

# UNTERSUCHUNGEN ÜBER DIE EIGNUNG VON POLYCARBONAT ALS MODELLWERKSTOFF FÜR DIE SPANNUNGSOPTIK

Von

K. FETHKE\* und F. THAMM

Lehrstuhl für Technische Mechanik, Technische Universität, Budapest

Eingegangen am Juni 11. 1975.

Vorgelegt von Prof Dr. Gy. Béda

## I. Einleitung

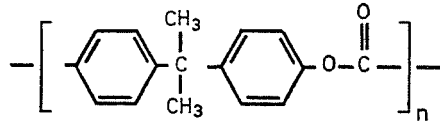
In den letzten Jahrzehnten waren als Modellmaterial in der Spannungsoptik die Polyester- und Epoxidharze vorherrschend, da sie Eigenschaften aufweisen, die sowohl für die ebene Spannungsoptik, wie auch für die räumlichen Untersuchungen mittels des Einfrierverfahrens als optimal angesehen werden können.

Für spezielle Untersuchungen, wie z. B. zur Nachbildung von Abkühl-eigenstressungen oder zur Nachbildung von Erwärmungsprozessen bis zu plastischen Verformungen ergaben sich jedoch mit diesen Modellmaterialien Schwierigkeiten [1], die einen Bedarf nach neueren Modellmaterialien aufkommen ließen. Das führte in der letzten Zeit dazu, daß praktisch alle durchsichtigen Kunststoffe auf ihre Eignung als spannungsoptisches Modellmaterial untersucht worden sind. Unter den untersuchten Kunststoffen scheint das Polycarbonat eine bevorzugte Stellung einzunehmen, schon aufgrund seiner hohen spannungsoptischen Aktivität. Hierauf haben bereits KUSKE [2], MÖNCH [3] und LORECK [4] hingewiesen. Um die spannungsoptischen Eigenschaften dieses Kunststoffes auch in Hinblick auf die Analyse thermoelastischer Probleme eingehend zu untersuchen, wurden im Institut für Technische Mechanik der Technischen Universität Budapest im Rahmen einer Gemeinschaftsarbeit zwischen der Ungarischen Akademie der Wissenschaften und der Universität Rostock Versuche durchgeführt, über die im Folgenden berichtet werden soll.

\* Universität Rostock

## 2. Die Eigendoppelbrechung und deren Beseitigung

Das Polycarbonat ist ein Polykohlen säureester des 4,4-Dioxydiphenyl-2,2-propan mit der Strukturformel



und wird in Europa unter dem Handelsnamen Makrolon (Bayer AG, Leverkusen BRD) und Lexan (Imperial Chemical Industries, Welwyn Garden City, England) vertrieben. Es zeichnet sich durch hohe Schlagfestigkeit und hohe Formbeständigkeit in der Wärme aus. Durch seinen linearen Molekülaufbau ist Polycarbonat ein Thermoplast und kann somit im Spritzguß und durch Extrusion verarbeitet werden. Für spannungsoptische Zwecke sind hauptsächlich extrudierte Platten und Rohre von Interesse, die als Halbzeug für die Modellherstellung dienen. Durch die Extrusion erfolgt jedoch eine Orientierung der einzelnen Segmente der Molekülketten als Folge der viskosen Strömung des geschmolzenen Kunststoffes durch die Extruderdüse. Diese Orientierung hat jedoch eine starke Orientierungsdoppelbrechung der extrudierten Platten und Rohre zur Folge, die sich bei der spannungsoptischen Untersuchung störend auswirkt. Der Werkstoff ist in seinen mechanischen, thermischen und optischen Eigenschaften anisotrop. Über die Möglichkeiten einer quantitativen Messung dieser Anisotropie berichten FETT, NOTHDURFT und RACKÉ in [5], [6], [7]. Eine polarisationsoptische Untersuchung von durch Extrusion hergestellten Stäben oder Platten zeigt in der Regel ein kompliziertes Isochromatenbild. Über die Auswertung derartiger Isochromatenbilder in thermoplastischen Kunststoffen berichten THAMM und MOLNAR [8]. WOEBCKEN [9], [10] sowie KNAPPE [11], [12] und WINTERGERST [13], [14] untersuchen die durch das Herstellungsverfahren thermoplastischer Kunststoffe bedingten Eigenschaften.

