Deformationsverhalten von Kunststoffen beim Thermoformen -experimentelle und virtuelle Bestimmung-

Von der Fakultät Maschinenbau der Universität Stuttgart zur Erlangung der Würde eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.) genehmigte Abhandlung

> vorgelegt von Dipl.-Ing. Bernhard Hegemann geboren in Stuttgart Bad-Cannstatt

Hauptberichter: Mitberichter: Tag der mündlichen Prüfung: Prof. Dr.-Ing. Peter Eyerer Prof. Dr. Olof Vorster 1. Dezember 2004

Institut für Kunststoffkunde und Kunststoffprüfung der Universität Stuttgart

2004

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde (IKP) der Universität Stuttgart. Dem Leiter des Institutes, Herrn Prof. Dr.-Ing. Peter Eyerer danke ich für die sehr großen Freiräume und sein stetiges Vertrauen während meiner gesamten Zeit.

Besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Olof Vorster von der Tshwane University of Technology, Pretoria, Südafrika, für die Unterstützung und das Interesse an meiner Arbeit und die Übernahme des Mitberichts.

Großer Dank gilt Frau Dipl.-Ing. Nina Woicke für die ausdauernden und anregenden Diskussionen, sowie meinem langjährigen Assistenten Getaneh G. Woldetsadik für seine Hilfestellungen, die wesentlich zum Gelingen meiner Arbeit beigetragen haben. Des weiteren danke ich allen Kollegen und Studenten des IKP, die mir stets tatkräftig zur Seite gestanden sind und meine Arbeit direkt und indirekt unterstützt haben.

Meiner lieben Frau Alexandra und meinem Sohn Leonard danke ich für das Verständnis der zusätzlichen Belastung und die oftmals geopferte Zeit.

Filderstadt, im Dezember 2004

Bernhard Hegemann

Inhaltsverzeichnis

Fo	rmelz	eichen	und Abkürzungen	8
At	stract			11
1	Einl	leitung		13
	1.1	Proble	mstellung	
	1.2	Zielset	tzung und Lösungsweg	15
2	Star	nd der 7	Fechnik	19
,	2.1	Metho	den für die Thermoformsimulation	19
	2.1.	1 Z	usammenhang von Spannung und Dehnung	19
	2.1.	2 Li	ineare Viskoelastizität von Kunststoffen	
,	2.2	Model	lierung von Polymeren	
	2.2.	1 A	llgemeines Maxwell-Modell	
	2.2.	2 K	-BKZ Modell für die Thermoformsimulation	
	2.	2.2.1	Relaxationsspektrum und Gedächtnisfunktion	25
	2.	2.2.2	Dämpfungsfunktion	25
	2.	2.2.3	Fingerscher Deformationstensor	27
	2.2.	3 Ze	eit-Temperatur-Verschiebungsprinzipien	
,	2.3	Metho	den zur Bestimmung der Modellparameter	
	2.3.	1 L	ubricated Squeeze Rheometer	
	2.3.	2 B	ubble Inflation Rheometer	
	2.3.	3 M	Iembrane Inflation Rheometer	30
	2.3.	4 M	Iulti-axiales Dehnrheometer	
	2.3.	5 In	strumented Dart Test	32
	2.3.	6 R	eckrahmen	
3	Mat	erialier	n und Simulationsgrundlagen	35
-	3.1	Verwe	endete Materialien und Ausgangszustand	35
	3.1.	1 A	morphe und teilkristalline Probekörper	35
	3.	1.1.1	Polystyrol	35
	3.	1.1.2	Polypropylen	37
	3.1.	2 D	eformationskörper und Reibkörper	40
	3.	1.2.1	Hytac-B1X	40
	3.	1.2.2	Hytac-W	40
-	3.2	Der Re	everse-Engineering Algorithmus zum Bestimmen der Modellparamet	er41

	8.3 Er	stellen der Simulationsgrundlagen zur Verifikation	42
4	Entwic	klung und Einflussanalyse der Messaufbauten	45
2	4.1 En	twicklung und Einflussanalyse des TMC-Messaufbaus zur Bestimmung	der
	M	odellparameter	45
	4.1.1	Konstruktion und Entwicklung des TMC-Messaufbaus	45
	4.1.2	Beschreibung des Versuchsablaufs	50
	4.1.3	Einflussanalyse der Deformationsparameter auf das Messergebnis	52
	4.1.3	.1 Deformationsgeschwindigkeit	52
	4.1.3	.2 Verarbeitung und Temperatur	54
	4.1.3	.3 Stempelgeometrie	57
	4.1.3	.4 Einspannvorrichtung	59
2	4.2 En	twicklung des Messaufbaus zur Stempelreibung	60
	4.2.1	Reibung von Kunststoff-Kunststoffpaarungen	62
	4.2.2	Entwicklung des Messaufbaus und theoretische Beschreibung	63
	4.2.3	Diskussion der Messergebnisse	65
5	Bestim	men der Modellparameter und Verifikation am Beispiel eines amorphen	
	Thermo	pplasten	69
4	5.1 Be	stimmen der Modellparameter mittels TMC	69
	5.1.1	Messen der Kraft-Weg-Kurven mittels TMC	69
	5.1.2	Bestimmen der Modellparameter mit Reverse-Engineering	71
4	5.2 Be	stimmen der Modellparameter mit rheologischen Methoden	73
	5.2.1	Ermitteln des Relaxationsspektrums durch Torsionsschwingversuche	73
	5.2.2	Anpassen der Dämpfungsfunktion durch temperierte Zugversuche	77
	5.2.3	Berechnen der Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten	79
4	5.3 Ve	rgleich und Diskussion der Modellparameter	80
	5.3.1	Relaxationsspektrum	80
	5.3.2	Dämpfungsfunktion	81
	5.3.3	Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten	82
4	5.4 Va	lidieren der Modellparameter mittels Vergleich der Wanddicke	83
	5.4.1	Validieren mit TMC-Modellparametern	84
	5.4.2	Validieren mit DMA-Modellparametern	86
6	Bestim	men der Modellparameter und Verifikation am Beispiel eines teilkristalli	nen
	Thermo	pplasten	89
(5.1 TN	IC-Messungen und Reverse-Engineering	89

6.2	Bestimmen der Modellparameter mit rheologischen Methoden	91
6.2	.1 Ermitteln des Relaxationsspektrums durch Torsionsschwingversuche	91
6.2	.2 Anpassen der Dämpfungsfunktion durch temperierte Zugversuche	93
6.2	.3 Berechnen der Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten	94
6.3	Vergleich und Diskussion der Modellparameter	95
6.3	.1 Relaxationsspektrum	95
6.3	.2 Dämpfungsfunktion	95
6.3	.3 Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten	
6.4	Validieren der Modellparameter mittels Simulation am Bauteil	97
7 Dis	kussion der amorphen und teilkristallinen Ergebnisse	
8 Zus	sammenfassung und Ausblick	101
8.1	Zusammenfassung	101
8.2	Ausblick	102
9 Lit	eratur	105

Formelzeichen und Abkürzungen

А	Fläche, momentan wirkender Querschnitt	mm ²
а	Abstand	mm
A_0	Ausgangsfläche, Anfangsquerschnitt	mm ²
a _T	Verschiebefaktor	
C ⁻¹	Fingerscher Deformationstensor	
C_1	stoffspezifischer Parameter	
C_2	stoffspezifischer Parameter	
D	Einspanndurchmesser	mm
d	Stempeldurchmesser	mm
d	Foliendicke	mm
ΔL	Längenänderung	mm
$\Delta L'$	Längenänderung zur Zeit t'	mm
e	e-Funktion	
Е	Elastizitätsmodul	N/mm ²
Ea	Aktivierungsenergie	J
F	Kraft	Ν
F _{max}	maximale Deformationskraft	Ν
F_N	Normalkraft	Ν
F _R	Reibungskraft	Ν
G(t)	linearer Relaxationsmodul	N/mm ²
G'	Schubmodul, Speichermodul	N/mm ²
G"	Verlustmodul	N/mm ²
G	Steifigkeit	N/mm ²
Gi	Relaxationsstärke	N/mm ²
$h(I_1, I_2)$	Dämpfungsfunktion	
Η(λ)	Relaxationsspektrum	N/mm ²
I_1	erste Invariante des Fingerschen Deformationstensor	
I_2	zweite Invariante des Fingerschen Deformationstensor	
L'	Länge zur Zeit t'	mm
L	Länge	mm
L ₀	Ausgangslänge	mm
ln	logarithmus naturalis	

m	Dehnmoden	
М	Mitnahmemoment	Nm
m(t-t')	Gedächtnisfunktion	Pa
N	Anzahl	
R	allgemeine Gaskonstante	J/(mol K)
r	Radius	mm
S	Ziehtiefe	mm
S	Deformationsweg	mm
$\mathbf{S}_{\text{bruch}}$	Deformationsweg bei Bruch	mm
\mathbf{S}_{max}	Deformationsweg bei F _{max}	mm
t	momentane Zeit	S
Т	aktuelle Temperatur	°C
ť'	beliebiger Zeitpunkt	S
T_g	Glasübergangstemperatur	°C
t _{red}	reduzierte Zeit	S
T _{ref}	Referenztemperatur, Umformtemperatur	°C

Dämpfungsparameter	
Dämpfungsparameter	
Dirac Delta-Funktion	
Dehnung	%
technische Dehnung	%
wahre Dehnung, Hencky-Dehnung	%
Dehnrate, Dehngeschwindigkeit	1/s
Dehngeschwindigkeit	1/s
Dämpfer-Kennwert, Viskosität	Pa s
Zeit	S
technischer Verstreckgrad	
wahrer Verstreckgrad	
Reibwert, Reibungskoeffizient	
Spannungstensor	
	Dämpfungsparameter Dämpfungsparameter Dirac Delta-Funktion Dehnung technische Dehnung wahre Dehnung, Hencky-Dehnung Dehnrate, Dehngeschwindigkeit Dehngeschwindigkeit Dämpfer-Kennwert, Viskosität Zeit technischer Verstreckgrad wahrer Verstreckgrad Reibwert, Reibungskoeffizient

σ_{tech}	technische Spannung	N/mm ²
σ_{wahr}	wahre Spannung	N/mm ²
φ	Auslenkung	Grad
ω	Kreisfrequenz	1/s

ABS Acrylnitril-Butad	ien-Styrol
-----------------------	------------

- BIR Bubble-Inflation Rheometer
- DMA Dynamisch Mechanische Analyse
- DSC Dynamic-Scanning-Calorimetry
- HI-PS high-impact modifiziertes Polystyrol
- HUS hydraulische Universalschwingprüfmaschine
- IKP Institut für Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde
- iPP isotaktisches Polypropylen
- K-BKZ Kaye, Bernstein, Kearsley, Zapas
- MAD Multiaxiales Dehnrheometer
- PE Polyethylen
- PP Polypropylen
- PS Polystyrol
- RT Raumtemperatur
- TMC Thermoform-Material-Charakterisierung
- WLF Williams, Landel, Ferry

Abstract

Deformation behaviour of plastics via the thermoforming process -experimental and virtual determination-

Thermoforming is a shaping process in which a heated thermoplastic sheet is deformed by means of a pressure difference or with mechanical assistance to form a stable plastic part. A major goal for this type of processing is to attain a very thin and even wall thickness throughout the finished part thereby utilizing a minimal amount of material, yet retain sufficient structural rigidity. To achieve an efficient and optimal process, one must employ computer simulations.

For a simulation one requires as input, not only characteristic data for the semi-finished material but also data concerning its interaction with the process. Modeling of the thermoforming process is achieved using the K-BKZ model. The parameters required for this model are the relaxation spectrum, the damping function and the time-temperature shift constant (WLF). Previous methods of determining these parameters were extremely laborious, the results of which were unable to accurately describe the complex shaping process.

However, in this study measurement apparatus have been developed to enable thermoforming material characterization (TMC) and thus define the necessary parameters required for the K-BKZ model. The device constructed allows measurement of force and deformation during temperature and speed dependent deformation of plastic samples. The apparatus is conceptually simple and yet easy to operate and precise enough for the required material characterization. Via a reverse engineering process, this data is used to compute the model input values and subsequently calculate the results from the K-BKZ model.

An analysis of the influence of deformation speed and temperature, plug geometry and clamping geometry enabled boundary conditions for a standardized measurement to be defined. Additionally, the coefficient of friction between the deformation plugs and the semi-finished material is required for the thermoforming simulation. To quantify these, a measurement device was constructed that allowed the temperature dependant static and

dynamic coefficient of friction to be measured.

By means of an example, the model parameters of amorphous high impact modified polystyrene (HI-PS) have been defined using the TMC coupled with reverse engineering. These results have been compared directly to the parameters measured using standard rheological techniques that employ temperature and frequency dependent shear experiments to determine the relaxation spectrum and WLF constant. Tensile tests at a constant temperature were performed to investigate the damping function.

Excellent agreement was found in deriving the relaxation spectrum and WLF constants from these two approaches. There were however discrepancies in the values for the damping function, but this has a negligible influence on the simulation results.

All further investigations were performed on semi-crystalline Polypropylene. To date, nothing has been published concerning characterization of the thermoforming parameters for this material, this study being the first. Comparisons of results from the two different experimental methods reveal larger deviations with the semi-crystalline material than with the amorphous material. This is mainly due to the differences in morphology caused by nucleation.

The advantage of the TMC method with semi-crystalline plastics is the model parameters derived are close to those of the process in reality. In the melt transition, as with other methods, measurements are not feasible. In comparison to rheological measurements, the TMC method delivers better results with respect to the simulation of wall thickness.

The apparatus developed for the TMC measurements coupled with a reverse engineering approach to determine the model parameters for thermoforming simulations has been extremely successful resulting in a technique that requires only a few simple steps to gain the required results.

1 Einleitung

1.1 Problemstellung

Neben den Formgebungsverfahren des Urformens, wie Spritzgießen oder Extrudieren, das Kunststoffprodukte direkt aus der Schmelze herstellt, existiert die Gruppe der Umformverfahren. Zu dieser Verfahrensgruppe gehören Prozesse wie Blasformen, Streckblasformen oder Thermoformen [40].

Das Thermoformen ermöglicht durch mehrere Verfahrensschritte die Herstellung eines formstabilen Kunststoffteils aus Halbzeugen. Im Wesentlichen wird ein durch Extrudieren oder Blasen hergestelltes Halbzeug (Platte oder Folie) durch Erwärmen mittels Kontakt-, Strahlungs- oder Konvektionsheizung in einen zäh-weichen Zustand gebracht und anschließend mittels Druckdifferenz (Vakuum- oder Druckluftformen) allein oder mit mechanisch einseitiger Formhilfe (Vorstreck- oder Oberstempel) verformt. Im kalten Werkzeug frieren die orientierten Molekülketten in ihrer gestreckten Lage ein und der umgeformte Kunststoff behält seine Form bei. Das umgeformte Teil kann aus dem Werkzeug entformt werden (Abbildung 1).

Das Thermoformen wird auch als Warmformen oder Tiefziehen bezeichnet. Der Unterschied zum Tiefziehen von Metall liegt in der Materialführung und den damit verbundenen Belastungsfällen. Beim Metall-Tiefziehen wird das Material während der Umformung nachgeführt und unterliegt somit der Reckung oder Stauchung, in Dickenrichtung ist nahezu keine Formänderung zu verzeichnen und die Oberfläche bleibt in etwa konstant [62]. Beim Kunststoff-Tiefziehen wird das Material am Rand der Kavität festgehalten und ein Nachführen verhindert. Somit unterliegt der Kunststoff einer großen Dehnung von bis zu mehreren hundert Prozent. Die resultierende Wandstärke ist nicht konstant und die Oberfläche vergrößert sich [60].



Abbildung 1: Verfahrensschritte am Beispiel der Negativ-Druckluftformung [30]

Die einzelnen Thermoformverfahren unterscheiden sich nach Art der Umformung und Einsatz der mechanischen Formhilfen. Grundsätzlich unterscheidet man in Positivformung (Kontur auf der Innenseite des Formteils) und Negativformung (Kontur auf der Außenseite des Formteils), jeweils unterteilt in Gruppen mit mechanischem Vorstrecken (Oberstempel) und Formen mit Druckdifferenz (Vakuum, Druckluft). Aus allen Varianten können kombinierte Verfahren entstehen. Für technische Teile sei zusätzlich das Twin-Sheet-Verfahren genannt, das die Verarbeitung zu geschlossenen Behältern erlaubt [36].

Die Palette der hergestellten Endprodukte wird in Verpackungsteile und technische Bauteile unterschieden [17]. Verpackungsteile sind meist dünnwandige Behältnisse, wie Joghurt- und Kaffeebecher oder Margarinebehälter, die oftmals aus thermoplastischen Massenkunststoffen wie Polystyrol oder Polypropylen bestehen [69]. Das vorrangige Ziel ist, eine sehr dünne und gleichmäßige Wanddickenverteilung zu erreichen, um mit minimalem Materialeinsatz eine ausreichende Bauteilsteifigkeit zu erhalten. Die Vorteile des Verfahrens gegenüber dem Spritzgießen bei Verpackungsteilen liegen in kürzeren Taktzeiten, bei gleichzeitig hoher Teilezahl sowie dünneren Wandstärken, verbunden mit geringerem Materialbedarf [30]. Thermogeformte technische Bauteile sind überwiegend aus Polycarbonat, Acrylnitril-Butadien-Styrol und verstärkten Kunststoffen wie glasfaserverstärktes Polyamid für Kühlschrankinnengehäuse oder Stoßfänger. Die Vorteile liegen in der Herstellung von großflächigen Teilen (bis mehrere Quadratmeter) bei akzeptablen Schließkräften, flexiblen Wanddicken sowie geringen Werkzeugkosten bei niedrigen Stückzahlen. Die Herstellung von Bauteilen aus mehreren Werkstoffschichten bietet Vorteile gegenüber dem In-mold Labeling oder Kaschieren [38].

