65	2403,10	24,87	16803,53	981,44
	2	16450,22	2335,85	26,03		
	3	18367,79	2524,15	22,49		
	4	15965,20	2416,55	19,80		
	5	16112,77	2443,45	17,84		
TW441 µGF20 (HCA)	1	19401,02	3434,28	10,24	21801,77	3165,87
	2	20932,18	3165,27	10,91		
	3	18475,86	3237,01	9,82		
	4	24485,72	3416,34	12,75		
	5	25714,05	3712,25	18,65		
PEEK450CA22	1	31013,90	3990,22	12,62	32519,42	1182,40
	2	32550,69	3645,00	12,55		
	3	34085,67	3649,48	23,30		
	4	33131,98	3380,48	14,77		
	5	31814,88	3783,98	12,90		
PEEK450CA30	1	29089,65	4407,17	11,51	29507,42	1756,80
	2	27896,40	4227,84	10,92		
	3	29200,21	4438,56	11,68		
	4	28837,95	4407,17	11,14		
	5	32512,90	4393,72	11,32		
PEEK650CA30	1	32393,40	4232,32	15,74	33294,23	724,75
	2	33879,98	4026,08	12,94		
	3	33020,76	3999,18	12,51		
	4	33882,80	4026,08	12,87		
	5					
TW441 µGF26 (HCA)	1	20938,23	3407,38	12,37	18285,03	2010,46
	2	17325,01	3541,88	12,50		
	3	15806,78	2976,97	11,87		
	4	17740,34	3680,86	13,76		
	5	19614,79	4111,27	9,37		
TW441 µGF20 (Leoben)	1	21321,16	3456,69	11,66	22840,23	1954,89
	2	22082,07	3882,62	9,57		
	3	21675,56	3537,39	9,32		
	4	22960,54	3685,35	9,95		
	5	26161,83	3967,80	10,96		

Anhang

PPS0205P4 LCF30	1	21406,94	3026,29	12,80	20218,55	2230,14
	2	18026,13	2972,49	12,29		
	3	18029,86	3174,24	12,29		
	4	23191,16	3044,22	13,17		
	5	20438,68	3012,84	13,33		
PPS0205P4 LGF30	1	21750,26	2950,07	16,76	20705,53	1869,46
	2	23188,11	3044,22	13,17		
	3	20400,41	2905,24	12,20		
	4	18245,77	2761,77	11,54		
	5	19943,11	2837,99	12,83		