Um mit Polycarbonat spannungsoptische Experimente (Analyse von Lastspannungen, Wärme- und Eigenspannungen) durchführen zu können, ist es erforderlich, durch eine geeignete thermische Behandlung, die Molekülorientierungen auszutempeln.

An Hand des Polycarbonats Makrolon-2800 (Stäbe) und Makrolon-3000 (Platten) wird ein Temperverfahren beschrieben, das letztlich zu einem brauchbaren spannungsoptisch hochempfindlichen Modellwerkstoff führt, der aufgrund seiner außerordentlichen Eigenschaften auch zur Analyse von Abkühlspannungen geeignet ist.

Bis zu Temperaturen von 145 °C behält Makrolon seine Gestaltfestigkeit. Der Elastizitätsmodul ändert sich bis dahin gegenüber Raumtemperatur

nahezu linear und hat mit  $E = 18 \cdot 10^3 \text{ kp/cm}^2$  bei  $135^\circ\text{C}$  einen relativ hohen Wert (siehe Abb. 1). In den wesentlichen mechanischen, thermischen und optischen Eigenschaften unterscheiden sich Makrolon-2800 und Makrolon-3000 nicht voneinander [15]. Wird Makrolon über die Temperatur von  $145^\circ\text{C}$  (Einfriertemperatur oder Umwandlungspunkt 2. Ordnung) erwärmt, so zeigt

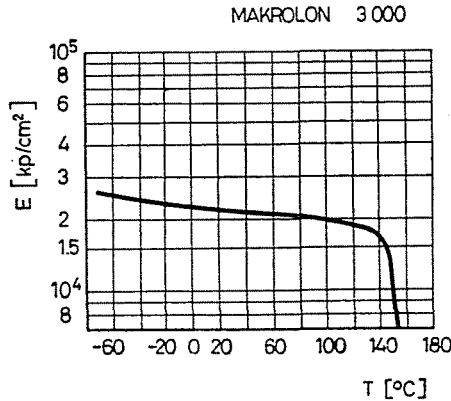


Bild 1. Die Temperaturabhängigkeit des Elastizitätsmodul von Makrolon-3000, nach (16)

das Material eine Erweichung bei noch vorhandener Formfestigkeit (thermoelastischer Bereich). Der optische Schmelzpunkt liegt bei  $220^\circ\text{C}$ – $230^\circ\text{C}$ . Oberhalb dieser Temperatur verhält sich Makrolon thermoplastisch. Ab etwa  $320^\circ\text{C}$ – $340^\circ\text{C}$  beginnt die Zersetzung des Kunststoffes. Im thermoplastischen Bereich ist das Umformen und Schweißen möglich. Ausführliche Erläuterungen der Eigenschaften von Makrolon sind in [16] enthalten.

Zum Austempnen der Molekülorientierungen muß Makrolon auf Temperaturen  $T > 145^\circ\text{C}$  erwärmt werden. Ein Tempnen kurz unterhalb der Einfriertemperatur führt lediglich zum Abbau der in den Proben vorhandenen Eigenspannungen, deren polarisationsoptischer Effekt gering ist gegenüber dem den Molekülorientierungen zuzuordnenden Effekt. Die Proben (siehe Tabelle 1 und 3) wurden bei Temperaturen zwischen  $160^\circ\text{C}$  und  $170^\circ\text{C}$  in einem Wärmeofen getempert. Als Unterlage diente eine mit einem Lochraster versehene Aluminiumplatte. (Lochabstand 5 mm, Lochdurchmesser 1 mm). Versuche mit Glasplatten als Unterlage und Temperversuche im Silikonölbäd ergaben keine befriedigenden Ergebnisse. Die Proben hafteten bei  $170^\circ\text{C}$  auf der Unterlage, so daß ein freies Schrumpfen nicht möglich war. Im Silikonölbäd traten in den Proben Gasblasen auf, die Modelle waren nicht brauchbar für spannungsoptische Untersuchungen.