Um die Einstellung von Wanddicke und Wanddickenverteilung, Prozessführung und Zeitsteuerung besser zu verstehen und um sich von der empirischen Maschinenauslegung und Prozesseinstellung zu lösen, bedient man sich der Computersimulation [71].

Zur Auslegung des Thermoformprozesses sind diverse Simulationsprogramme kommerziell erhältlich. Der Entwicklungsstand hinkt allerdings weit hinter dem der Spritzgießsimulation her. Gängige Programme zur Thermoformsimulation sind T-Sim®, TFORM3®, Pam-Form®, FormView® [32].

Für diese Simulationsprogramme sind neben den Prozesssteuerungsdaten auch Eigenschaftsdaten der Halbzeuge und Werkzeuge (Kunststofffolie und Formhilfe) sowie deren Interaktion (Reibung, Wärmeübergang, etc.) als Eingabewerte notwendig. Die experimentelle Ermittlung dieser Parameter wurde in unterschiedlichen Ansätzen bereits untersucht [11, 28, 50]. Allen experimentellen Messmethoden ist gemein, dass sie sehr aufwändig oder für die komplexe Beschreibung der Umformung nicht hinreichend genau sind.

1.2 Zielsetzung und Lösungsweg

Ziel dieser Arbeit ist es, einen Messaufbau zur Bestimmung der notwendigen Parameter für die Thermoformsimulation zu entwickeln. Er muss einerseits einfach im Aufbau und in der Handhabung, andererseits hinreichend genau bezüglich seiner Messqualität und Aussagekraft sein. Für die Datenaufbereitung, Simulation und Verifikation wird das Programm T-Sim® verwendet. Es hat sich als das am besten geeignete Simulationsprogramm erwiesen [32]. Zunächst werden die Randbedingungen definiert und ein entsprechendes Anforderungsprofil erstellt, welches definierte Messgrößen reproduzierbar im erforderlichen Anwendungsbereich ermöglicht.

Ziel der Eigenschaftsbeschreibung ist das Ermitteln der notwendigen Parameter für das in T-Sim® verwendete Materialmodell zur Beschreibung großer Deformationen, dem K-BKZ Modell (Kaye - Bernstein, Kearsley, Zapas) [67]. Neben der Bestimmung der Modellparameter ist eine Messapparatur zum Ermitteln der Interaktionen wie der Reibung während des Umformvorganges notwendig.

Mit dieser Datengrundlage können mit Reverse-Engineering - einem iterativen Näherungsverfahren von Versuch und Simulation - die Parameter des K-BKZ Modells generiert werden.

Die Aussagegenauigkeit der ermittelten Modellparameter mit dem Thermoform-Material-Charakterisierungs-Aufbau (TMC) muss verifiziert werden. Diese wird durch den Vergleich der TMC-Messgrößen mit bekannten Messmethoden im gleichen werden Anwendungsbereich ermittelten Größen quantifiziert. Hierfür Torsionsschwingversuche über Frequenzbereich umformrelevanten einen großen im Temperaturbereich temperierte Bestimmen und Zugversuche zum der Dämpfungsfunktionen für große Deformationen durchgeführt.

Für die Verifikation der Simulation mit einem hergestellten Bauteil auf dem TMC-Aufbau sind zusätzliche Prozessparameter wie die Reibung, die thermischen Leitfähigkeiten, etc. notwendig. Mit diesen Werten kann die tatsächlich gemessene Wanddicke zur simulierten Wanddicke verglichen werden. Der Vergleich der Wanddickenverteilungen dient als Qualitätsurteil des entwickelten TMC-Messaufbaus.

Die Experimente in dieser Arbeit werden an amorphem schlagzähmodifiziertem Polystyrol und an teilkristallinem Polypropylen durchgeführt. Bisher ist aus der Literatur noch keine Charakterisierung und Verifikation von teilkristallinen Kunststoffen bekannt. Aus diesem Grund liegt der Schwerpunkt der Einflussanalyse auf diesem Werkstoff.

Zur Übersichtlichkeit ist in Abbildung 2 die methodische Vorgehensweise graphisch

dargestellt.



Abbildung 2: Methodische Vorgehensweise

2 Stand der Technik

2.1 Methoden für die Thermoformsimulation

Die mechanischen Eigenschaften und das Deformationsverhalten von Kunststoffen wird durch die aufgebrachte Dehnung und der daraus resultierenden Spannung beschrieben. Die Reaktion auf eine Dehnung ist bei Kunststoffen im Allgemeinen viskoelastisch. Bei der Modellierung von Kunststoffen sind diese Reaktionen auf Dehnungen mathematisch umzusetzen. Die Grundlagen für die in dieser Arbeit verwendete mathematische Beschreibung - das Materialmodell - sind im Folgenden beschrieben.

2.1.1 Zusammenhang von Spannung und Dehnung

Werden Werkstoffe deformiert, bewirken die auftretenden Verformungen bzw. Längenänderungen Spannungen im Werkstoff. Grundsätzlich unterscheidet man zwischen drei Dehnmoden dieses Dehnungszustandes [57].

Wird ein ebener Körper in eine Richtung gedehnt spricht man von *uni-axialer* Dehnung (Abbildung 3, Fall a). Eine Verformung in gleichzeitig zwei Richtungen wird als *bi-axiale* Dehnung bezeichnet (Abbildung 3, Fall b). Ist der Betrag der Dehnung in beide Richtungen gleich groß, spricht man in diesem Sonderfall von *äqui-bi-axialer* Dehnung. Wird ein Körper in eine Richtung gedehnt und gleichzeitig in der zweiten Richtung gehalten, spricht man von *planarer* Dehnung (Abbildung 3, Fall c).

Während einer realen Belastung treten nur selten reine Dehnmoden auf, es liegt meist multi-axiale Dehnung vor. Alle Belastungen können auf drei Grundrichtungen (Hauptachsenrichtungen) zurückgeführt werden.



Abbildung 3: Schematische Darstellung der verschiedenen Dehnmoden

In Versuchen ist man bestrebt, den Spannungszustand so einfach wie möglich zu gestalten und die gewonnenen Erkenntnisse anschließend auf komplexe Zustände zu übertragen.

Die Dehnung, die an einem Körper auftritt, kann entweder als technische oder als wahre Dehnung ausgedrückt werden. Für ingenieursmäßige Betrachtungen nutzt man vorwiegend die technische Dehnung, (Gleichung 1):

$$\varepsilon_{tech} = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot (100\%) \tag{Gleichung 1}$$

Dabei ist ε_{tech} die technische Dehnung, ΔL die Längenänderung und L_0 die Ausgangslänge. Die wahre Dehnung oder Hencky-Dehnung ε_{wahr} ergibt sich gegenüber der technischen Dehnung aus der Integration differenzieller Dehnungen über die aktuelle Länge, (Gleichung 2):

$$\varepsilon_{wahr} = \int_{L_0}^{L} \frac{dL'}{L'} = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon_{tech})$$
(Gleichung 2)

Die zeitliche Ableitung der Dehnung wird als Dehnrate oder Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$ bezeichnet. Alternativ zur relativen Längenänderung wird beim Thermoformen oft auch der Verstreckgrad λ verwendet, (Gleichung 3):

$$\lambda_{tech} = \frac{L}{L_0} = \ln\left(\frac{L_0 + \Delta L}{L_0}\right) = \ln\left(1 + \varepsilon_{tech}\right) = e^{\varepsilon_{wahr}} \qquad (Gleichung 3)$$

Da diese Zustände auch dreidimensional gelten, muss die eindimensionale Schreibweise in die Tensorschreibweise überführt werden. Alle aufgebrachten Dehnungen erzeugen resultierende Spannungen.

Auch bei der Spannung wird zwischen einer technischen und wahren Spannung unterschieden. Die technische Spannung bezieht die Kraft F auf den Anfangsquerschnitt A_{0} , (Gleichung 4):

$$\sigma_{tech} = \frac{F}{A_0} \tag{Gleichung 4}$$

Die wahre Spannung hingegen bezieht sich auf den momentanen Querschnitt A,

(Gleichung 5):

$$\sigma_{wahr} = \frac{F}{A} \tag{Gleichung 5}$$

Kleine Dehnungen, die in elastischen Verformungen resultieren, können in einem linearen Zusammenhang, der Hooke'schen Elastizitätstheorie, beschrieben werden, (Gleichung 6):

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \tag{Gleichung 6}$$

Es ist dabei *E* der Elastizitätsmodul. Charakterisieren lässt sich das Hooke'sche Gesetz durch sein linearelastisches Verhalten, d.h. ein Körper reagiert sofort auf eine Belastung und kehrt nach Entlastung unmittelbar in seine Ausgangslage zurück. Dabei treten weder Kriech- noch Relaxationsvorgänge auf. Ein Körper, der sich gemäß dem Hooke'schen Gesetz verhält, wird als *linear elastisch* bezeichnet [57].

Kunststoffe zeigen beim Deformieren ein zeitabhängiges Verhalten. Es stellt sich nach einer entsprechenden Belastung oder Dehnung eine zeitverzögerte Rückstellung der ausgelenkten Kettensegmente ein. Diese Relaxationsprozesse hängen von der Beweglichkeit der Makromoleküle ab. Sie wird durch die Struktur der Polymerwerkstoffe und die Temperatur bestimmt. Dieses Verhalten von Kunststoffen nennt man *viskoelastisches* Verhalten [54].

2.1.2 Lineare Viskoelastizität von Kunststoffen

Im Falle kleiner Deformationen spricht man von *linear viskoelastischem* Verhalten. Nichtlineares viskoelastisches Verhalten erhält man bei großen Deformationen. Beim Thermoformen ist das Kunststoffhalbzeug meist großen Deformationen ausgesetzt. Eine geeignete Beschreibung des Materialverhaltens kann nur mit *nicht-linear viskoelastischen* Modellen erfolgen.

Von *linear viskoelastischem* Verhalten kann man lediglich im Bereich bis ca. 1 Prozent Dehnung sprechen [76]. Obwohl linear, unterscheidet sich der *linear elastische* Fall vom *linear viskoelastischen* Fall im zeitlichen Verlauf der elastischen Reaktion. Die partielle Rückstellung einer Deformation nach vorangegangener Belastung wird erst zeitverzögert erreicht. Deshalb sind Kennwertfunktionen wie der Schubmodul von der Belastungszeit abhängig. Das Relaxationsspektrum bzw. die Gedächtnisfunktion kennzeichnen das nachlassende Erinnerungsvermögen eines viskoelastischen Stoffes an vorausgegangene Deformationen [59]. Abklingen Funktion Das einer Belastung ist eine der gesamten Belastungsvorgeschichte. Die (in Abhängigkeit von und Dehnung) Spannung beschreibenden Funktionen sind mechanische Zustandsgleichungen in Form von expliziten Faltungsintegralen. Sie genügen dem Superpositionsprinzip nach Boltzmann [61]. Die Spannung lässt sich folgendermaßen beschreiben, (Gleichung 7):

$$\overline{\sigma}(t) = \int_{-\infty}^{t} G(t-t') \cdot \overline{\dot{\varepsilon}}(t') dt' \qquad (Gleichung 7)$$

wobei $\overline{\sigma}(t)$ der Spannungstensor, *t* die momentane Zeit und *t*' ein beliebiger Zeitpunkt ist, $\overline{\dot{\varepsilon}}(t)$ beschreibt die Dehngeschwindigkeit und *G*(*t*) ist der lineare Relaxationsmodul.

Dieser lineare Relaxationsmodul G(t) beschreibt das Abklingen oder Relaxieren der Spannung nach einer kleinen, zügig aufgebrachten und konstant gehaltener Deformation. Es besteht eine Beziehung zwischen G(t) der linearen Viskoelastizität mit der Gedächtnisfunktion m (t-t[']), (Gleichung 8):

$$m(t-t') = \frac{dG(t-t')}{dt'}$$
(Gleichung 8)

Der Relaxationsmodul kann durch das linear-viskoelastische Relaxationsspektrum $H(\lambda)$ beschrieben werden [61], (Gleichung 9):

$$G(t) = \int_{-\infty}^{\infty} H(\lambda) e^{-\frac{t}{\lambda}} d\ln \lambda$$
 (Gleichung 9)

Alternativ dazu erfolgt der Zusammenhang zur Gedächtnisfunktion, (Gleichung 10):

$$m(t-t') = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{H(\lambda)}{\lambda} e^{-\frac{(t-t')}{\lambda}} d\ln\lambda$$
 (Gleichung 10)

Bei der Modellierung von Polymeren spielt das Relaxationsspektrum $H(\lambda)$ eine wesentliche Rolle. Die messtechnische Ermittlung des kontinuierlichen Spektrums ist sehr aufwändig und man ist bestrebt, dieses rechnerisch zu bestimmen und zu modellieren.

2.2 Modellierung von Polymeren

2.2.1 Allgemeines Maxwell-Modell

Das lineare viskoelastische Verhalten kann durch mechanische Ersatzelemente dargestellt werden. Der elastische Anteil des einfachen Maxwellmodells wird durch eine Feder mit der Steifigkeit *G* und das viskose Verhalten durch einen Dämpfer mit dem Kennwert η beschrieben. Maxwell hat als Ersatzschaltbild diese Elemente in Reihe geschalten (Abbildung 4 a).



Abbildung 4: Maxwell-Darstellungen

Es ist jedoch nicht möglich, das (lineare oder nicht-lineare) viskoelastische Verhalten mit einer einzigen Relaxationszeit hinreichend genau zu beschreiben [57, 61]. Zur genaueren Beschreibung des jeweiligen Relaxationsverhaltens eines Kunststoffes lassen sich beliebig viele Maxwell-Elemente mit entsprechenden η_i und G_i zueinander parallel schalten (G_i , η_i , mit i = 0, 1, 2,..., N), Abbildung 4b. Dieses Modell heißt verallgemeinertes Maxwell-Modell.

Die Relaxationszeit ist die Zeit, in der die Spannung in einem einzelnen Maxwellelement auf ein e-tel ihres Anfangswertes abklingt [57]. Die einzelne Relaxationszeit eines Feder-Dämpfer-Paares ist entsprechend, (Gleichung 11):

$$\lambda_i = \frac{\eta_i}{G_i} \text{ oder } G_i = \frac{\eta_i}{\lambda_i}$$
(Gleichung 11)

Die diskrete Beschreibung des Relaxationsmoduls G(t) mit einer großen Anzahl parallel geschalteter Ersatzschaltbilder sieht wie folgt aus, (Gleichung 12):

$$G(t) = \sum_{i=1}^{N} G_i \cdot e^{\frac{-t}{\lambda_i}}$$
 (Gleichung 12)

Das dazugehörende Relaxationszeitspektrum kann dann wie folgt ausgedrückt werden, (Gleichung 13):

$$H(\lambda) = \sum_{i=1}^{N} G_i \cdot \delta\left(1 - \frac{\lambda}{\lambda_i}\right)$$
 (Gleichung 13)

wobei $\delta(x)$ die Dirac Delta-Funktion darstellt, die überall Null außer an der Stelle x = 0 ist, wo die Funktion den Wert 1 annimmt [9].

2.2.2 K-BKZ Modell für die Thermoformsimulation

Das K-BKZ (Kaye - Bernstein, Kearsley, Zapas) Modell als integrales nicht-linear viskoelastisches Materialmodell [10, 67] ist ein gut geeignetes Modell für die Beschreibung von Kunststoffen beim Thermoformen [44, 45, 52, 56]. Seinen Ursprung hat es in der Beschreibung von inkompressiblen dreidimensionalen polymeren Schmelzen [10].

Green und *Rivlin* begannen dieses Modell von der Fluidmechanik in die Kontinuumsmechanik zu übertragen [24]. Danach wurde es mit Netzwerktheorien von *Lodge* und *Doi-Edwards* verbunden [20, 46]. *Meissner* hat mit seinem multi-axialen Dehnrheometer (MAD) Schmelzen in unterschiedlichen Dehnmoden charakterisiert [49, 50]. Auf diese experimentelle Grundlage hin begannen viele Polymerphysiker diese Schmelzen zu beschreiben. *Wagner* beschrieb 1976 diese Ergebnisse mit dem erweiterten K-BKZ Modell folgender Form [76], (Gleichung 14):

$$\overline{\sigma}(t) = \int_{-\infty}^{t} m(t-t') \cdot h(I_1, I_2) \cdot \overline{C}^{-1}(t, t') dt' \qquad (Gleichung 14)$$

wobei $\overline{\sigma}(t)$ der Spannungstensor, m(t-t') das linear viskoelastische Gedächtnisintegral, $h(I_1, I_2)$ die von ihm eingeführte Dämpfungsfunktion und $\overline{C}^{-1}(t, t')$ der Fingersche Deformationstensor ist [42]. Für den vorliegenden Anwendungsfall – oberhalb der Glasübergangstemperatur bei amorphen Thermoplasten und sehr nahe der Schmelze bei teilkristallinen Thermoplasten - ist für amorphe Thermoplaste mehrfach gezeigt worden, dass sich dieses Modell zur Beschreibung der Thermoformung eignet [44, 45, 52, 56]. Für teilkristalline Thermoplaste liegen keine Erkenntnisse vor.

Bei der in T-Sim® integrierten Form des K-BKZ Modells handelt es sich um die Wagner-I- oder Wagner-II-Dämpfungsfunktion erweiterte Form [42]. Im Folgenden sind die einzelnen Terme und deren experimentellen Methoden zur Bestimmung der notwendigen Parameter beschrieben.

2.2.2.1 Relaxationsspektrum und Gedächtnisfunktion

Für ingenieurmäßige Betrachtungen wird das kontinuierliche Spektrum durch ein diskretes Spektrum entsprechend des verallgemeinerten Maxwell-Modells approximiert. Gleichung 12 zeigt den diskretisierten Relaxationsmodul. Er kann experimentell über geschwindigkeitsabhängige Zugversuche (Tangentenmodul als Funktion der Zeit) oder über Torsionsschwingversuche ermittelt werden.