Die zum Austempnen der Molekülorientierungen erforderliche Zeit ist abhängig vom Orientierungsgrad der Proben. Abb. 2 zeigt links einen Probe-

stab (Nr. 4) im Ausgangszustand. Die Angußstelle liegt unten. Der mittlere in Abb. 2 wurde 3 Stunden bei 170 °C getempert und dann mit etwa 20 °C/h im Ofen abgekühlt. In dem vom Anguß entfernten Teil des Stabes sind die Orientierungen nahezu verschwunden, lediglich im Bereich des Angusses liegt noch ein verwickelter Orientierungszustand vor. Wird vor dem Tempern



Bild 2. Temperversuche an Makrolon. Stab Nr. 4 — Ausgangszustand, Angußstelle liegt unten. Stab Nr. 5 — Nach dreistündigem Tempern bei 170 °C. Stab Nr. 6 — Nach dreistündigem Tempern bei 170 °C, vorher wurden am Anguß 5 mm abgetrennt

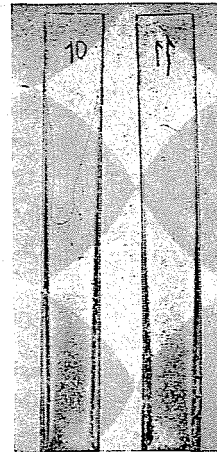


Bild 3. Zum Nachweis, daß die nach dem Tempern noch vorhandenen Doppelbrechungseffekte auf Orientierungen zurückzuführen sind, durch Einschnitte am getemperten Stab Nr. 11

dieser Teil des Stabes abgetrennt ( $\approx 5$  mm), so erhält man nach 3stündigem Tempern bei 170 °C einen von Orientierungen freien Probekörper. (Probe 6 im Abb. 2) Abb. 3 zeigt geometrisch ähnliche Proben wie Abb. 2 nach 3stündigem Tempern. Die Probe 11 wurde im Bereich der noch vorhandenen Isochromaten mehrfach eingesägt. Das Isochromatenbild ändert sich nicht gegenüber dem Zustand vorher (Probe 10). Damit ist gesichert, daß es sich bei den noch vorhandenen Doppelbrechungseffekten nicht um Eigenspannungen handelt, wie sie eventuell durch die relativ hohe Abkühlgeschwindigkeit auftreten könnten. Es hat sich gezeigt, daß sich die Temperzeit um das Drei- bis Vierfache erhöht, wenn der unmittelbare Bereich des Angusses vorher nicht abgetrennt wird. Im Angußbereich treten vielfach Verwerfungen auf, so daß dieser Teil der Proben für eine Modellherstellung nicht in Frage kommt.

Werden Zugstäbe aus Makrolon bis zur Streckgrenze und weiter belastet, so bildet sich ein Gleitband [3] aus (in der Kunststofftechnik spricht man von der Kaltversteckung), das sich bei weiterer Laststeigerung über den ganzen

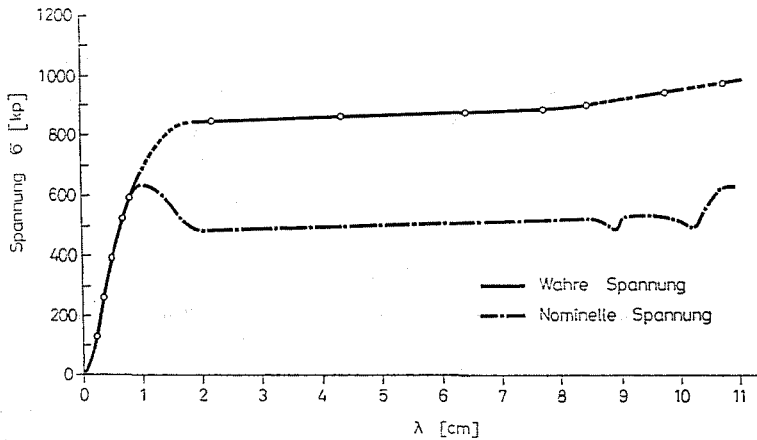


Bild 4. Das Spannungs—Verformungsverhalten von im Spritzgußverfahren hergestellten Stäben aus Makrolon-2800