Die diskrete Gedächtnisfunktion sieht folgendermaßen aus, (Gleichung 15):

 $m(t-t') = \sum_{i=1}^{N} \left\{ \frac{G_i}{\lambda_i} \cdot e^{-\frac{(t-t')}{\lambda_i}} \right\}$ (Gleichung 15)

2.2.2.2 Dämpfungsfunktion

Viskoelastische Modelle wie das K-BKZ Modell, die auf der Netzwerktheorie von *Lodge* basieren, berechnen die durch Deformation erzeugte Spannung von polymeren Schmelzen als zu groß. Dies begründet Wagner [76] damit, dass der Zerfall eines solchen Gedächtnisses oder Netzwerkes auf linear viskoelastischen Relaxationsvorgängen und zunehmenden Deformationen beruht. Er führt eine Funktion $h(I_1, I_2)$ ein, die die Wahrscheinlichkeit eines Netzwerkstranges beschreibt, eine bestimmte Deformation zu überstehen. Diese ist die Dämpfungsfunktion, die gleichzeitig von skalaren Größen wie den Invarianten des Fingerschen Deformationstensors abhängt.

Der deformationsabhängige Anteil von $h(I_1, I_2)$ hat bei kleinen Deformationen den Grenzwert Eins und nimmt bei größeren Deformationen bis auf Null ab. Die Dämpfungsfunktion kann nur für eine Deformationsmode experimentell bestimmt werden [76]. Messungen im uni-axialen, planaren und bi-axialen Fall ergeben ähnliche Werte für $h(I_1, I_2)$ und die Dämpfung kann näherungsweise als unabhängig von der Deformationsart angenommen werden [51].

Die von Wagner aufgestellte Wagner-I-Dämpfungsfunktion (Gleichung 16) und die Wagner-II-Dämpfungsfunktion (Gleichung 17) sehen folgendermaßen aus:

$$h(I_1, I_2) = \frac{1}{1 + \alpha \sqrt{(I_1 - 3) \cdot (I_2 - 3)}}$$
(Gleichung 16)

$$h(I_1, I_2) = \frac{1}{\exp\left(\beta\sqrt{\alpha I_1 + (1-\alpha)I_2 - 3}\right)}$$
(Gleichung 17)

wobei α , β frei wählbare Dämpfungsparameter und I_1 , I_2 die erste und zweite Invariante des Fingerschen Deformationstensors sind.

Die Wagner-I-Funktion wurde mit uni-axialen Versuchen verifiziert [76]. Der Übergang zu bi- und multi-axialen Zuständen erfordert eine Erweiterung der ersten Form zur Wagner-II-Funktion.

Methoden zur Bestimmung der Dämpfungsfunktion müssen nicht-lineare Dehnexperimente sein. Dies können Spannversuche [59], Wechselspannversuche [58], Dehnrheometerversuche [63, 66] oder Zugversuche [57] sein. Die Dämpfung ist dann der Quotient aus nicht-linearem $G(t, I_1, I_2)$ zu linearem G(t) Relaxationsmodul [6], (Gleichung 18):

$$h(I_1, I_2) = \frac{G(t, I_1, I_2)}{G(t)}$$
(Gleichung 18)

2.2.2.3 Fingerscher Deformationstensor

Der Fingersche Deformationstensor stellt die Deformation in Hauptachsenrichtung dar und hat unter der Annahme inkompressiblen Materialverhaltens für den Fall der Dehnung folgende Form, (Gleichung 19):

$$\overline{C}^{-1}(t') = \begin{pmatrix} \lambda_1^2 & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_2^2 & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_3^2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} e^{2\varepsilon} & 0 & 0 \\ 0 & e^{2m\varepsilon} & 0 \\ 0 & 0 & e^{-2(1+m)\varepsilon} \end{pmatrix}$$
(Gleichung 19)

Die Invarianten für die Dämpfungsfunktion ergeben sich zu, (Gleichung 20), (Gleichung 21):

$$I_1 = e^{2\varepsilon} + e^{2m\varepsilon} + e^{-2(1+m)\varepsilon}$$
 (Gleichung 20)

$$I_2 = e^{-2\varepsilon} + e^{-2m\varepsilon} + e^{2(1+m)\varepsilon}$$
 (Gleichung 21)

wobei *m* die verschiedenen Dehnmoden repräsentiert, Tabelle 1.

Tabelle 1: Dehnmoden

m-Wert	Dehnmode
-0,5	uni-axial
0	planar
1	bi-axial

Bei uni-axialer Belastung (m = -0.5) ergeben sich für die Invarianten, (Gleichung 22), (Gleichung 23):

$$I_1 = e^{2\varepsilon} + 2e^{-\varepsilon}$$
 (Gleichung 22)

$$I_2 = 2e^{\varepsilon} + e^{-2\varepsilon}$$
 (Gleichung 23)

und im äqui-bi-axialen Fall mit m = 1, (Gleichung 24), (Gleichung 25):

$$I_1 = 2e^{\varepsilon} + e^{-4\varepsilon}$$
 (Gleichung 24)

$$I_2 = 2e^{-2\varepsilon} + e^{4\varepsilon}$$
 (Gleichung 25)

2.2.3 Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzipien

Die Eigenschaften der Kunststoffe sind stark temperaturabhängig. Das Verhalten bei hohen Temperaturen entspricht bei thermorheologisch einfachen Materialien [55] der langsamen Belastung und umgekehrt [61]. Mit dem Zeit-Temperatur-Superpositionsprinzip lassen sich die bei unterschiedlichen Temperaturen in einem engen Zeitfenster ermittelten Messdaten zu einer auf eine Referenztemperatur bezogene Masterkurve vereinen, wobei a_T der Verschiebefaktor zwischen reduzierter t_{red} und tatsächlicher Zeit *t* ist, (Gleichung 26):

$$t_{red} = \int_{-\infty}^{t} \frac{t'}{a_T(T)} dt' \qquad (Gleichung 26)$$

Das Zeit-Temperatur-Prinzip besagt, dass sich für thermorheologisch einfache Werkstoffe bei einer Temperaturerhöhung alle Relaxationszeiten im gleichen Verhältnis ändern. Zu thermorheologisch einfachen Materialien gehören die meisten Kunststoffschmelzen [21]. Im Festkörperbereich der Kunststoffe ist die Einfachheit entsprechend zu belegen und der Verschiebebereich ggf. einzugrenzen.

Für einige Kunststoffe lässt sich der Zeit-Temperatur-Verschiebefaktor a_T mit der *Arrhenius*-Beziehung beschreiben, (Gleichung 27):

$$\log a_T(T) = \frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right)$$
(Gleichung 27)

Wobei E_a die Aktivierungsenergie, R die allgemeine Gaskonstante, T die aktuelle Temperatur und T_{ref} die Referenztemperatur der Masterkurve ist [55]. Oft wird der Ansatz von *Williams*, *Landel* und *Ferry* (WLF) verwendet, wobei C_1 und C_2 stoffspezifisch gewählte Parameter sind [80], (Gleichung 28):

$$\log a_T(T) = \frac{-C_1(T - T_0)}{C_2 + (T - T_0)}$$
(Gleichung 28)

2.3 Methoden zur Bestimmung der Modellparameter

2.3.1 Lubricated Squeeze Rheometer

Das Lubricated Squeeze Rheometer [14] erzeugt einen uni-axialen Druckspannungszustand, der einem reinen äqui-bi-axialen Zugspannungszustand entspricht. Dabei wird eine Kunststoffprobe zwischen zwei Druckplatten gespannt und in einem Silikonölbad erwärmt. Das Silikonöl dient neben der Probentemperierung auch als Gleitmittel zwischen Probe und Druckplatten, damit diese sich quasi reibungsfrei deformieren kann. Nur bei absoluter Reibungsfreiheit entspricht dies einem rein äquibiaxialen Zugspannungszustand. Während die Platten mit konstanter Verfahrgeschwindigkeit gegeneinander verpresst werden, wird der Weg und die benötigte Kraft aufgezeichnet.

Eine Fehlerquelle stellt die Ausbildung eines Silikonölpolsters zwischen Probe und Druckplatte dar, das sich in seiner Dicke mit fortlaufender Versuchsdurchführung ändert. Dies hat eine nicht-konstante Abweichung des Messergebnisses zur Folge. Durch die experimentelle Anordnung sind nur kleine Dehnraten und kleine Deformationen möglich. Aus diesem Grund ist diese Methode nur bedingt für die Ermittlung von Thermoformkennwerten geeignet [19]. Abbildung 5 zeigt Versuchsaufnahmen des Lubricated Squeeze Rheometers vor Versuch und nach Versuchsstart mit einer deformierten Probe [47].



Abbildung 5: Lubricated Squeeze Rheometer [47]

2.3.2 Bubble Inflation Rheometer

Eine dem Thermoformen oder Blasformen ähnliche Deformation ist die des Bubble Inflation Rheometer (BIR) (Abbildung 6) [81]. Sie entspricht quasi dem Vorblasen der Folie vor Verstrecken und Ausformen in der Kavität. Hier wird eine flächige Probe kreisrund geklemmt, erhitzt und frei mittels Luft oder eines Mediums aufgeblasen. Über die Druckdifferenz von Aufblasdruck zu Umgebungsdruck und die zu messende Blasenhöhe, lassen sich über die geometrischen Beziehungen die Spannungen im Pol der Probe berechnen.



Abbildung 6: Prinzip des Bubble Inflation Rheometers [19]

Nachteil dieses Aufbaus ist die nicht-konstante wahre Dehnung und damit die Dehnrate, da die Steuerung des Volumenzuwachses sehr schwierig ist. Ebenfalls sind die genauen geometrischen Verhältnisse während der Blasenbildung nicht immer bekannt und Materialeigenschaftsschwankungen führen zu Fehlern [19]. Der Probeneinbau ist sehr aufwändig und mehrfache Messungen zur Bestimmung der Standardabweichung sehr zeitintensiv.

2.3.3 Membrane Inflation Rheometer

Als Weiterentwicklung des BIR wurde das Membrane Inflation Rheometer (MIR) entwickelt [28]. Damit lässt sich das wahre bi-axiale Dehnungsverhalten von Kunststoffen in Abhängigkeit der Temperatur und Dehngeschwindigkeit beschreiben. Die Apparatur besteht aus einem aufrecht stehenden zylindrischen Druckbehälter, an dem ein weiterer Zylinder mit kleinerem Durchmesser horizontal angeflanscht ist. Die Kunststoffprobe wird in Form einer ebenen, kreisrunden Membran zwischen dem horizontalen Zylinder und dem Druckbehälter eingespannt. Sowohl im Druckbehälter als auch im Zylinder befindet sich temperiertes Silikonöl. Während der Messung bewegt sich der Kolben im Zylinder in Richtung der Probe. Dabei verdrängt er das Öl und bläst die Probe auf. Die Probe wird an der Leitvorrichtung entlang geleitet und umgeformt. Während der Dehnversuche wird die Druckdifferenz gemessen und mit Hilfe eines Rechenalgorithmus und der berechneten Wanddicke im Pol der Probe das wahre Spannungs-Dehnungsverhalten bestimmt [19].



Abbildung 7: Prinzipskizze des Membrane Inflation Rheometer [28]

Der Nachteil dieser Messmethode liegt in der instabilen Geometrie und dem Effekt der Blasenausbildung (Aneurysma). Durch die nicht immer totale Haftung am Leitgitter und des Einschnürens der bereits aufgeblasenen Probe kann es zu erheblichen Messfehlern kommen. Außerdem ist es nur für bestimmte Kunststoffe geeignet [18].

2.3.4 Multi-axiales Dehnrheometer

Meissner entwickelte 1969 das multi-axiale Dehnrheometer (MAD) mit rotierenden Klemmen, bei dem eine Kunststoffprobe, gespannt zwischen acht kreisförmig angeordneten Klemmen, gedehnt werden kann [49]. Die Kunststoffprobe schwebt auf einem temperierten Stickstoffpolster, wird über dieses erwärmt und ist gleichzeitig reibungsfrei gelagert. Bei Versuchsbeginn rotieren die Klemmen und transportieren die Probe gleichmäßig aus dem Messraum heraus. Über die einzeln einstellbare Rotationsgeschwindigkeit der Klemmen kann die Probe in unterschiedlichen Dehnmoden deformiert werden. Durch Schneiden der bereits gedehnten Bereiche können ungehindert große Dehnungen erreicht werden. Mit reflektierenden Partikeln, die vor Beginn des Versuches auf die Oberfläche gestreut werden, lassen sich mit einer Kamera die lokalen Dehnungen aufzeichnen und über Kraftsensoren an den Klemmen die dazugehörigen Spannungen berechnen. *Meissner und Demarmels* realisierten zudem beliebige Spannungszustände mit unterschiedlichen Anordnungen der Klemmen [50].

Hachmann und *Öttinger* präsentierten eine Vielzahl von Messungen an PE- und PP-Typen [25]. Aufgrund der kleinen Kräfte der Klemmen sind jedoch nur Messungen im Schmelzebereich möglich. Messungen an Thermoformmaterialien im gummielastischen Bereich sind technisch kaum realisierbar.



Abbildung 8: Multi-axiales Dehnrheometer nach Meissner [19]

2.3.5 Instrumented Dart Test

Billon [11] entwickelte einen "Instrumented Dart Test", bei dem mit einer halbrunden Stempelspitze und einem kegelförmigen Schaft eine temperierte Kunststoffprobe deformiert wird. Dabei erfolgt die Kraftmessung und Wegmessung während der Deformation des Kolbens. Alle Versuche werden grundsätzlich mit geschmierter Stempelspitze durchgeführt, um eventuelle Reibungseinflüsse zu eliminieren. Dieser Versuchsaufbau und -ablauf ist ähnlich dem TMC-Aufbau.

Wesentliche Unterschiede liegen in der unkonventionell gewählten Stempelgeometrie und

der fehlenden Einflussparameteranalyse. Besonders die Reibungsproblematik kann zu erheblichen Fehlinterpretationen führen. Der Aufbau ist im Zusammenhang mit der Programmentwicklung T-Form3® entstanden. Er ist speziell auf das dort implementierte phänomenologische G'Sell Materialmodell abgestimmt. Der Messaufbau wird kaum noch verwendet [73].

2.3.6 Reckrahmen

Der Reckrahmen, entweder automatisiert oder ausgeführt als Folienstrecker, ist ebenfalls eine gut geeignete Methode der bi-axialen Kennwertermittlung. Hier werden punktuell eingespannte Proben in x- und y-Richtung in verschiedenen Dehnmoden gezogen und die dabei aufgebrachte Kraft an den Klemmen gemessen [48].

Nachteil dieser Apparatur ist die punktuelle Einspannung der Probe, die stark zum Einschnüren neigt. Eine Bestimmung der wahren Dehnung ist nur schwer möglich, da nur videooptisch eine Längenänderung verfolgt werden kann. Dies ist aufgrund der großen Deformation nur sehr aufwändig realisierbar. Bisher dient als Dehnungsmessung der zurückgelegte Klemmenweg. Die Einfachheit des Aufbaus ist jedoch Grund für die weite Verbreitung.



Abbildung 9: Schematische Darstellung eines Reckrahmens [19]

Um die Einschnürproblematik der Klemmen zu reduzieren, entwarf *Schmachtenberg* [78] eine entsprechende Probengeometrie (Abbildung 10), die es ermöglicht, exakte bi-axiale Spannungszustände mit einem Reckrahmen zu erzeugen. Durch den dickeren Rand dieser Probe und den abgesetzten, dünneren Kern, kann die Einschnürproblematik deutlich reduziert werden.



Abbildung 10: Probengeometrie nach Schmachtenberg [78]

3 Materialien und Simulationsgrundlagen

3.1 Verwendete Materialien und Ausgangszustand

Die Versuche in dieser Arbeit werden an einem amorphen Kunststoff, Polystyrol, und einem teilkristallinen Kunststoff, Polypropylen, durchgeführt. Sie wurden unter dem Gesichtspunkt der häufigen Verwendung als typische Materialien für thermogeformte Produkte ausgesucht.

Als Materialien für den Umformkörper finden gefüllte Thermoplaste Verwendung, die als gängige Oberstempelmaterialien beim Thermoformen eingesetzt werden. Alle zur Untersuchung verwendeten Deformations- und Reibkörper sind bei der Herstellung auf eine gleiche Oberflächengüte gefertigt worden.

3.1.1 Amorphe und teilkristalline Probekörper

3.1.1.1 Polystyrol

Polystyrol (PS) ist mit einem Jahresverbrauch von ca. 10,5 Mio. Tonnen in 2001 einer der wichtigsten Verpackungswerkstoffe. In Europa werden 40% aller PS für formstabile Verpackungen verwendet [75]. Reines Polystyrol ist ein harter, steifer und spröder Kunststoff. Es hat einen brillianten Oberflächenglanz, ist durchsichtig und besitzt eine gute Beständigkeit gegenüber Säuren, Laugen und Alkohol. Aufgrund seiner geringen Zähigkeit ist es für das Thermoformen nicht geeignet.

Durch Copolymerisation mit Kautschukpartikeln lässt sich aus reinem Polystyrol ein schlagzähes Copolymer herstellen (HI-PS), welches die notwendigen Eigenschaften wie Zähigkeit, Schlagzähigkeit und Dehnbarkeit für das Thermoformen besitzt. Seine guten Verarbeitungseigenschaften und sein günstiger Preis haben zu einer großen Verwendung bei den Verpackungsmaterialien beigetragen. Das in dieser Arbeit verwendete Polystyrol ist ein super high-impact modifiziertes Polystyrol von Atofina mit der Bezeichnung 935E.

Zur thermischen Charakterisierung des Ausgangszustandes wurde eine Dynamic-Scanning-Calorimetry-Messung (DSC) durchgeführt. Diese gibt Aufschluss über die thermische Vorgeschichte des Materials. Amorphes Polystyrol wird oberhalb der Glasübergangstemperatur umgeformt. Üblicherweise liegt die Umformtemperatur zwischen 120 bis 160°C [36].

Die Messungen wurden mit einem Mettler Toledo Kalorimeter durchgeführt. Die Probe wurde mit 12mg eingewogen und mit einer Heizrate von 10°C/min von 0 auf 200°C erhitzt. In Abbildung 11 ist der zweite Lauf dargestellt. Die Glasübergangstemperatur T_g wurde mit dem Mittelpunkt zwischen Onsettemperatur und extrapolierter Peaktemperatur bestimmt. Tabelle 2 zeigt die wesentlichen Stoffdaten der HI-PS Proben.



Abbildung 11: DSC von HI-PS mit Tg und Umformbereich
Tabelle 2: Stoffeigenschaften von HI-PS

Polystyrol (HI-PS) – Atofina 935E				
Mechanische Eigenschaften				
Kennwert	Wert	Norm		
Zug E-Modul	1600N/mm ²	DIN EN ISO 527-2		
Zugfestigkeit	16,4N/mm ²	DIN EN ISO 527-2		
Dehnung bei Zugfestigkeit	1,3%	DIN EN ISO 527-2		
Bruchspannung	17N/mm ²	DIN EN ISO 527-2		
Bruchdehnung	> 50%	DIN EN ISO 527-2		
Schubmodul	s. Abbildung 48	ASTM D-4065		
Thermische Eigenschaften				
Eigenschaft	Wert	Norm		
Glasübergangstemperatur	96°C	-		
Vicat Erweichungstemperatur	91°C	ASTM D-1525		
Schmelzindex	3,7 g/10min.	ASTM D-1238		
Umformbereich	120 – 160°C	-		

3.1.1.2 Polypropylen

Polypropylen (PP) ist mit 10 Mio. verarbeiteten Tonnen in 2001 [12] nach Polystyrol einer der wichtigsten Kunststoffe für die Verpackungsindustrie. Für Verpackungen und Behälter ist es insbesondere wegen seiner großen Deformierbarkeit und seiner chemischen Beständigkeit gut geeignet. Aufgrund seines engen Haupterweichungsbereiches und somit kleinen thermischen Verarbeitungsfensters bei der Thermoformung, sind die Anforderungen an Prozesssicherheit und Prozessführung sehr hoch [39]. Gezielte Modifikation zur Eigenschaftsverbesserung hinsichtlich niederer Schmelzpunkte, breiterer Erweichungsbereiche, höherer Transparenz und größerer Dehnfähigkeit sind die Folge.

Die mechanischen, optischen und thermischen Eigenschaften von Polypropylen hängen stark von der molekularen Struktur, der thermischen Vorgeschichte sowie den Herstellbedingungen, wie Katalysatorsystem und der Prozessführung ab. PP ist ein teilkristalliner Thermoplast und seine Kristallisationsfähigkeit und sein Kristallinitätsgrad werden wesentlich durch die Taktizität der molekularen Kette bestimmt. Üblich ist eine regelmäßige isotaktische Anordnung (iPP), (Abbildung 12) mit ca. 5% ataktischen Anteilen.



Abbildung 12: Strukturformel von isotaktischem Polypropylen

Die Copolymerisation des isotaktischen Polypropylens mit alpha-Olefinen ist eine Möglichkeit, um Eigenschaften wie Schmelzpunkt, Kristallinität oder Transparenz gezielt einzustellen. Abbildung 13 zeigt die Strukturformel für ein copolymerisiertes PP mit 1-Penten. Der Fisher-Tropfsch Prozess ermöglicht die Herstellung von solchen Copolymerisaten [72]. Das in dieser Arbeit verwendete PP ist ein kommerzielles nukleiertes, statistisch copolymerisiertes Polypropylen mit 5% 1-Penten von SASOL Polymers.



Abbildung 13: Strukturformel von statistisch copolymerisiertem Polypropylen

Die statistische (random) Copolymerisation mit 1-Penten führt zu einer unregelmäßigen Verteilung der Seitengruppen im Polymer und verringert den Kristallisationsgrad. Das spezifische Volumen wird erhöht. 1-Penten-Gruppen erzeugen zudem eine höhere Kettenbeweglichkeit, was sich auf die größere Dehnbarkeit auswirkt. Die Seitengruppen behindern die Kristallisation, die Kristallamellen werden dünner mit der Folge eines niedrigeren und breiteren Schmelzpunktes [37]. Abbildung 14 zeigt die DSC-Messung und den Umformbereich von PP. T_m ist bei komplett aufgeschmolzenen Kristallen erreicht. Die wesentlichen Stoffeigenschaften sind in Tabelle 3 zusammengestellt.



Abbildung 14: DSC von PP mit T_m und Umformbereich

Tabelle	3:	Stoffeigenschaften von	PP

Polypropylen 5% 1-Penten – Sasol				
Mechanische Eigenschaften				
Kennwert	Wert	Norm		
Zug E-Modul	1040N/mm ²	DIN EN ISO 527-2		
Streckspannung	28,5N/mm ²	DIN EN ISO 527-2		
Streckdehnung	11%	DIN EN ISO 527-2		
Bruchspannung	15,6N/mm ²	DIN EN ISO 527-2		
Bruchdehnung	> 300%	DIN EN ISO 527-2		
Schubmodul	s. Abbildung 59	ASTM D-4065		
Thermische Eigenschaften				
Kennwert	Wert	Norm		
Glasübergangstemperatur	-5°C	-		
Schmelztemperatur	157°C	-		
Vicat Erweichungstemperatur	136°C	ISO 306		
Schmelzindex	1,5g/10 min.	ASTM D-1238		
Umformbereich	130 – 145°C			

3.1.2 Deformationskörper und Reibkörper

Für das mechanische Vorstrecken der Kunststofffolie sind verschiedenartige Materialien wie Holz, Filz, Aluminium und Teflon im Einsatz [36]. Mit der Möglichkeit Kunststoffe hinsichtlich ihrer thermischen und mechanischen Eigenschaften zu modifizieren, sind zu den bisherigen Materialien geschäumte Thermoplaste und gefüllte Duroplaste hinzu gekommen. Für diese Arbeit sind zwei, entsprechend der verwendeten Kunststofffolie abgestimmte Deformationsmaterialen ausgesucht worden. Aus diesen Materialien ist der Deformationskörper und der Reibkörper hergestellt.

3.1.2.1 Hytac-B1X

Hytac-B1X ist ein syntaktischer Schaum mit thermoplastischer Matrix, die mit Glashohlkugeln gefüllt ist. Die thermoplastische Matrix ist ein Polyamid. Die Zähigkeit der Matrix und die geringe Wärmeleitfähigkeit der Glashohlkugeln ermöglichen eine geringe Oberflächenreibung und eine hohe Wärmeformbeständigkeit sowie Wärmeleitfähigkeit. Hytac-B1X wird für die Verarbeitung mit PP empfohlen [68]. Tabelle 4 zeigt einige Stoffeigenschaften von Hytac-B1X.

Tabelle 4: Eigenschaften von Hytac-B1X

Polymer	Therm. Leitfähigkeit	Spez. Wärmekapazität	Einsatztemperatur
	[W/m °C]	$[kJ/(kg \circ C)]$	[°C]
Hytac-B1X	0,18	1,8	bis 180

3.1.2.2 Hytac-W

Hytac-W besteht aus einer Duroplast-Matrix, die mit Glashohlkugeln gefüllt ist. Es hat eine sehr gute Formstabilität und ist bis zu Einsatztemperaturen von 180°C zu gebrauchen. Die thermische Leitfähigkeit ist wesentlich geringer als die des Hytac-B1X. Es wird für die Verarbeitung von PS empfohlen [68]. Die Stoffeigenschaften sind in Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 5: Eigenschaften von Hytac-W

Polymer	Therm. Leitfähigkeit	Spez. Wärmekapazität	Einsatztemperatur
	[W/m °C]	[kJ/(kg°C)]	[°C]
Hytac-W	0,11	1,76	bis 180

3.2 Der Reverse-Engineering Algorithmus zum Bestimmen der Modellparameter

Reverse-Engineering, beziehungsweise das Rückführen von Ergebnissen auf mögliche Ausgangsgrößen, ist eine Methode die in vielen technischen Bereichen Anwendung findet. Zum Beispiel können von Hand gestaltete Freiformflächen mittels optischer Abtastung in eine CAD-Daten-Oberfläche rückgeführt werden.

Das Generieren der Modellparameter für das Programm T-Sim® erfolgt ebenfalls mit einem Reverse-Engineering Algorithmus. Abbildung 15 zeigt schematisch den Ablauf des Algorithmus. Er basiert auf dem Vergleich der Kräfte auf den Deformationsstempel, die im Versuch gemessen werden und in der Simulation nachgestellt sind [43, 52].

Im ersten Schritt wird aus den bei unterschiedlichen Geschwindigkeiten durchgeführten Versuchen der Relaxationsmodul bzw. das Relaxationsspektrum bei jeder Temperatur separat an das K-BKZ Modell angepasst. Im zweiten Schritt werden die angepassten Relaxationsmodule der verschiedenen Temperaturen über die WLF-Gleichung verknüpft und die WLF-Konstanten bestimmt. Dies erfolgt iterativ, bis die gemessenen und simulierten Kraft-Weg-Kurven mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate ein Minimum ergeben und übereinstimmen.

Um die Funktionsweise des Algorithmus sicher zu stellen, wurden für beide Probekörper-Materialien die Modellparameter bestimmt, danach die Thermoform-Material-Charakterisierung in der Simulation nachgestellt und die dabei generierte Kraft auf den Stempel mit der von Accuform angepassten Simulation verglichen. Für beide Materialien ist eine gute Übereinstimmung vorhanden.



Abbildung 15: Reverse-Engineering Schema

3.3 Erstellen der Simulationsgrundlagen zur Verifikation

Alle Simulationen finden mit der T-Sim[®] Version 4.45 der Firma Accuform statt. T-Sim[®] ist in der Lage, den gesamten Thermoformprozess mit allen Prozessschritten, wie in Abbildung 1 dargestellt, zu simulieren.

Die Simulation einer Druckdifferenzumformung ist komplex, da die Druckhöhe und die Zeit der Druckbeaufschlagung einen sehr großen Einfluss haben. Diese können nur schwer gemessen werden. Zur Verifikation des Messaufbaus wird aus diesem Grund die reine Stempelumformung ohne nachfolgende Druckdifferenzumformung verwendet.

Als Deformationskörper wurde ein Stempel mit Durchmesser 30mm, Länge 40mm und Radius 15mm mit 1600 Elementen in AutoCAD® modelliert und in T-Sim® importiert, Abbildung 16. Die Unrundheiten haben keinen Einfluss und sind vernachlässigbar.



Abbildung 16: In T-Sim® verwendeter Stempel mit 1600 Elementen

Als Kunststoffhalbzeug ist ein quadratisches Viertel einer symmetrischen Platte von 25mm x 25mm direkt in T-Sim® modelliert worden, Abbildung 17.



Abbildung 17: In T-Sim[®] erstellter Probekörper

Es besteht aus 6700 Knoten und hat eine homogene Temperatur über der Dicke und Fläche. Als Iterationsschritte für die Berechnung ist 1ms als genügend kleiner Zeitschritt ausreichend. Dies ermöglicht eine genaue Rechnung in akzeptablen Zeiträumen.

4 Entwicklung und Einflussanalyse der Messaufbauten

4.1 Entwicklung und Einflussanalyse des TMC-Messaufbaus zur Bestimmung der Modellparameter

Der im Folgenden beschriebene Thermoform-Material-Charakterisierungs Messaufbau (TMC) ermöglicht es, durch eine begrenzte Anzahl einfacher Versuche, Materialkennwerte zu ermitteln, die die Datengrundlage zur Bestimmung der Modellparameter für die Thermoformsimulation bilden.

Das Grundprinzip des Messaufbaus ist das des instrumentierten Durchstoßversuchs nach DIN EN ISO 6603-02 [3]. Gemäß dieser Norm wird ein halbrunder Metallstempel mit einer konstanten Geschwindigkeit von 4,4m/s durch einen Probekörper gestoßen. Dabei werden Kraft und Weg aufgezeichnet und die Versuche hinsichtlich der maximalen Kraft, Energie bis Bruch und Bruchbild (zäh, zäh-spröd, spröd) ausgewertet (DIN EN ISO 6603-02, Anhang D). Die Geschwindigkeit ist konstant und die Temperatur wird üblicherweise von Raumtemperatur zu tiefen Temperaturen hin verschoben, um den zäh-spröd Übergang eines Kunststoffes zu ermitteln. Die Norm beinhaltet in der Erweiterung die reibungsbehaftete und reibungsfreie Versuchsdurchführung und geht auf diese Einflüsse im Anhang B ein.

Nachfolgend ist der entwickelte TMC-Messaufbau und Messablauf beschrieben. Die Einflussparameter und Störgrößen werden an teilkristallinem PP diskutiert.

4.1.1 Konstruktion und Entwicklung des TMC-Messaufbaus

In Anlehnung an den instrumentierten Durchstoßversuch ist das Grundprinzip des Messaufbaus eine temperatur- und zeitgesteuerte Deformation bzw. Umformung von plattenförmigen Probekörpern bei gleichzeitigem Messen von Kraft und Weg. Der gesamte Messaufbau ist auf einer hydraulischen Universalprüfmaschine des Herstellers MFL Systeme vom Typ HUS 1 montiert. Abbildung 18 zeigt eine Prinzipskizze des Messaufbaus mit den Signalflüssen von Kraft und Weg. Abbildung 19 zeigt den Maschinentisch mit beweglichem Kolben und umschließender Temperierkammer sowie die Steuerschränke und den PC zur Messdatenerfassung.



Abbildung 18: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus der TMC-Messung



Abbildung 19: TMC-Messaufbau montiert auf hydraulischer Universalprüfmaschine HUS

Die technischen Randbedingungen der Anlage erlauben eine maximale Verfahrgeschwindigkeit des Kolbens von 1m/s. Das Wegsignal von maximal 250 mm wird über einen induktiven Wegaufnehmer aufgezeichnet und in ein Speicheroszilloskop eingelesen. Parallel wird die benötigte Kraft zur Deformation mit einem Piezo-Kraftaufnehmer in der Stempelstange gemessen. Kraft und Weg werden synchron gespeichert. Erwärmt werden die Proben in der Temperierkammer, die den gesamten Deformationsaufbau umschließt. Sie verfügt über einen Temperaturbereich von -80°C bis +250°C bei einer räumlichen Temperaturgenauigkeit von ± 2 °C.

Die beiden Hauptfunktionsgruppen des Messaufbaus sind die Einspannvorrichtung der Proben sowie die Stempelstange mit Deformationskörper. Die Einspannvorrichtung besteht aus zwei Spannplatten, die die Kunststoffprobe durch eine aufgebrachte Kraft von drei symmetrisch angeordneten Kniehebelspannern in ihrer Position halten. Ein Nachfließen des Kunststoffes wird während der Umformung verhindert, indem die Spannplattenfläche mit verschiedenen Oberflächenstrukturen ausgeführt ist. Über Stellschrauben und Tellerfedern wird der Klemmabstand an die jeweilige Dicke des Probenmaterials angepasst.

Der Deformationsstempel ist auf die Stempelstange aufgeschraubt und mittels des Piezo-Kraftaufnehmers am feststehenden Kolben der oberen Traverse montiert. Die Relativbewegung von Stempel und Probe wird durch ein Bewegen der Probe samt Einspannvorrichtung erreicht (Abbildung 21). Abbildung 20 zeigt die skalaren Größen der Einspanndurchmesser D, Stempeldurchmesser d und Ziehtiefe s inklusive der variablen Probendicke.



Abbildung 20: Geometrische Verhältnisse der Einspannvorrichtung



Abbildung 21: Einspannvorrichtung

Die Piezo-Kraftmessung ist in Vorversuchen im beschleunigten Teil der Anlage und direkt in der Stempelspitze eingebaut gewesen. Kalibrierkurven ergaben, dass nicht die gesamte Deformationskraft über den Piezo-Kraftaufnehmer geflossen ist. Er muss die gesamte Deformationskraft messen und entsprechend in der Messkette eingebaut sein.

Die Massenträgheit und die daraus resultierende Fliehkräfte des beschleunigten Systems sind als störende Oszillationen über dem Kraftsignal zu sehen (Abbildung 22). Eine Auswertung dieses Signals ist nicht möglich, da kein genauer Nullpunkt zu setzen ist. Die Kraftmessung muss im ruhenden Teil des Aufbaus montiert sein.

Der Kraftsensor kann auf der MFL HUS1 nur an der oberen, ruhenden Traverse befestigt sein. Um eine ausreichende Ziehtiefe zu erhalten, muss die Stempelstange mindestens 200mm in die Temperierkammer reichen. Die Umformtemperatur für PS und PP ist über der maximalen Einsatztemperatur des Piezo-Kraftaufnehmers von 120°C (Tabelle 2, Tabelle 3). Um eine Überhitzung zu verhindern, muss dieser außerhalb der Temperierkammer betrieben werden.



Abbildung 22: Überlagerte Oszillationen auf dem Kraftsignal

Zwischen Kraftaufnehmer und Deformationsort sind 200mm Stahlstange und der Kunststoffstempel. Eine Kraftkalibrierung der Anlage ist erforderlich um sicher zu stellen, dass das elastische Verhalten der gesamten Stempelstange keinen signifikanten Einfluss auf die Kraftmessung hat. Dafür werden Kalibrierkurven erstellt, indem anstelle einer Kunststoffprobe eine Kraftmessdose eingespannt und die darauf wirkende Kraft mit der über den Piezo-Kraftaufnehmer fließenden Kraft verglichen wird.