Stab ausbreitet. Dieser Vorgang ist mit einer Orientierung der Molekülketten verbunden. Die Abb. 4 zeigt ein charakteristisches Spannungs — Verformungsdiagramm für gespritzte Stäbe aus Makrolon, die bis zum Bruch belastet wurden. Werden derartige Proben anschließend sechs Stunden lang getempert, so erhält man nahezu in die Ausgangsform zurückgeschrumpfte, optisch isotrope Proben. Abb. 5 zeigt rechts die verstreckte Probe und links die getemperte Probe (Nr. 1). Die mittlere Probe in Abb. 5 war vor dem Tempern

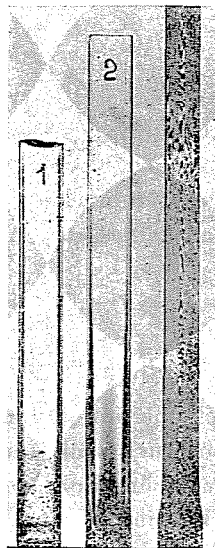
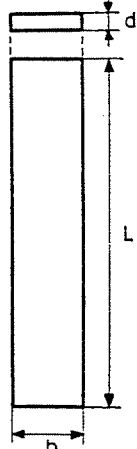


Bild 5. Temperversuche an plastisch verformten Stäben. Links: vor dem Tempern bis zum Bruch verstreckt. Stab Nr. 1 — Zustand nach dem Tempern, Stab Nr. 2 — Zustand nach dem Tempern, vorher war dieser Stab durch ein Biegemoment plastisch verformt

durch ein Biegemoment so weit verformt, daß ein plastisches Gelenk auftrat. Die damit verbundenen Verformungen und Orientierungen sind nach dem Tempern nicht mehr nachweisbar. Die Tabelle 1 gibt einen Überblick der bei verschiedenen Proben aufgetretenen Schrumpfungen infolge des Tempervorganges. Die Längenänderungen wurden auf die Abmessungen der Proben nach dem Tempern bezogen (in Abweichung von der Vorschrift DIN 53464, da hier eine

Tabelle 1

Schrumpfung von Stäben und Platten aus Makrolon nach dem Tempern bei 170 °C. Proben Nr. 1 und Nr. 3 waren vor dem Tempern bis zum Bruch verstreckt.

Proben Nr.	Vor der Wärmebehandlung			Nach der Wärmebehandlung			Schrumpfung (%)		
	$l_1$ (mm)	$b_1$ (mm)	$d_1$ (mm)	$l_2$ (mm)	$b_2$ (mm)	$d_2$ (mm)	$\frac{l_2 - l_1}{l_2} = s_l$	$\frac{b_2 - b_1}{b_2} = s_b$	
1	149,24	8,1	3,1	91	10	4	-64	19	
2	119,6	9,8	3,95	115,9	9,9	4	3,2	1	
3		8	3,1	nicht getempert					
4	119,6	9,8	3,95	nicht getempert					
5	119,6	9,8	3,95	116,6	10	4,02	2,66	2	
6	119,6	9,8	3,95	116,35	10	4,05	2,7	2	
7	115	9,85	3,95	111	10	4	3,6	1,5	
8	115,2	9,85	3,95	112,5	10	4	2,4	1,5	
9	114,85	9,85	3,95	111,7	9,95	4	2,8	1	
10	115	14,9	3,95	111,7	15	4	2,9	0,67	
11	115,3	14,9	3,95	111,8	15	4	3,1	0,67	
12	195,15	114,5	2,2	190,4	114,3	2,3	2,5	0,17	