Abbildung 23 zeigt die Kraftdifferenz von Messdose und Piezo-Kraftaufnehmer bis zu einer Maximalkraft von 2000N. Bei einer durchschnittlichen Verformungskraft von 500N beträgt die Abweichung 3N und kann vernachlässigt werden. Die relative Abweichung ist kleiner ein Prozent.



Abbildung 23: Kalibrierkurve der Deformationskraft

4.1.2 Beschreibung des Versuchsablaufs

Vor Versuchsstart wird die Temperierkammer auf die Versuchstemperatur erwärmt. Eine Mindestaufheizdauer gewährleistet die sich in der Kammer ausbildende homogene Temperatur mit dem minimalen Temperaturgradienten von 2°C. Probennahe Temperaturfühler und Kammertemperaturfühler ergeben als Mindestdauer 90 Minuten (Abbildung 24).

Nach Erreichen der Versuchstemperatur wird die Probe zwischen die Spannplatten eingelegt ohne die Kniehebel zu spannen. In diesem Zustand wird sie 10 Minuten erwärmt, um den ungleichmäßigen Schrumpf in x- und y-Richtung auszugleichen. Danach wird die Probe mit Hilfe der Kniehebel gespannt. Das kurze Öffnen der Türe hat einen Temperaturabfall zur Folge und muss durch eine weitere Heizzeit ausgeglichen werden. Auf eine gleiche Heizdauer ist unbedingt zu achten, da eine ungleiche Heizdauer zu großen Messabweichungen führt [5].



Abbildung 24: Aufheizkurven von Kammer und Einspannvorrichtung

Nach Versuchsstart fährt die Probe mit konstanter Geschwindigkeit nach oben und wird vom starr stehenden Stempel deformiert. Das Oszilloskop triggert und zeichnet das Wegund Kraftsignal synchron auf. Die gespeicherten Daten werden an den PC übertragen und als ASCII-File abgespeichert. Als Versuchsergebnis stehen Kraft-Weg-Kurven bei unterschiedlichen Temperaturen und Geschwindigkeiten zur Verfügung. Abbildung 25 zeigt schematisch eine solche Kurve. Nach Versuchende fährt der Kolben wieder in seine Ausgangslage zurück und die nächste Probe kann eingebaut werden. Zur Wanddickenbestimmung kann eine Probe bei eingefahrener Stempelstange abgekühlt und im formstabilen Zustand entnommen werden.

Abhängig von Temperatur und Geschwindigkeit entstehen verschiedene Kraft-Weg-Kurven. Zur Be- und Auswertung der Kurven sind Kennwerte notwendig. Für die folgende Einflussanalyse werden Kennwerte hinsichtlich der maximalen Deformationskraft F_{max} , der Verformung S_{max} bei F_{max} und der Verformung S_{Bruch} bei Bruch eingeführt. Diese Kennwerte sind in Abbildung 25 eingezeichnet.



Abbildung 25: Schematischer Kraft-Weg-Verlauf einer Deformation

4.1.3 Einflussanalyse der Deformationsparameter auf das Messergebnis

Um den Einfluss der Deformationsparameter auf die Kraft-Weg-Kurve zu quantifizieren, sind im Folgenden die Ergebnisse von Einflussanalysen und Parameterstudien zusammengefasst dargestellt. Ziel ist es, die Messeinstellungen für eindeutig zuordenbare Kraft-Weg-Kurven als Datengrundlage für das Reverse-Engineering zu definieren.

4.1.3.1 Deformationsgeschwindigkeit

Die experimentelle Bestimmung mechanischer Eigenschaften von Kunststoffen unterliegt einer Streuung. Es sind mehrere Versuche bei gleichen Bedingungen notwendig, um eine Genauigkeitsaussage machen zu können. Im Folgenden werden für alle Einstellungen mindestens drei Versuche zur statistischen Sicherheit durchgeführt.

Für die eindeutige Beschreibung der Zeitabhängigkeit im Reverse-Engineering sind Versuche bei mindestens drei sich deutlich unterscheidenden Geschwindigkeiten durchzuführen. Die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Streckgrenze bzw. Zugfestigkeit kann nach der Theorie von Eyring beschrieben werden [79]. Diese Theorie wird auf F_{max} übertragen (Gleichung 29):

$$F_{\text{max}} = F_0 \cdot e^{-\frac{v}{v_0}}$$
(Gleichung 29)

Zur Bestimmung des Einflusses der Geschwindigkeit auf F_{max} (Abbildung 25) sind Deformationsversuche über den Geschwindigkeitsbereich von 10 bis 1000mm/s durchgeführt worden. Die gemessene Kraft F_{max} ist logarithmisch über der Geschwindigkeit dargestellt, Abbildung 26.

Die exponentielle Abhängigkeit in der Form von (Gleichung 29) wird bestätigt. Dies bedeutet, dass mit logarithmisch zunehmender Deformationsgeschwindigkeit die Deformationskraft F_{max} nur linear ansteigt [15].



Abbildung 26: Geschwindigkeitsabhängiges Verhalten der Maximalkraft von PP

Um bei der Versuchsdurchführung im Rahmen der Messungenauigkeit und Standardabweichung eine eindeutig zuordenbare Kraft-Weg-Kurve zu jeder Geschwindigkeit zu erhalten, sind die Prüfgeschwindigkeiten auf 20, 200 und 500mm/s festgelegt.

Die Deformationsgeschwindigkeit hat zusätzlich Einfluss auf die Wanddickenverteilung der Proben. Dies liegt an den zeitlich unterdrückten Relaxationsvorgängen der Molekülketten bei hohen Deformationsgeschwindigkeiten. Der Einfluss ist vorwiegend in der Wanddicke der Probenspitze zu sehen, Abbildung 27.



Abbildung 27: Wanddickenverteilung unterschiedlich schnell deformierter Proben

4.1.3.2 Verarbeitung und Temperatur

Bei amorphen Thermoplasten ändert sich die Morphologie oberhalb der Glasübergangstemperatur nur wenig. Bei teilkristallinen Thermoplasten ergibt sich im Haupterweichungsbereich eine starke Änderung der Morphologie. Die Morphologie hat bei teilkristallinen Materialien einen starken Einfluss auf das mechanische Verhalten. Die Morphologie einer Probe wird wesentlich durch den Verarbeitungsprozess beeinflusst.

Die verwendeten PP-Proben sind im Spritzgussverfahren hergestellt. Ungleichmäßige und zu schnell abgekühlte Spritzgussproben zeigen im Polariskop Orientierungen und Eigenspannungen in der Probe. Diese haben einen Einfluss auf das mechanische Verhalten. Um diesen zu quantifizieren, sind Versuche mit spannungsfreien und spannungsbehafteten Proben durchgeführt worden.

Ein Tempern der Proben unter Formzwang bei 140°C für 1,5 Stunden und anschließendes langsames Abkühlen ergibt spannungsfreie Proben. Ein Großteil der thermischen Vorgeschichte ist damit ausgelöscht. Der Einfluss der Probenherstellung und das Tempern auf die Deformationsmessung zeigt Abbildung 28.



Abbildung 28: Einfluss der Herstellungsvorgeschichte von PP

Das Diagramm zeigt, dass sich der Verlauf bei beiden Proben zunächst gleicht. Die ungetemperte Probe versagt aufgrund der Eigenspannungen beim halben Dehnwert. Die Probenherstellung und damit verbundene Morphologie hat bei teilkristallinen Thermoplasten einen deutlichen Einfluss auf das Arbeitsaufnahmevermögen und die Kraft-Weg-Charakteristik.

DSC-Messungen (Abbildung 29) an getemperten und ungetemperten Proben zeigen den deutlichen Einfluss der Verarbeitung auf die Kristallinität und somit auf das Bruch- und Dehnungsverhalten. Bei dem hier vorliegenden PP steigt durch die durch das Tempern verursachte Nachkristallisation die Schmelzenthalpie von 95 auf 117 J/g.



Abbildung 29: Kristallinität nach unterschiedlicher thermischer Vorgeschichte

Hieraus folgt, dass Verarbeitungseinflüsse bei der Probenherstellung vor den Versuchen durch Tempern der Proben oder ausreichend lange Erwärmung in der Einspannung zu eliminieren sind. Um die notwendige Aufwärmtemperatur und Zeit zu bestimmen ist eine isotherme DSC-Messung hilfreich. Diese Messung zeigt, wann die Gefügeumwandlung vollständig abgeschlossen ist und gleiche Ausgangsbedingungen zur Deformation gegeben sind.

Abbildung 30 zeigt die isotherme DSC-Messung für PP bei 140°C und dass die Nachkristallisation nach ca. 10 Minuten abgeschlossen ist. Die PP-Proben werden vor der Deformation bei 150°C für 1,5 Stunden getempert und vor Versuchsstart für 15 Minuten bei Umformtemperatur erwärmt.



Abbildung 30: Isotherme DSC bei 140°C an PP

4.1.3.3 Stempelgeometrie

Aufgrund der geometrischen Stabilitätsprobleme anderer Messaufbauten, wie des Membrane Inflation Rheometer [18], muss der TMC-Messaufbau eine stabile Geometrie während der Deformation gewährleisten. Dies ist durch die stempelunterstützte Deformation möglich. Für das Reverse-Engineering ist eine geeignete Form des Deformationskörpers zu wählen. Geeignet bedeutet hier eine Geometrie, die [41]:

- mathematisch einfach beschreibbar ist,
- für die Thermoformung repräsentativ ist,
- einen stetig steigenden Kraftverlauf erzeugt,
- die Reibverhältnisse beim Thermoformen repräsentiert,
- eine vermessbare Probe nach Versuch liefert.

Vorversuche ergaben drei Geometrien, die zumindest teilweise die aufgestellten Kriterien erfüllen. Abbildung 31 zeigt den halbrunden, trapezförmigen und flachen Deformationsstempel. Um den qualitativen Verlauf der Kurven diskutieren zu können und die Eignung für das Reverse-Engineering festzustellen, sind Versuche und Messreihen mit diesen drei Stempelgeometrien untersucht worden.



Abbildung 31: Untersuchte Stempelgeometrien

Wie aus Abbildung 32 zu erkennen ist, unterscheiden sich die Kraft-Weg-Verläufe deutlich voneinander. In Tabelle 6 ist die Beurteilung der einzelnen Stempelgeometrien gegenübergestellt.



Abbildung 32: Kraft-Weg-Charakteristik von PP der verschiedenen Stempelgeometrien

Tabelle 6: Bewertung der einzelnen Stempelgeometrien

Kriterium	Halbrund	Trapez	Flach
Mathematisch	einfach	aufwändig	aufwändig
beschreibbar			
Gängige Form	gängige Form	gängige Form	keine gängige Form
Kraftverlauf	sanfter Einlauf und	steigt sehr stark und	steigt langsam und
	steigt stetig an	stetig an	stetig an
Reibverhältnisse	sehr gleichmäßig	Seiten gleichmäßig,	an Seiten und Spitze
		Spitze keine Reibung	keine Reibung
Probendeformation	sehr gleichmäßig	nicht gleichmäßig,	Ausstanzen der
		Abriss der Probe	Probe
Insgesamt geeignet	sehr gut	bedingt	nicht

Die bisherigen Untersuchungen zeigen, dass die halbrunde Stempelform die am besten geeignete für die Messungen ist. Die verschiedenen Stempelmaterialien haben zusätzlichen Einfluss auf den Kraftverlauf [33]. Weitere Untersuchungen zeigen, dass für die Deformation von Polypropylen Hytac-B1X und für Polystyrol Hytac-W sehr gut geeignet ist. Mit dieser Geometrie und dieser Materialpaarung finden alle weiteren Untersuchungen in dieser Arbeit statt.

4.1.3.4 Einspannvorrichtung

Die hohen Kräfte, die während der Deformation auf den Kunststoff wirken, müssen durch die Kniehebelspanner gehalten werden. Flache Einspannplatten können ein Rutschen der Probe nicht verhindern. Rauhe Oberflächen oder Nut- und Feder-Geometrien verhindern das Rutschen des Kunststoffs in der Einspannung. Verschieden dicke Kunststoffplatten benötigen unterschiedliche Spanngeometrien und ein Abreißen der Probe durch scharfkantige Fasen muss verhindert werden [7]. Abbildung 33 zeigt eine geeignete Geometrie für die Proben mit den Dicken 1,05 und 1,6mm.



Abbildung 33: Einspannplatten Nut-Feder für Materialien bis 2mm Dicke

Das Verhältnis von Stempeldurchmesser zu Kavitätsdurchmesser hat direkten Einfluss auf die Wanddickenverteilung. *Illig* [36] empfiehlt für den Abstand *a* zwischen Stempel und Werkzeug und Einspannung folgendes Verhältnis, wobei *d* die Foliendicke ist, (Gleichung 30):

$$a = 1,5 \cdot d + (1...bis...3mm) \tag{Gleichung 30}$$

Der Stempeldurchmesser ist auf 30mm festgelegt und bei einer Probendicke von 1,05 und 1,6mm ergibt das einen Kavitäts- oder Einspannabstand von 2,6 bis 5,4mm. Messreihen zeigen, dass ein optimaler Abstand bei 5mm liegt und der Einspanndurchmesser 40mm beträgt [64].

4.2 Entwicklung des Messaufbaus zur Stempelreibung

Die Reibung ist im Thermoformprozess einer der wichtigsten Einflussfaktoren [33]. Mit dem Oberstempel und dessen Oberflächenbeschaffenheit kann man entsprechend mehr oder weniger Material in die Kavität tiefziehen. Durch die Reibung lässt sich die Wanddickenverteilung signifikant beeinflussen. Beim Tiefziehen von Stahl ist die Messung der Reibung und deren Implementierung in die Simulation bereits erfolgt [65], wohingegen beim Tiefziehen von Kunststoffen noch Forschungsbedarf vorhanden ist.

Die Reibung zwischen Deformationskörper und Kunststoffprobe ist im bestehenden Versuchsaufbau ein wichtiger Einflussfaktor. Abbildung 34 zeigt beispielhaft die Auswirkung der Reibung auf die resultierende Wanddicke. Bei allen Proben sind Temperatur und Geschwindigkeit während des Versuchs jeweils gleich, das Stempelmaterial wurde variiert. Die Stempelmaterialien unterscheiden sich in Wärmeleitfähigkeit, Wärmekapazität und Oberflächenausprägung nach spanender Bearbeitung.



Abbildung 34: Reibungseinfluss des Deformationsstempel auf die Wanddicke von PP

Der Reibwert ist ein direkter Eingabeparameter in die Simulation. Deshalb muss er für den bestehenden Versuchsaufbau quantifiziert werden. Dies kann geschehen durch:

- totale Haftung
- totale Gleitung
- Bestimmen der Reibung

Untersuchungen einer Modifikation des Messaufbaus zur *totalen Haftung* ($\mu \rightarrow \infty$), haben keine zufriedenstellenden und reproduzierbaren Ergebnisse gebracht. Eine Modifikation hin zur *totalen Gleitung* $\mu = 0$, indem der Vorstreckstempel mit Silikonöl wie in [3, 11] geschmiert wird, haben zu erheblichen Fehlern beim Reverse-Engineering geführt [29]. Das sich nicht immer gleichmäßig ausbreitende Ölpolster und das Abreißen des Ölfilms bei großen Deformationen führt zu nicht konstanten Versuchsbedingungen. Die Bestimmung des Reibkoeffizienten ist eine mögliche Methode zur Quantifizierung. Dadurch kann in der Simulation mit realen Reibwerten gerechnet werden [16, 35].

Im Folgenden ist ein Messaufbau beschrieben, der es ermöglicht, den Reibkoeffizienten einer Kunststoff-Kunststoffpaarung unter Temperatur- und Geschwindigkeitseinfluss zu bestimmen.

4.2.1 Reibung von Kunststoff-Kunststoffpaarungen

Die Reibung von Kunststoff-Kunststoffpaarungen ist in der Literatur nur rudimentär beschrieben. Meist sind Reibwerte von Kunststoff gegen Stahl bei Raumtemperatur und nicht bei erhöhten Temperaturen veröffentlicht [23, 74]. Abhängigkeiten von Temperatur, Geschwindigkeit und Flächenpressung sind meist nicht bekannt.

Die ausschließliche Bestimmung des Gleit- oder Haftreibungskoeffizienten erweist sich als nicht ausreichend [34]. Beide Grenzwerte bilden nicht die gesamte Realität ab. Es ist nicht bekannt, bis zu welchem Grad Haft- oder Gleitreibung während der Umformphase zwischen Oberstempel und Halbzeug auftreten. Untersuchungen haben gezeigt, dass weder der Haftreibungskoeffizient noch der Gleitreibungskoeffizient zur Beschreibung ausreicht. Vielmehr ist die tatsächlich auftretende Reibung eine Mischung aus beiden Reibarten [34].

Die in der Thermoformsimulation mit T-Sim® verwendete Beschreibung der Reibung erfolgt durch die Coulomb'sche Beziehung wie sie in [45] verwendet wurde, (Gleichung 31):

$$\mu = \frac{F_R}{F_N} = \tan \alpha \qquad (Gleichung 31)$$

(Gleichung 31) beschreibt weder eine Geschwindigkeits- noch Temperaturabhängigkeit vom Reibwert μ . Experimentelle Studien haben gezeigt, dass die Reibung einer Kunststoff-Kunststoffpaarung extrem von der Temperatur und teilweise von der Geschwindigkeit abhängt [16].

Stand der Technik und die entsprechenden Begriffsdefinitionen der bestehenden Messaufbauten [23, 45] sind die Vorlagen aus den existierenden Normen DIN 53375 [1] und ASTM D 1894-1895 [2]. Reibungsuntersuchungen basieren generell auf dem Ansatz, dass eine Kraft, die eine Bewegung eines Körpers einzuleiten vermag, größer sein muss als die Haftreibungskraft, die auf den Körper wirkt. Ein Körper gelangt dann in eine Gleitbewegung und somit aus seinem statischen Gleichgewicht, wenn die anfängliche Haftreibung überwunden ist. Es wirkt die Gleitreibungskraft (Gleitreibung) [1].

Dieser grundsätzliche Bewegungsablauf und die Möglichkeit, die notwendigen physikalischen Größen während der Bewegung zu messen, ist im folgenden Messaufbau

realisiert.

Da die Reibung eine Systemeigenschaft ist und von den Randbedingungen des gesamten Messsystems abhängt, wird in dieser Arbeit lediglich der Reibkoeffizient abhängig von Temperatur und Materialpaarung bei konstanter Oberflächenrauhigkeit betrachtet. Geschwindigkeits- und oberflächenstrukturabhängige Versuche sind nur in einer ersten Studie durchgeführt [16, 35] und werden nicht näher betrachtet.

4.2.2 Entwicklung des Messaufbaus und theoretische Beschreibung

Als Messaufbau dient ein Torsionsrheometer zur Dynamisch Mechanischen Analyse (DMA) RDSII/800 von Rheometrics Scientific. Sollgrößen, die aufgebracht werden können, sind die Normalkraft F_N der oberen Probenhalterung und die Art der Auslenkung der unteren Probenhalterung. Die Normalkraft kann konstant gehalten werden, da sie üblicherweise zur Messung des Längenausdehnungskoeffizienten verwendet wird. Normalerweise wird sinusförmig oder sprungartig ausgelenkt. Im hier vorliegenden Modus rotiert der Probekörper mit konstanter Kreisfrequenz jeweils im Rechts- und Linkslauf. Abbildung 35 zeigt die schematische Darstellung des Versuchsaufbaus.



Abbildung 35: Reibmessaufbau auf RDSII

In die obere Klemme wird der auf den entsprechenden Einspanndurchmesser angepasste Oberstempel eingespannt. Der Oberstempel hat eine Reibfläche mit einem Durchmesser von 20mm.

In der unteren Klemme wird ein Spannaufsatz montiert, der die rechteckige Halbzeugprobe vertikal und horizontal hält. Die 40mm x 40mm große Probe wird auf einem elastischen Schaum im Spannaufsatz geklemmt. Dieser gewährleistet die Planparallelität der Halbzeugoberfläche zur Oberstempelreibfläche und reduziert die aufgrund ungenügender Planparallelität auftretenden Oszillationen über dem Messsignal. Die zur Reibung freie Materialfläche hat den Durchmesser 30mm. Eine vollständige Überdeckung der Reibfläche ist gewährleistet. Die Proben sind aus den Mittenbereichen der Folienbahnen entnommen und es wurde darauf geachtet, dass die Oberfläche nicht beschädigt ist. Die gesamte Probenhalterung wird von der Temperierkammer umschlossen und auf die eingestellte Versuchstemperatur erwärmt. Bis zur vollständigen Erwärmung der Probe sind mindestens 15 Minuten zu warten.

Die Messgrößen des Versuchs sind die Normalkraft F_N , Kreisfrequenz ω , die Auslenkung $\varphi = \omega t$, sowie das Mitnahmemoment M der oberen Probenhalterung. Aufgrund der bekannten geometrischen Beziehungen des Versuchsaufbaus ist es möglich, die noch fehlende Reibkraft F_R zu berechnen. Notwendig sind dazu der Radius r des Stempelmaterials. Die Hebelverhältnisse der an der Reibfläche angreifenden und resultierenden Kraft sind in Abbildung 36 dargestellt.

Der Reibungskoeffizient μ berechnet sich dann unter Verwendung des Hebelgesetzes mit $M = r \cdot F_R$ wie folgt, (Gleichung 32):

$$\mu = \frac{F_R}{F_N} = \frac{M}{r \cdot F_N} \tag{Gleichung 32}$$

Der Messaufbau hat aufgrund der gewählten plattenförmigen Anordnung einen Geschwindigkeitsgradient über dem Radius. Ein Stift-Scheibe-Aufbau reduziert diesen Gradienten, liefert aber ein zu geringes Messsignal. Als Korrekturfaktor und Hebellänge wird mit dem Radius der mittleren Flächen gerechnet. Die korrigierte Gleichung zur Berechnung des Reibungskoeffizienten lautet, (Gleichung 33):

(Gleichung 33)

$$\mu_{korr} = \frac{3}{2} \cdot \frac{M}{r \cdot F_N}$$



Abbildung 36: Hebelverhältnisse der Reibfläche

4.2.3 Diskussion der Messergebnisse

Für die Versuche mit Polystyrol wurde der Reibkörper aus Hytac-W, für die mit Polypropylen der Reibkörper aus Hytac-B1X verwendet. Beide haben die gleiche Oberflächenrauhigkeit. Die Rotationsgeschwindigkeit beträgt 0,328Hz und repräsentiert eine mittlere Reibgeschwindigkeit von 20 mm/s, welche der langsamen Umformgeschwindigkeit des **TMC-Messaufbaus** Versuche entspricht. mit unterschiedlichen Reibgeschwindigkeiten haben ergeben, dass diese keinen signifikanten Einfluss auf den Reibwert haben und deshalb nicht weiter untersucht werden müssen [35].

Um Einflüsse der Drehrichtung und der Oberflächeneinlaufspuren zu vernachlässigen, wurde aus vier Messungen, jeweils zwei im Uhrzeigersinn und zwei gegen den Uhrzeigersinn, der Mittelwert berechnet. Der gemittelte Reibkoeffizient μ in Abhängigkeit der Temperatur, jeweils für den statischen und dynamischen Fall ist für PP Abbildung 37 gezeigt.



Abbildung 37: Haft- und Gleitreibungswerte über der Temperatur für PP vs. Hytac-B1X

Wie aus Abbildung 37 ersichtlich ist, ist der Gleitreibungskoeffizient erwartungsgemäß niedriger, als der Haftreibungskoeffizient. Mit steigender Temperatur steigen beide Koeffizienten an und bilden am Schmelzpunkt ein Maximum. Der Reibwertverlauf ist analog dem des *tan* δ der Schubmodulmessungen, welcher ein Maß der inneren Reibung ist. Der Oberstempel ändert seine Oberflächeneigenschaften mit zunehmender Temperatur nicht. Der zunehmende Reibwert ist durch die sich ändernden Dämpfungseigenschaften und Oberflächeneigenschaften der Halbzeugprobe verursacht.

Mit zunehmender Temperatur ändert sich die Viskosität und die Oberflächeneigenschaften des Halbzeuges. [74] erklärt dies durch sich ändernde Oberflächenstrukturen durch Kristallisationsänderungen an der Oberfläche. Hierzu kann keine definitive Aussage getroffen werden. Die Annahme der Kristallisationsänderung und Viskositätszunahme als dominierenden Faktor bei der Reibwerterhöhung ist sehr wahrscheinlich.

Die Ergebnisse von Polystyrol (Abbildung 38) zeigen einen stark zunehmenden Haft- und Gleitreibungswert ab der Glasübergangstemperatur ($T_g \sim 96^{\circ}$ C). Ab einer Versuchstemperatur von 140°C ist keine Messung der Haftreibung mehr möglich und die Gleitreibung sinkt mit zunehmender Temperatur. Polystyrol haftet sehr stark bei Temperaturen oberhalb T_g . Es liegt die Vermutung nahe, dass ab 140°C die Probe

vollständig an der Reibfläche haftet und als Messergebnis bei höheren Temperaturen die Scherung der Probe gemessen wird. Dies kann mit der abnehmenden Gleitreibung bei zunehmenden Temperaturen begründet werden.

Die genauen Zahlenwerte der Reibwerte für die Simulation sind in Tabelle 7 aufgelistet.

Die genauen Haft- und Gleitreibungswerte sind lediglich eine Annäherung an den Reibfaktor, der bei der Umformung tatsächlich wirkt. Grundsätzlich stellt sich die Frage, welche Art von Reibung zwischen den Interaktionsflächen tatsächlich vorliegt. Einfluss von Oberflächenausprägungen sowie Scherung der Probe anstatt Gleitung auf dem Reibkörper konnten in ersten Untersuchungen nicht entdeckt werden. Für die Simulation und vor allem die Abschätzung der Auswirkung von Reibwert auf das Simulationsergebnis reicht die momentane Kenntnis aus [70].



Abbildung 38: Reibwert von PS vs. Hytac-W

Temperatur	Haftreibung	Gleitreibung		
[°C]	[-]	[-]		
	HI-PS			
130	2,6	1,3		
140	3,3	2,0		
150	-	1,5		
PP				
135	0,7	0,4		
140	0,9	0,5		
145	1,1	0,6		

5 Bestimmen der Modellparameter und Verifikation am Beispiel eines amorphen Thermoplasten

Im Folgenden werden die Modellparameter mit dem TMC-Aufbau für das K-BKZ Modell ermittelt. Aus den Kraft-Weg-Kurven werden mit Reverse-Engineering die Modellparameter für die Simulation erstellt. Mit der Simulation wird anschließend die Wanddicke des Bauteils vorhergesagt.

Zum Vergleich werden mittels Torsionsschwingversuchen im Platte-Platte Modus ebenfalls die Parameter für das K-BKZ Modell bestimmt. Mit Zugversuchen bei Umformtemperatur wird die Dämpfungsfunktion für große Dehnungen angepasst. Mit den alternativen Modellparametern wird eine Simulation durchgeführt und die Wanddickenverteilung bestimmt.

Mit dem TMC-Aufbau wird bei der Umformtemperatur von 140°C und der Umformgeschwindigkeit 20mm/s eine Probe deformiert, abgekühlt, entformt und die Wanddicke vermessen. Beide in der Simulation bestimmten Wanddicken werden mit der tatsächlichen verglichen und diskutiert.

5.1 Bestimmen der Modellparameter mittels TMC

5.1.1 Messen der Kraft-Weg-Kurven mittels TMC

Rechteckige Platten aus HI-PS mit einer Dicke von 1,05mm werden mit einer Geschwindigkeit von 20, 200 und 500mm/s und einer Temperatur von 130, 140 und 150°C umgeformt. Die Proben werden 10 Minuten im ungespannten Zustand erwärmt, um den entstehenden Schrumpf auszugleichen. Nach dem Spannen über die Kniehebel werden die Proben nochmals 5 Minuten erwärmt, um ein homogenes Temperaturfeld zu gewährleisten. Bei jeder Versuchseinstellung werden mindestens drei Proben zur statistischen Sicherheit geprüft. Tabelle 8 zeigt die genauen Messeinstellungen.

	Tabelle	8:	Messeinstellungen	bei	HI-	PS
--	---------	----	-------------------	-----	-----	----

Deformationsgeschwindigkeit	20, 200, 500mm/s
Umformtemperatur	130, 140, 150°C
Aufheizzeit	10 + 5 min
Plattenmaterial	HI-PS
Stempelmaterial	Hytac-W, poliert
Max. Verstreckweg	100mm

Abbildung 39 zeigt exemplarisch den Kraft-Weg-Verlauf bei Umformtemperatur von 140°C in Abhängigkeit der Umformgeschwindigkeit. Deutlich ist der Geschwindigkeitseinfluss auf die Deformationskraft zu sehen. Gemäß dem Verhalten von Kunststoffen nimmt mit zunehmender Umformgeschwindigkeit die zur Umformung notwendige Kraft zu. Bei hohen Verstreckungen im Bereich ab 40mm Deformationsweg treten leichte Stick-Slip-Effekte, der Wechsel von Haft- zu Gleitreibung und umgekehrt, auf. Diese sind aufgrund des stark klebenden Verhaltens von Polystyrol zu erwarten und haben keinen weiteren Einfluss [31].



Abbildung 39: Geschwindigkeitsabhängige Kraft-Weg-Kurven von HI-PS bei 140°C

Abbildung 40 zeigt den temperaturabhängigen Kraft-Weg-Verlauf bei einer Umformgeschwindigkeit von 20mm/s. Obwohl alle Umformtemperaturen deutlich

oberhalb der Glasübergangstemperatur sind, ist noch ein starker Temperatureinfluss auf die Umformkraft zu sehen. Die Umformkraft nimmt mit steigender Temperatur erwartungsgemäß ab. Stick-Slip-Effekte sind bei tieferen Temperaturen zu sehen.



Abbildung 40: Temperaturabhängiger Kraft-Weg-Verlauf von HI-PS bei 20mm/s

5.1.2 Bestimmen der Modellparameter mit Reverse-Engineering

Aus den drei Kraft-Weg-Kurven bei einer Einstellung wird eine Mittelwertskurve erstellt und mit dieser gemäß dem Reverse-Engineering, Abbildung 15, die Parameter für das K-BKZ Modell ermittelt. Abbildung 41 zeigt den Vergleich von gemessenen und angepassten Kraft-Weg-Kurven, abhängig von der Geschwindigkeit. Abbildung 42 zeigt den Vergleich, abhängig von der Temperatur.

Die Anpassung mit Reverse-Engineering bei der Geschwindigkeitsabhängigkeit stimmt sehr gut überein, bei der Temperaturabhängigkeit zeigt die Kurve bei 130°C eine leichte Abweichung. Dies wird Auswirkungen auf die Genauigkeit der Zeit-Temperatur-Verschiebungsfaktoren haben.



Abbildung 41: Reverse-Engineering für HI-PS bei 140°C, geschwindigkeitsabhängig



Abbildung 42: Reverse-Engineering für HI-PS bei 20mm/s, temperaturabhängig

Der Reverse-Engineering Algorithmus erstellt eine ASCII Datei mit den Modellparametern, die in T-Sim® importiert wird. Um die einzelnen Modellparameter besser mit den rheologischen Messergebnissen zu vergleichen, sind in Tabelle 9 die Wertepaare des Relaxationsspektrums dargestellt:
Tabelle 9: Relaxationszeiten 1	und -stärken der	r einzelnen	<i>Maxwell-Paare</i> ,	TMC-Aufbau
--------------------------------	------------------	-------------	------------------------	------------

$\lambda_i [s]$	G_i [Pa]
0,01	286.800
0,1	155.200
1	109.500
10	96.500
100	6

Für das Anpassen der Daten wurde das K-BKZ Modell mit der Wagner-II Dämpfungsfunktion verwendet. Die Dämpfungsparameter und WLF-Konstanten bei der Referenztemperatur von 140°C sind in Tabelle 10 dargestellt.

Tabelle 10: Dämpfungsfunktionen und WLF-Konstanten ermittelt mit Reverse-Engineering

Dämpfungsfunktion	$\alpha = 0,5$	$\beta = -0,005$
WLF-Konstanten	$C_1 = 6,7$	$C_2 = 64,2^{\circ}C$

5.2 Bestimmen der Modellparameter mit rheologischen Methoden

Die Bestimmung der K-BKZ Parameter anhand rheologischer Messmethoden wird mittels Torsionsschwingversuchen im Umformbereich durchgeführt. Aus den frequenz- und temperaturabhängigen Steifigkeiten der DMA-Versuche werden das Relaxationsspektrum und die Zeit-Temperatur-Verschiebungsfaktoren bestimmt. Die Dämpfungsfunktion wird mit temperierten Zugversuchen ermittelt.

5.2.1 Ermitteln des Relaxationsspektrums durch Torsionsschwingversuche

Die experimentelle Bestimmung des Relaxationsspektrums $H(\lambda)$ ist anhand der DMA und einer anschließenden numerischen Approximation möglich [8]. *Halasz* [27] gibt eine gute Übersicht über die verschiedenen Methoden und die Aussagekraft der Approximation. Wichtig ist, dass die Abweichungen bei der Bestimmung sehr groß sein können und wesentlich von der Anzahl der gewählten Maxwell-Elemente abhängen. Aus diesem Grund ist die Anzahl der Wertepaare als zusätzliche Variable zu führen [8]. Im Folgenden wird die Approximation in Anlehnung an die Methode nach Baumgärtel und Winter [8] und der Alfrey-Näherung [13] durchgeführt und das Relaxationsspektrum berechnet.

Als experimentelle Grundlage dient ein Temperatur-Frequenz-Sweep im relevanten Umformtemperatur- und Umformgeschwindigkeitsbereich. Alle Torsionsschwingversuche sind auf einem Torsionsrheometer RDS-II der Firma Rheometrics Scientific im Platte-Platte-Modus mit einer Probenkörpergeometrie von 25mm Durchmesser und 1mm Spaltabstand durchgeführt. Die Messtemperaturen sind von 130-160°C in 10°C Schritten variiert worden. Die Frequenzen sind in Schritten von 0,34 bis 345 rad/s gestaffelt, die Deformationsamplitude betrug 0,2%. Vor jeder Messung wurde das System drei Perioden eingeschwungen, um vor allem bei den hohen Frequenzen eine gute Messgenauigkeit zu erzielen. Die Probe und Kammer wird während des Versuchs mit Stickstoff gespült, um eine oxidative Degradation zu vermeiden. Als Ergebnis wird der Schubmodul G' und der Verlustmodul G'' abhängig von Temperatur und Belastungsgeschwindigkeit ausgewertet. Abbildung 43 zeigt die bereits zu einer Masterkurve geschobenen Einzelkurven bei einer Referenztemperatur von 140°C.



Abbildung 43: Masterkurven G' und G'' von HI-PS

G' und *G''* leiten sich aus dem diskreten Relaxationsspektrum (Gleichung 12) her, (Gleichung 34), (Gleichung 35):

$$G'(\omega) = \sum_{i=1}^{N} G_i \frac{\lambda_i^2 \omega^2}{1 + \lambda_i^2 \omega^2}$$
(Gleichung 34)

$$G''(\omega) = \sum_{i=1}^{N} G_i \frac{\lambda_i \omega}{1 + \lambda_i^2 \omega^2}$$
(Gleichung 35)

wobei G' der Speichermodul, G'' der Verlustmodul und ω die Kreisfrequenz ist.