andere Fragestellung vorliegt), da das der isotrope Zustand des Materials ist. In Tabelle 2 sind die Längsschrumpfungen eines bis zum Bruch verstreckten Stabes nach dem Tempern angegeben. Vor dem Tempern wurden Teilungen von 10 mm bzw. 2,5 mm auf dem Stab markiert (Länge  $l_1$ ). Nach dem Tempern wurden diese Abstände erneut ausgemessen (Länge  $l_2$ ). Die Längsschrumpfungen wurden nach

$$s_l = \frac{L_2 - L_1}{L_2} \cdot 100(\%)$$

berechnet.

Abb. 6a zeigt eine Kreisscheibe mit seitlichem Anguß vor dem Tempern. Das Isochromatenbild gibt eindrucksvoll den Fließvorgang während des Fertigungsprozesses wieder. Nach zehnstündigem Tempern haben die Scheiben die in Abb. 6b gezeigte Form. Deutlich ist daraus zu erkennen, daß die radiale Schrumpfung stärker war, als die in tangentialer Richtung, da die Angußstelle stark eingezogen ist. Die Tabelle 3 gibt die über zwei Durchmesser ermittelten Schrumpfungswerte für einige Kreisscheiben wieder.

**Tabelle 2**

Schrumpfungswerte für einen vor dem Tempern bis zum Bruch verstreckten Stab aus Makrolon.  
 $l_1$  — Abmessung vor dem Tempern.  $l_2$  — Abmessung nach dem Tempern

$i$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
$l_2$	5,7	5,5	5,6	5,6	5,7	5,6	5,55	5,5	5,45	1,5	1,1	1,55	1,8	2,1	2,35
$\frac{l_1 - l_2}{l_2}$ (%)	75,4	81,8	78,5	78,5	75,4	78,5	80,1	81,8	102	66,7	127	61,3	38,8	19	6,4

$l_1 = 10$  mm für  $i = 1 \dots 9$

$l_2 = 2,5$  mm für  $i = 10 \dots 15$

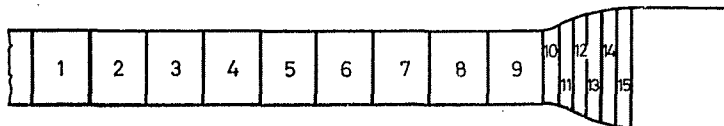
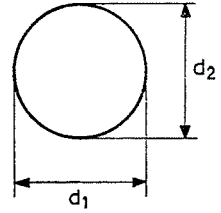


Tabelle 3

Schrumpfungsmessungen an Makrolon. Kreisscheiben mit seitlichem Anguß.

Proben Nr.	Vor der Wärme- behandlung		Nach der Wärme- behandlung		Schrumpfung (%)	
	$d_1$ (mm)	$d_2$ (mm)	$d_1$ (mm)	$d_2$ (mm)	$\frac{d_1 - d_1}{d_1}$	$\frac{d_2 - d_2}{d_2}$
1	80,25	81,15	79,55	67,65	-0,87	-16,64
2	80,20	81,15	79,50	67,25	-0,87	-16,88
3*	80,25	80,90	82,05	64,15	2,24	-20,7
4	80,25	80,80	79,60	67,30	-0,81	-16,78
5	80,20	81,10	79,55	67,25	-0,81	-17,07
6	80,25	81,00	79,65	67,35	-0,75	-16,85



\* Die Probe wurde im Silikonölbad getempert. Bei  $T = 170^\circ\text{C}$  traten im Material Blasen auf (siehe auch Bild 5b).