Die Wertepaare G_i und λ_i für die Gedächtnisfunktion m(t-t') des K-BKZ Modells (Gleichung 14) werden analytisch über das Relaxationsspektrum $H(\lambda)$ bestimmt. Ferry stellt zur Berechnung von $H(\lambda)$ die Beziehung zu G'' anhand höherer Ableitungen dar [21]. Die Umrechung des kontinuierlichen Spektrums $H(\lambda)$ in ein diskretes Spektrum $H(\lambda_i)$ erlaubt einen direkten Vergleich mit G''. Hierfür muss der Zusammenhang zwischen kontinuierlichem und diskretem Spektrum in Anlehnung an die Methode von Baumgärtel und Winter [9] diskutiert werden.

Für das Diskretisieren von $H(\lambda)$ kann das kontinuierliche Spektrum in zeitliche Sektionen mit dem Mittelwert $H_i(\lambda_i)$ und dem zeitlichen Abstand λ_i^+ und λ_i^- aufgeteilt werden. Der Mittelwert $H_i(\lambda_i)$ repräsentiert ein Maxwell-Element, Abbildung 44.



Abbildung 44: Stufige Näherung des kontinuierlichen Relaxationsspektrums

Das komplette Spektrum wird mit der Summe mehrerer Elemente zu Zeiten λ_i dargestellt. Die Relaxationsstärke G_i wird bei entsprechenden logarithmisch äquidistanten Abständen zu (Gleichung 36):

$$G_{i} = \ln \sqrt{\frac{\lambda_{i+1}}{\lambda_{i-1}}} \cdot H(\lambda_{i}) = \ln a \cdot H(\lambda)$$
 (Gleichung 36)

Im einfachen Fall von ln(a) mit a = e wird G_i zu H_i . Unabhängig, ob a = e oder a = 10 gewählt wird, führt diese Methode zu einer ähnlich guten Anpassung der Moduln [53]. Es wird im Folgenden der Abstand a = 10 verwendet, (Gleichung 37):

$$G_i = \ln(10) \cdot H_i(\lambda_i) \approx 2.3 \cdot H_i(\lambda_i)$$
 (Gleichung 37)

Mit der *Alfrey Approximation* [4] wird vorausgesetzt, dass die höheren Ableitungen von *G*^{''} nur einen geringen Einfluss auf das Relaxationsspektrum haben. Es gilt dann die Näherung, (Gleichung 38):

$$H(\lambda) \cong \frac{2}{\pi} G''(\omega)_{|1/\omega=\lambda}$$
 (Gleichung 38)

(Gleichung 37) und (Gleichung 38) ergibt die Berechnung der Relaxationsstärke, (Gleichung 39):

$$G_i \cong \ln 10 \cdot \frac{2}{\pi} G''(\omega)_{|1/\omega=\lambda_i}$$
 (Gleichung 39)

Die berechneten Wertepaare des Relaxationsspektrums sind in Tabelle 11 dargestellt.

Tabelle 11: Wertepaare des Relaxationsspektrums von HI-PS

$\lambda_i[\mathbf{s}]$	G_i [Pa]
0,00159	709.300
0,0159	158.200
0,159	106.500
1,59	71.400
15,9	89.900

Um die Schlüssigkeit der Methode zu überprüfen, wird der Schubmodul durch die Wertepaare aus Tabelle 11 berechnet und mit den gemessenen Werten verglichen.

Abbildung 45 zeigt die sehr gute Übereinstimmung.



Abbildung 45: Vergleich zwischen gemessenem und berechnetem Schubmodul G'

5.2.2 Anpassen der Dämpfungsfunktion durch temperierte Zugversuche

Die Dämpfungsfunktion kann für den vorliegenden Fall nur in uni-axialer Dehnung bestimmt werden. Das Relaxationsspektrum wurde dagegen in Scherung bestimmt. Nach *Wagner* [76] ist eine in Scherung bestimmte Funktion nicht mit einer in Dehnung gemessenen Dämpfung verknüpfbar. *Nishioka* [51] und *Fulchiron* [22] haben gezeigt, dass die Funktionen für einfache Scherung und planarer, uni-axialer und bi-axialer Dehnung sehr nahe beieinander liegen. *Wagner* hält die Verwendung der ineinander überführbaren Parameter aus der Literatur für ausreichend und schlägt die Anpassung von experimentellen Zugversuchsdaten vor [77].

Für die Bestimmung der Dämpfungsfunktion werden Zugversuche durchgeführt und anschließend das K-BKZ Modell angepasst. Die bei amorphen Thermoplasten oberhalb von T_g zu erwartenden Kräfte sind sehr niedrig. Die Probengeometrie für Folienzugversuche mit einer größeren Probequerschnittsfläche hat sich als gut geeignet gezeigt.

Die Versuche wurden auf einer Zwick Universalzugprüfmaschine 1476 durchgeführt und

die Daten mit testXpert Version 10.0 ausgewertet. Die Versuchstemperatur entsprach der Umformtemperatur von 140°C. Da sich die Feindehnaufnehmer in das sehr weiche HI-PS eingraben, ist ein dehnungsgeregelter Versuch nicht möglich. Dadurch ist nur eine technische Dehnungsmessung zwischen den Einspannbacken möglich. Die Abzugsgeschwindigkeit beträgt 600mm/min und die gemittelte Dehnrate 0,04 1/s. Die gemessene technische Spannung und Dehnung wurde nach Versuchende in die wahre Spannung umgerechnet [61], (Gleichung 40):

$$\sigma_{wahr} = (1 + \varepsilon_{tech}) \cdot \sigma_{tech} \tag{Gleichung 40}$$

Die gemessene Kurve ist in Abbildung 46 dargestellt. Wie zu sehen ist, sind mäßige Oszillationen dem Kraftsignal überlagert. Eine überlagerte Stützkurve reduziert die Oszillationen ohne größeren Verlust der Information.



Abbildung 46: Zugversuchskurve von HI-PS bei 140°C, Ausgangsquerschnitt korrigiert

Die Anpassung der durch das K-BKZ Modell generierten Kurve hat in T-Sim® stattgefunden. Mit diesem Programm können die Spannungs-Dehnungs-Kurven mit dem K-BKZ Modell und der Dämpfungsfunktion dargestellt werden. Das Relaxationsspektrum wurde implementiert und die Dämpfungsparameter empirisch angenähert. Die Dämpfungsparameter ergeben sich zu $\alpha = 0,1$ und $\beta = -0,4$. Abbildung 47 zeigt die bei großen Dehnungen gute Übereinstimmung von gemessenem und angepasstem Zugversuch

bei 140°C. Es ist ebenfalls für die Temperaturen 135 und 145°C eine gute Übereinstimmung vorhanden [53].



Abbildung 47: Mit K-BKZ angepasste Zugversuche von HI-PS bei 140°C

5.2.3 Berechnen der Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten

Der für das Relaxationspektrum durchgeführte Temperatur-Frequenz-Sweep wird zugleich für die Bestimmung der Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten verwendet. Für amorphe und somit thermorheologisch einfache Materialien gilt das Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzip. Die Bestimmung des Verschiebungsfaktors a_T , Tabelle 12, erfolgt, indem die über der Frequenz aufgetragenen Schubmodulkurven entlang der Zeitachse, gemäß der Methode von Williams, Landel und Ferry verschoben werden, (Abbildung 48).

Tabelle 12: Dämpfungsfunktionen und WLF-Konstanten für HI-PS

Dämpfungsfunktion	$\alpha = 0, 1$	$\beta = -0.04$
WLF-Konstanten	$C_1 = 4,6$	$C_2 = 69,7^{\circ}C$



Abbildung 48: Einzelkurven und Masterkurve von HI-PS

5.3 Vergleich und Diskussion der Modellparameter

5.3.1 Relaxationsspektrum

Um die beiden Relaxationsspektren vergleichen zu können, wird der Relaxationsmodul mit den ermittelten Wertepaaren berechnet. Abbildung 49 zeigt, dass beide Moduln gut übereinstimmen. Die Abweichungen oberhalb von t = 25s können aufgrund der schnellen Umformgeschwindigkeit vernachlässigt werden.



Abbildung 49: Relaxationsmodul von HI-PS im Vergleich

5.3.2 Dämpfungsfunktion

Bei den ermittelten Parametern der Dämpfungsfunktionen sind beide Werte für β negativ. Das entspricht einer Dehnverfestigung des Materials. Dies ist in der Literatur für gewöhnliche Polystyrole so nicht beschrieben. Eine erfolgreiche Anpassung und Simulation ist ausschließlich mit negativen Werten möglich, [53].

Die Dämpfungsparameter der Reverse-Engineering Anpassung liegen nahe beim Wert 1 und steigen erst ab einer Dehnung von 200 Prozent leicht an. Dies entspricht nahezu keiner negativen Dämpfung bzw. Dehnverfestigung. Die mittels Zugversuchen bestimmten Werte beschreiben eine überproportionale Dehnverfestigung. Ab wenigen Prozenten Dehnung ist ein signifikanter Anstieg der Dämpfung zu beobachten, Abbildung 50. Dies beschreibt eine starke Dehnverfestigung.

Für die Abweichung der Dämpfungsfunktion kann zum einen die reibungsbehaftete Messmethode des TMC-Aufbaus sowie die Mischung von Dehn- und Schermodus verantwortlich sein. Die TMC-Messmethode hat einen realen Reibwert von $\mu = 3,3$, wobei das Anpassen mit Reverse-Engineering mit $\mu = 1$ durchgeführt wird. Für teilkristalline Kunststoffe hat dies keine Auswirkung [29], für amorphe Kunststoffe kann ein Anpassen der Kurven im Reverse-Engineering mit realem Reibwert zu besseren Ergebnissen führen.



Abbildung 50: Dämpfungsfunktionen für HI-PS im Vergleich

5.3.3 Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten

Die WLF-Konstanten ermittelt mit DMA und TMC stimmen gut überein, Abbildung 51. Die Verschiebefaktoren aufgrund der TMC-Messung weisen bei HI-PS eine stärkere Temperaturabhängigkeit auf. Dies ist in der Reverse-Engineering Anpassung in Abbildung 42 sichtbar geworden. Eine temperaturabhängige Simulation ist mit den Konstanten, bestimmt aus beiden Methoden, gut möglich.



Abbildung 51: WLF-Auftragung im Vergleich für HI-PS

5.4 Validieren der Modellparameter mittels Vergleich der Wanddicke

Für die Validierung wurden jeweils Simulationen mit den Modellparametern aus TMCund DMA-Versuchen sowie dem Haft- und Gleitreibungskoeffizienten durchgeführt.

Die Verifikation findet bei einer Umformtemperatur von 140°C und einer Deformationsgeschwindigkeit von 20mm/s statt. Diese deformierte Probe "IKP-Test" wird nach dem Abkühlen der Messanlage aus der Probenhalterung entnommen, getrennt und die Wanddicke vermessen. Abbildung 52 zeigt schematisch die erste und letzte Positionsnummer mit einer Schrittweite in Millimetern auf der Probe sowie die Unterteilung in die Bereiche Probenspitze, Probenseite und Probenrand. Der Probenrand ist von Position 0 bis 10, die Probenseite von Position 10 bis 40 und die Probenspitze von Position 40 bis 60.



Abbildung 52: Simulierter Tiefziehversuch mit Positionsnummern und Bereichen

5.4.1 Validieren mit TMC-Modellparametern

Abbildung 53 zeigt die Wanddickenverteilung der Probe "IKP-Test" gegenüber der vorhergesagten Wanddicke. Aus Symmetriegründen ist die Wanddicke von Position 0 bis 60 dargestellt. Tendenziell ist eine gute Übereinstimmung zu sehen.



Abbildung 53: Wanddickenverteilung des HI-PS Bauteil mit TMC

Zur vereinfachten Darstellung ist im Folgenden die Differenz zwischen der Wanddicke der Probe "IKP-Test" und der jeweils simulierten Wanddicke dargestellt, Abbildung 54. Eine positive Wanddickendifferenz bedeutet zu dick simuliert, eine negative Wanddickendifferenz zu dünn.



Abbildung 54: Wanddickendifferenz von HI-PS, verschiedene Reibwerte, TMC-Aufbau

Im Bereich Probenrand des mit Haftreibungswert simulierten Bauteils ist das Ausdünnen im Probenrand des Materials nicht gut vorhergesagt. Grund hierfür ist, dass in der Simulation die modellierte Platte in 2,5 Dimensionen dargestellt ist. Dies bedeutet ein Element über der Dicke mit freier Kontraktion bei planarer Dehnung. In der Realität klemmen die Spannplatten lediglich die Ober- und Unterseite der Platte. Aus dem Kern der Kunststoffplatte kann Material nach innen nachfließen.

Der Bereich Probenseite ist etwas zu dick simuliert. Hier ist ein stärkeres Ausdünnen des Bauteils der Fall. Grund dafür ist vermutlich das nachgeflossene Material aus dem gespannten Kernbereich. Die Probenspitze ist in ihrer Wanddicke und Dickenbereiche übereinstimmend vorhergesagt.

Bei den mit Gleitreibungswert simulierten Proben sind der Probenrand, die Probenseite und die Probenspitze weniger gut simuliert. Durch die geringere Reibung kann über die Probenspitze mehr Material in die Probenseite nachfließen.

Für die Simulation von HI-PS muss der Haftreibungskoeffizient verwendet werden. Eine gute Wanddickenvorhersage ist damit möglich.

5.4.2 Validieren mit DMA-Modellparametern

Die Simulation mit DMA-Modellparametern und Reibwert 3,3 zeigt das Ausdünnen des Materials im Probenrand nicht gut, Abbildung 55. Sehr gut wird das Ausdünnen der stark gedehnten Probenseite abgebildet. Die Probenspitze ist sehr gut, die Spitzenbreite unzureichend vorhergesagt. Die Simulation mit Reibwert 2 zeigt wie bei der TMC-Verifikation in allen Bereichen schlechtere Ergebnisse.



Abbildung 55: Wanddickenverteilung HI-PS Bauteil, verschiedene Reibwerte

Abbildung 56 zeigt die mit Haftreibungswert $\mu = 3,3$ simulierten Wanddicken der TMCund DMA-Parameter in der direkten Gegenüberstellung. Außer im Bereich Probenrand zeigen beide Simulationen eine gute Vorhersage. Die beste Aussagekraft ist die mit TMC-Aufbau bestimmten Modellparametern und Haftreibungswert gerechnete Wanddicke.



Abbildung 56: Wanddickenverteilung HI-PS, DMA vs. TMC

6 Bestimmen der Modellparameter und Verifikation am Beispiel eines teilkristallinen Thermoplasten

Analog zu der am Polystyrol durchgeführten Methodik wird der Ansatz auf teilkristalline Kunststoffe übertragen. Der wesentliche Unterschied zwischen amorphen und teilkristallinen Werkstoffen ist neben der Werkstoffart der kleine Temperaturbereich zum Umformen, der im Fall von Polypropylen nur ca. 15°C beträgt. Während großer Deformationen laufen zusätzliche Kristallisationseffekte ab, die einen Einfluss auf das mechanische Verhalten haben [26].

Nachdem der Ablauf an Polystyrol ausführlich beschrieben ist, wird im Folgenden nur noch auf die wesentlichen Unterschiede eingegangen.

6.1 TMC-Messungen und Reverse-Engineering

Proben aus Polypropylen mit einer Dicke von 1,6mm werden auf dem TMC-Aufbau mit einer Deformationsgeschwindigkeit von 20, 200 und 500mm/s und bei Temperaturen von 135, 140 und 145°C umgeformt. Die Proben werden vor dem Einbau unter Formzwang getempert. Tabelle 13 zeigt die Messeinstellungen.

Deformationsgeschwindigkeit	20, 200, 500 mm/s
Umformtemperatur	135, 140, 145°C
Aufheizzeit	10 + 5 min.
Plattenmaterial	РР
Stempelmaterial	Hytac-B1X, poliert

Tabelle 13: Messeinstellungen bei PP

Abbildung 57 zeigt exemplarisch die mit Reverse-Engineering angepassten Kraft-Weg-Kurven bei einer Umformtemperatur von 140°C für verschiedene Umformgeschwindigkeiten. Deutlich ist die zunehmende Kraft bei steigender Geschwindigkeit zu sehen. Abbildung 58 zeigt die angepassten Kraft-Weg-Kurven bei unterschiedlichen Temperaturen. Bei 145°C sind leichte Abweichungen von gemessenen und angepassten Kurven zu sehen.



Abbildung 57: Reverse-Engineering für PP bei 140°C



Abbildung 58: Reverse-Engineering für PP bei 20mm/s

Die mit Reverse-Engineering erzeugten Wertepaare des Relaxationsspektrums sind in Tabelle 14 dargestellt.

$\lambda_i [s]$	G_i [Pa]
0,01	959.600
0,1	125.600
1	340.600
10	662.700
100	0,02

Es wurde das K-BKZ Modell mit der Wagner-II-Dämpfungsfunktion verwendet. Die Dämpfungsparameter und WLF-Konstanten bei Referenztemperatur von 140°C sind in Tabelle 15 dargestellt.

Tabelle 15: Dämpfungsfunktionen und WLF-Konstanten ermittelt mit Reverse-Engineering

Dämpfungsfunktionen	$\alpha = 0,5$	$\beta = 0,045$
WLF-Konstanten	$C_1 = 0,8$	$C_2 = 13,2^{\circ}C$

6.2 Bestimmen der Modellparameter mit rheologischen Methoden

Eine Bestimmung des Relaxationsspektrums im für die Umformung relevanten Temperaturbereich ist an teilkristallinen Kunststoffen bisher in der Literatur nicht veröffentlicht. Der Grund ist unter anderem die Schwierigkeit der Temperaturverschiebung aus der amorphen niederviskosen Schmelze in den höherviskosen teilkristallinen Umformbereich, da PP nicht thermorheologisch einfach ist.