Mechanische Bearbeitungsmöglichkeiten wie feilen, bohren, sägen oder drehen können zur Fertigung spannungsoptischer Modelle aus Makrolon angewendet werden. Wenn die auch für andere Kunststoffe geltenden Vorsichtsmaßnahmen beachtet werden, so sind Doppelbrechungseffekte an be-

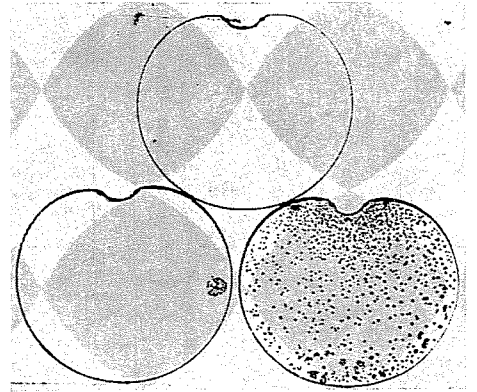
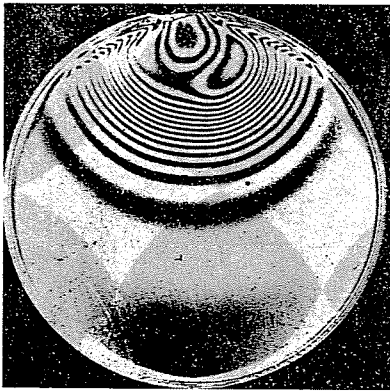


Bild 6. Kreisscheiben aus Makrolon mit seitlichem Anguß a) Isochromatenbild vor dem Tempern b) Polarisationsoptische Aufnahme (Hellfeld) nach dem Tempern. Die Scheibe mit den Blasen wurde im Silikonölbad getempert

arbeiteten Rändern nicht zu befürchten. Ein Randeffekt durch Feuchtigkeitsaufnahme tritt bei Makrolon nicht auf. An getemperten Stäben und Platten, die vier Wochen lang in einem Wasserbad bei Raumtemperatur gelagert wurden, konnte kein meßbarer Randeffekt nachgewiesen werden.



### 3. Das spannungsoptische Verhalten von Makrolon

Zur Gütebeurteilung spannungsoptischer Werkstoffe werden in der Regel die Größen Durchsichtigkeit, Bearbeitbarkeit, spannungsoptische Empfindlichkeit, mechanisches — und optisches Kriechverhalten, Temperaturverhalten, Neigung zu Randeffecten, Isotropie und Elastizitätsverhalten herangezogen.

Für den Werkstoff Makrolon wurden neben den beschriebenen Untersuchungen bezüglich der Isotropie, des Randeffectverhaltens und der Bear-

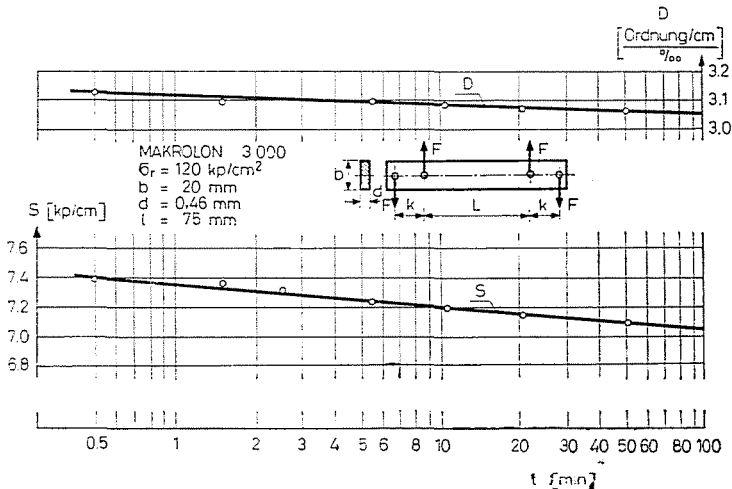


Bild 7. Die Zeitabhängigkeit des Isochromatenwertes  $s$  und der dehnungsbezogenen Isochromatenzahl  $D$  von Makrolon-3000

beitbarkeit der spannungsoptische Isochromatenwert, die dehnungsbezogene Isochromatenzahl, der Elastizitätsmodul sowie die relative optische Kriechgeschwindigkeit ermittelt. Alle Werte sind auf Raumtemperatur bezogen.

Als Probekörper wurde ein Biegestab verwendet, die Randspannung betrug  $\sigma_R = 120 \text{ kp/cm}^2$ , die Versuchszeit  $t = 100 \text{ min}$ .

Abb. 7 zeigt die ermittelte Zeitabhängigkeit des Isochromatenwertes  $s$  (kp/cm) und der dehnungsbezogenen Isochromatenzahl  $D$  (Ordnungen/cm  $\%$  Dehnung). Gegenüber den Polyesterharzen zeigt Makrolon eine etwa dreifach, und gegenüber den Epoxidharzen Araldit  $D$  und Epilox EG 1 eine nahezu zweifach höhere spannungsoptische Empfindlichkeit. [17], [18].

Die relative optische Kriechgeschwindigkeit kann nach Hiltcher [17] angegeben werden als

$$\varphi_{(\sigma;t)} = (ds/dt) \cdot (100/s) \quad [\%/min].$$

Für Makrolon wurde mit

$$\sigma_R = 120 \text{ kp/cm}^2$$

$$dt = 1 \text{ min.}$$

$$ds = s_{0,5\text{min}} - s_{1,5\text{min}}$$

$$s = (s_{0,5\text{min}} + s_{1,5\text{min}})/2$$

ein Wert von

$$\varphi_{(120\text{kp/cm}^2; 1\text{min})} = -0,95\%/ \text{min.}$$

ermittelt.

Dieser Wert liegt im Bereich der von vielen bekannten Modellwerkstoffen bestimmten optischen Kriechgeschwindigkeit. [17]. Der Elastizitätsmodul wurde aus Krümmungsmessungen bestimmt, die Ergebnisse zeigt die Abb. 8.

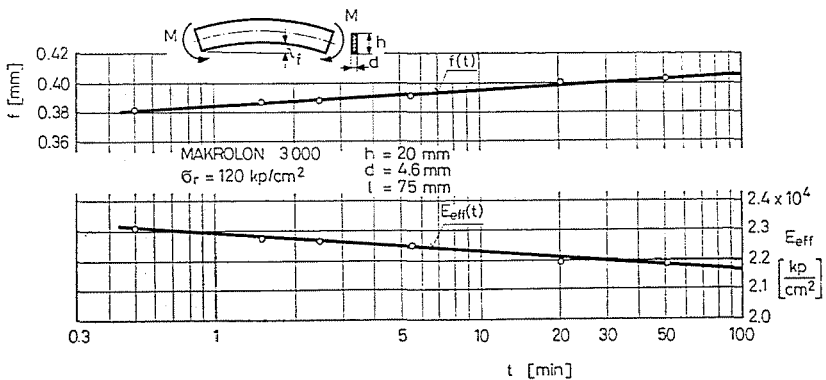


Bild 8. Die Zeitabhängigkeit des Elastizitätsmoduls  $E_{\text{eff}}$  von Makrolon-3000, ermittelt aus Krümmungsmessungen

Die bisherigen Untersuchungen des Polykarbonats Makrolon zeigen, daß dieser Werkstoff durchaus als Modellmaterial für spannungsoptische Untersuchungen geeignet ist. Der Nachteil, daß das Material erst spannungsfrei getempert werden muß, wird durch die hohe spannungsoptische Empfindlichkeit, die Freiheit von Randeffekten und die relativ geringe Kriechneigung aufgewogen.

Da extrudierte Platten aus Makrolon einen über die Plattenabmessungen wenig veränderlichen Orientierungszustand aufweisen, vermindert sich auch der Aufwand bei den Temperversuchen.

## Zusammenfassung

Im Spritzgußverfahren hergestellte Stäbe und Platten aus Makrolon, einem Thermoplast der Firma Bayer—Leverkusen (BRD) können durch geeignete Temperverfahren spannungs- und orientierungsfrei getempert werden. Die Maximaltemperatur im Temperofen muß oberhalb der Einfrieretemperatur des Materials liegen. (Für Makrolon-2800 bzw. Makrolon-3000 ist  $T_{\max}$  170 °C

Der Werkstoff besitzt eine hohe spannungsoptische Empfindlichkeit ( $s = 7,4$  kp/cm), zeigt eine geringe Neigung zum optischen Kriechen, ist randeffekt frei, mechanisch gut bearbeitbar und glasklar.

## Literatur

1. FETHKE, K.: Beitrag zur polarisationsoptischen Analyse thermisch bedingter Zustände in Modellen aus Plast. Dissertation, Rostock 1973.
2. KUSKE, A.: Einführung in die Spannungsoptik. Wiss. Verlagsgesellschaft M.B.H. Stuttgart 1959.
3. MÖNCH, E.: Stand der Photoplastizität. VDI-Berichte Nr. 197, 1974.
4. LORECK, R.: Untersuchung von Polyester gießharzen und anderen Kunststoffen auf ihre Eignung als photoplastisches Modellmaterial. Kunststoffe, 52. Jahrgang 1962, Heft 3.
5. FETT, TH.—NOTHDURFT, W.—RACKÉ, H. H.: Schrumpfungsmessungen zum Bestimmen von Orientierungszuständen in amorphen Thermoplasten. Kunststoffe, 63. Jahrgang, Heft 1.
6. FETT, TH.—NOTHDURFT, W.—RACKÉ, H. H.: Messung der Knoop-Härte zum Bestimmen von Orientierungszuständen in amorphen Thermoplasten. Kunststoffe, 63. Jahrgang, Heft 2.
7. FETT, TH.—NOTHDURFT, W.—RACKÉ, H. H.: Messung der Doppelbrechung zum Bestimmen von Orientierungszuständen in amorphen Thermoplasten. Kunststoffe, 63. Jahrgang, Heft 3.
8. THAMM, F.—MOLNAR, I.: Deutung der Isochromaten- und Isoklinienbilder des Molekülorientierungszustandes bei gespritzten Kunststoffen. Beitrag z. Spannungs- u. Dehnungsanalyse III, S. 113—128. Akademie Verlag, Berlin 1966.
9. WOEBCKEN, W.: Orientierungserscheinungen in Preß- und Spritzgußteilen. Kunststoffe, Bd. 51, 1961 Heft 9.
10. WOEBCKEN, W.: Einfluß der Verarbeitungsbedingungen auf die Eigenschaften des Kunststofffertigteils. VDI-Z. 112 (1970) Nr. 15.
11. KNAPPE, W.: Die Festigkeit thermoplastischer Kunststoffe in Abhängigkeit von den Verarbeitungsbedingungen. Kunststoffe, 51, 1961, S. 562—69.
12. KNAPPE, W.: Beeinflussung der Eigenschaften von Kunststoff-Fertigteilen durch die Verarbeitungsbedingungen. Schrifttum VDI-Bildungswerk.
13. WINTERGERST, S.: Ermittlung der Grundfestigkeit bei Proben aus thermoplastischem Kunststoff. Kunststoffe, Bd. 57, 1967, Heft 3.
14. WINTERGERST, S.: Orientierungen und Spannungen in Spritzgußteilen. Kunststoffe, Bd. 63 1973, Heft 10.
15. Bayer-Thermoplast in Schaubildern, Prospekt, Nr. Kl 41970, 1971.
16. Makrolon—Produktgruppenübersicht Bayer—Druckschrift, Nr. KL 40950.
17. HILTSCHER, R.: Gütebeurteilung spannungsoptischer Modellwerkstoffe. Forschung, Bd. 20, Heft 3.
18. FETHKE, K.—BLUDSZUWEIT, S.: Mechanische, thermische und optische Eigenschaften einiger spannungsoptischer Modellmaterialien (erscheint demnächst in Schiffbauforschung).

Dr. Klaus FETHKE }  
 Dr. Frigyes THAMM } H-1521 Budapest