6.2.1 Ermitteln des Relaxationsspektrums durch Torsionsschwingversuche

Es werden Torsionsschwingversuche mit einem Rechteck-Stab der Geometrie von 10mm Breite, 4 mm Dicke und 40mm Länge auf dem Torsionsrheometer RMS II durchgeführt. Die Messtemperaturen sind im Bereich von 40 bis 150°C. Die Probe und Kammer wurden mit Stickstoff gespült, um eine oxidative Degradation zu vermeiden. Der Frequenz-Sweep wurde von 0,34 bis 345 rad/s gestaffelt, die Deformationsamplitude betrug 0,2% Dehnung. Als Ergebnis erhält man den Schubmodul *G*' abhängig von Temperatur und Belastungsgeschwindigkeit, Abbildung 59.



Abbildung 59: Temperatur-Frequenz-Sweep von PP mit Umformbereich

Die Referenztemperatur für die Bestimmung des Relaxationsspektrums ist die Umformtemperatur $T_{ref} = 140$ °C.

Um das Zeitfenster für den umformrelevanten Bereich aufzuweiten und die reduzierten Variablen einzuführen, werden die Daten zunächst entlang der Zeitachse zu einer Masterkurve geschoben. Voraussetzung für die thermorheologische Einfachheit und der Verschiebemöglichkeit ist, dass sich die Formen der zu verschiebenden Kurven gleichen müssen. Die Verschiebefaktoren müssen gleich sein und die innere Struktur des Materials darf sich nicht ändern [21].

Aus vorangehenden DSC-Messungen ist bekannt, dass sich die innere Struktur von PP im Bereich von Raumtemperatur zum Schmelzpunkt ändert. Aus diesem Grund wird für die weitere Berechnung der Temperaturbereich für die Umformung auf 135 bis 145°C beschränkt. Dies ermöglicht noch eine direkte Vergleichbarkeit zu den gewonnenen Ergebnissen mit dem TMC-Aufbau. Abbildung 60 zeigt die Masterkurve PP im Temperaturbereich von 136 bis 144°C.



Abbildung 60: Masterkurve PP

Der Relaxationsmodul der Maxwell-Darstellung ergibt sich aus folgenden Wertepaaren des Relaxationsspektrums, Tabelle 16.

Tabelle 16: Wertepaare des Relaxationsspektrums von PP

$\lambda_i[\mathbf{s}]$	G_i [Pa]
0,0289	515.000
0,289	470.000
2,893	420.000
28,93	366.500
289,3	306.500

6.2.2 Anpassen der Dämpfungsfunktion durch temperierte Zugversuche

Für die Bestimmung der Dämpfungsfunktion bei PP wurden Zugversuche bei einer Prozesstemperatur von 140°C durchgeführt und das K-BKZ Modell angepasst. Bei PP sind die zu erwartenden Kräfte höher als bei HI-PS und obwohl die Versuchstemperatur 8°C unter dem Schmelzpunkt liegt, kann die Dehnung mit einem Feindehnaufnehmer gemessen werden, ohne dass sich die Fühler eingraben.

Die Versuche wurden dehngeregelt durchgeführt und die Geschwindigkeit betrug

480mm/min. Die technische Spannung und Dehnung wurde nach Versuchende in die wahre Spannung umgerechnet.

Die gemessene Kurve ist in Abbildung 61 dargestellt. Die Übereinstimmung der bestimmten Kurve mit den Dämpfungswerten $\alpha = 0,5$ und $\beta = 0,005$ ist sehr gut.



Abbildung 61: Zugversuchskurve von PP bei 140°C und Anpassung

6.2.3 Berechnen der Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten

Das Verhalten von PP im Bereich der Schmelztemperatur ist nur bedingt thermorheologisch einfach. Dennoch sind die Verschiebungsfaktoren a_T zu bestimmen, um im schmalen Bereich der Umformung eine Anpassung durchzuführen. Betrachtet man den WLF-Verlauf von der Schmelze kommend in den gummielastischen Bereich einlaufend, ist sofort ersichtlich, dass weder WLF noch Arrhenius Beziehungen dies abbilden können.

Voruntersuchungen haben gezeigt, dass die vereinfachte Darstellung der WLF-Beziehung aus Gleichung 13 nicht ausreicht. Vielmehr entsteht bei der jeweiligen Referenztemperatur der Messung eine Singularität und ist somit nicht definiert. Meist sind die bestimmten Konstanten negativ ($C_1 = -61$ und $C_2 = -23$ °C). Dies zeigt sich in Instabilitäten bei der Simulation. Durch den Zwang positive Konstanten zu ermitteln, liegen die Werte mit $C_1 =$ 32160 und $C_2 = 11550$ °C sehr hoch. Die Temperaturabhängigkeit wird trotzdem gut abgebildet. Die dazugehörenden Konstanten sind in Tabelle 17 dargestellt.

Tabelle 17: WLF-Konstanten für alle Materialien

Dämpfungsfunktionen	$\alpha = 0,5$	$\beta = 0,005$
WLF-Konstanten	$C_1 = 32160$	$C_2 = 11550^{\circ}C$

6.3 Vergleich und Diskussion der Modellparameter

6.3.1 Relaxationsspektrum

Die Relaxationsspektren, berechnet nach (Gleichung 12), zeigen für beide Methoden bei kurzen Zeiten eine sehr gute Übereinstimmung, Abbildung 62. Das linear viskoelastische Materialverhalten ist bei beiden Messmethoden gleich beschrieben. Lediglich bei langen Relaxationszeiten ist bei dem TMC-Relaxationsmodul ein früherer Abfall zu sehen. Hierfür besteht momentan keine Erklärung. Da der Umformprozess bei Zeiten << 10s stattfindet ist keine Beeinträchtigung der Ergebnisse zu erwarten.



Abbildung 62: Relaxationsmodul von PP im Vergleich

6.3.2 Dämpfungsfunktion

Der Vergleich der Dämpfungsfunktionen (Abbildung 63) zeigt für die TMC-Bestimmung

eine stärkere Dämpfung als die DMA-Funktion. Die TMC-Funktion beschreibt bei Dehnungen ab 30% eine signifikante Dämpfung. Die Abweichungen sind damit analog zum HI-PS.



Abbildung 63: Dämpfungsfunktionen von PP im Vergleich

6.3.3 Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten

Die Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten unterscheiden sich deutlich, Abbildung 64. Die WLF-Konstanten, mittels DMA bestimmt, zeigen eine ausgeprägte Temperaturabhängigkeit. Die Torsionsschwingversuche, auf denen die WLF-Konstanten basieren, sind bei Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt schwer durchzuführen. Dies liegt am dynamischen Prozess des Schmelzens, der die Parameterbestimmung überlagert. Die Konstanten mit TMC bestimmt, zeigen nahezu keine Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 64: Zeit-Temperatur-Verschiebungsfaktoren von PP im Vergleich

6.4 Validieren der Modellparameter mittels Simulation am Bauteil

Parallel zu der Verifikation mit HI-PS und deren Einstellungen, sind Simulationsrechnungen für PP mit beiden Reibkoeffizienten durchgeführt worden. Abbildung 65 zeigt die Wanddickenverteilung der mit TMC bestimmten Parameter.



Abbildung 65: Wanddickendifferenz PP TMC-Parameter abhängig von µ

Bei beiden Reibwerten ist eine gleichmäßige Wanddickenabnahme im Bereich Probenrand zu sehen. Die stark gedehnte Probenseite stimmt in der Tendenz, jedoch nicht absolut mit der Realität überein. Im Bereich Probenspitze ist die Spitzenbreite ungenau und die Wanddicke stimmt nur mit simuliertem Gleitreibungswert. Die Wanddickenverteilung mit Gleitreibungskoeffizient stimmt in der Tendenz besser überein.

Die Simulation mit dem Haftreibungskoeffizienten ergibt keine genaue Wanddickenvorhersage. Im Weiteren wird nur noch der Gleitreibungskoeffizient betrachtet. Abbildung 66 zeigt die Wanddicke mit TMC- und DMA-Methode bei $\mu = 0,5$. Es sind außer in der Probenspitze keine signifikanten Wanddickenunterschiede zu sehen. Beide Methoden bilden die Realität allgemein zu dünn und nur mäßig ab. Es ist ein leichtes Nachfließen des Materials im gespannten Bereich zu messen.



Abbildung 66: Wanddickenverteilung PP mit Gleitreibungskoeffizient

7 Diskussion der amorphen und teilkristallinen Ergebnisse

Für amorphe Thermoplaste ist der TMC-Messaufbau gut geeignet, um die Parameter für das K-BKZ Modell zu ermitteln. Bei stark anhaftenden Materialien wie PS treten stickslip-Effekte auf. Deshalb muss die Materialpaarung von Deformationsstempel und Halbzeug beachtet werden und bedarf Vorversuche. Die gemessenen Kräfte liegen am unteren Limit des Messbereiches. Eine Plattendicke ist nicht unter 0,5mm zu wählen. Die Ergebnisse des Reverse-Engineering sind hinsichtlich K-BKZ- und WLF-Parameter sehr gut. Reibwertmessungen sind nur bis zur Umformtemperatur durchführbar, hier ist eine Verbesserung der Messtechnik erforderlich. Die Ergebnisse zeigen, dass der Haftreibungswert die Realität besser abbildet.

Die DMA-Messungen sind einfach im Platte-Platte Modus durchzuführen. Die Berechnungsmethode des Relaxationsspektrums ist einfach zu beherrschen und liefert gute Ergebnisse. Die Wahl des Zeitabstandes und die Anzahl der Wertepaare hat keinen großen Einfluss. Für die Bestimmung der Dämpfungsfunktion sind Zugversuche bedingt geeignet. Die zu messenden Kräfte sind sehr niedrig und das Spannen der Probe verursacht Sollbruchstellen. Es sind nur geschwindigkeitskonstante Versuche durchführbar und eine konstante Dehnrate kann nicht ermittelt werden. Diese ist für das K-BKZ Modell notwendig. Eine rheologisch korrekte Messung mit dem Meissner Rheometer ist aufwändig, teuer und bedingt realisierbar.

Für amorphe Thermoplaste ist die TMC-Methode gut geeignet und einfacher, schneller und weniger aufwändig als die DMA-Methode. Die simulierten Ergebnisse sind sehr gut.

Für teilkristalline Thermoplaste ist der TMC-Messaufbau sehr gut geeignet. Bei Umformtemperaturen nahe des Schmelzpunktes ist auf eine genaue Temperatursteuerung zu achten. Nachkristallisationseffekte sind durch eine ausreichende und konstante Heizzeit zu verhindern. Die Ergebnisse der K-BKZ Parameter sind sehr gut. Die WLF-Konstanten sind nicht gut ermittelt und werden bei der Simulation von temperaturgeführten Prozessen zu Problemen führen. Reibwertmessungen sind bis zum Schmelzpunkt sehr gut durchführbar. Der Haftreibungswert ist für die Simulation zu hoch. Der reale Reibwert liegt etwas höher als der gemessene Gleitreibungswert und muss nach Bestimmen aller weiteren Prozessparameter empirisch angenähert werden.

Die DMA-Methode ist für teilkristalline Thermoplaste schwer anwendbar. Die Torsionsschwingversuche sind bei Temperaturen nahe der Schmelztemperatur nur sehr schwer durchführbar. Apparative Grenzen erlauben erst nach mehreren Versuchen eine eindeutige Bestimmung des Relaxationsspektrums. Die Anzahl der gewählten Wertepaare ist manuell zu bestimmen. Sie beeinflusst das Ergebnis sehr stark. Polypropylen ist thermorheologisch nicht einfach, eine Zeit-Temperatur-Verschiebung im Haupterweichungsbereich ist sehr vorsichtig zu betrachten und eine Qualitätsaussage zwischen beiden Methoden sehr schwer zu treffen. Die Zugversuche für die Dämpfungsfunktion sind einfach durchführbar, ein dehngeregelter Versuch mit Feindehnaufnehmern ermöglicht die Bestimmung der Parameter.

Die simulierte Wanddickenverteilung weicht in beiden Fällen von der Realität ab. Ein Parallelversatz zu geringeren Wanddicken hin wird vorhergesagt und der Bereich Probenspitze ist nicht präzise. Kristallisationseffekte und damit verbundene Volumenzunahme kann die Ursache sein. Die Tendenz der Simulation zeigt gute Ergebnisse.

Für teilkristalline Thermoplaste ist die TMC-Methode gut geeignet. Sie ist einfacher, schneller und weniger aufwändig als die DMA-Methode. Die simulierten Ergebnisse sind gut. Verbesserungspotential besteht in der Beschreibung der Temperaturabhängigkeit. Kommerzielle Messanlagen können teilkristalline Thermoplaste aufgrund der großen Kräfte nur schwer messen. Der TMC-Aufbau schließt diese Lücke.

Für thermoformbare Kunststoffe ist der TMC-Messaufbau und das Reverse-Engineering eine sehr einfache und gut geeignete Methode, um die Modellparameter für die Simulation zu bestimmen. Apparative Grenzen sind aufgezeigt, stellen aber technisch kein Problem zur Behebung dar und geben Ansätze für weiterführende Arbeiten.

Die Reibwertbestimmung ist für Thermoplaste bedingt durchführbar. Große Messabweichungen und nicht identifizierbare Einflüsse verfälschen oft das Ergebnis. Hier sind große Anstrengungen notwendig, um genaue Ergebnisse zu erzielen. Die genaue Materialpaarung ist einzuhalten. Eine Übertragung der Ergebnisse auf andere Materialpaarungen bei gleichem Halbzeug ist nicht möglich.

100

8 Zusammenfassung und Ausblick

8.1 Zusammenfassung

Das Thermoformen ist ein Formgebungsverfahren, das ein erwärmtes thermoplastisches Halbzeug mittels Druckdifferenz oder mechanischer Hilfe nach Abkühlen zu einem formstabilen Kunststoffteil verformt. Ziel dabei ist, bei hinreichend geringer Halbzeugdicke eine sehr dünne und gleichmäßige Wanddickenverteilung zu erreichen, um mit minimalem Materialeinsatz eine ausreichende Bauteilsteifigkeit zu erhalten. Zur schnelleren und präzisen Optimierung der Thermoformteile bedient man sich der Computersimulation.

Die Thermoformsimulation findet mit dem K-BKZ Modell (Kaye – Bernstein, Kearsley, Zapas) statt. Für dieses Modell sind Eigenschaftsdaten der Halbzeuge und deren Interaktion als Eingabewerte notwendig. Die Parameter dieses Materialmodells sind das Relaxationsspektrum, die Dämpfungsfunktion und die Zeit-Temperatur-Verschiebungskonstanten (WLF). Die bisherige experimentelle Ermittlung dieser Parameter ist sehr aufwändig und für die komplexe Beschreibung der Umformung nicht hinreichend genau.

In dieser Arbeit ist ein Thermoform-Material-Charakterisierungs-Messaufbau (TMC) zur Bestimmung der notwendigen Parameter des K-BKZ Modells entwickelt worden. Er ist einfach im Aufbau und in der Handhabung, jedoch hinreichend genau bezüglich seiner Messqualität und Aussagekraft. Dieser TMC-Aufbau misst während einer temperatur- und geschwindigkeitsgesteuerten Deformation von Kunststoffproben Kraft und Weg. Diese werden mittels Reverse-Engineering und dem K-BKZ Modell angepasst und die Modellparameter daraus bestimmt.

Eine Einflussanalyse bezüglich Deformationsgeschwindigkeit, Umformtemperatur sowie geometrischer Einspannverhältnisse und Stempelgeometrie hat die Randbedingungen für eine standardisierte Messung definiert. Zusätzlich sind zur Thermoformsimulation die Reibwerte zwischen Deformationsstempel und Halbzeug notwendig. Hierfür ist ein Messaufbau entwickelt worden, der temperaturabhängige statische und dynamische Reibwerte von Kunststoff-Kunststoffpaarungen ermittelt. Am Beispiel eines amorphen schlagzähmodifizierten Polystyrols (HI-PS) sind die Modellparameter mittels TMC und Reverse-Engineering und zum direkten Vergleich mit rheologischen Methoden gemessen. Diese rheologischen Methoden sind temperatur- und frequenzabhängige Torsionsschwingversuche für das Relaxationsspektrum und WLF-Konstanten sowie temperierte Zugversuche für die Dämpfungsfunktion.

Für beide unterschiedlich bestimmten Relaxationsmodule ist eine sehr gute Übereinstimmung erreicht worden. Ebenfalls sind die WLF-Konstanten der beiden Methoden sehr ähnlich. Lediglich die Dämpfungsfunktion ist unterschiedlich. Diese hat aber keinen großen Einfluss auf die Simulationsergebnisse [53].

Als weiterer Werkstoff sind alle Experimente an teilkristallinem Polypropylen durchgeführt worden. Bisher ist in der Literatur zu diesem Bereich nichts veröffentlicht worden und in dieser Arbeit erstmalig untersucht. Der Vergleich beider Methoden zeigt größere Abweichungen als bei amorphen Werkstoffen. Unter anderem ist die unterschiedliche Morphologie während der Charakterisierung dafür verantwortlich.

Der Vorteil der TMC-Methode bei teilkristallinen Kunststoffen liegt in der sehr prozessnahen Bestimmung der Modellparameter. Im Schmelzeübergang sind mit anderen Methoden keine Messungen durchführbar. Die TMC-Methode führt gegenüber der rheologischen Messungen zu besseren Ergebnissen bei der Simulation der Wanddicke.

Mit dem TMC-Messaufbau in Verbindung mit Reverse-Engineering ist somit eine sehr gute Messapparatur entwickelt worden, um Materialkennwerte für die Thermoformsimulation mit einer geringen Anzahl einfach durchzuführender Versuche zu bestimmen.

8.2 Ausblick

Weiterer Forschungsbedarf besteht in der Optimierung der Reibwertmessungen. Es ist mit dem momentanen Messaufbau nur die Messung der statischen und dynamischen Reibwerte möglich. Erste Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit zeigen jedoch, dass der tatsächlich auftretende Reibwert eine Mischung aus Gleit- und Haftreibung ist. Hier müsste noch erforscht werden, was der tatsächliche Reibwert von Kunststoff-Kunststoffpaarung ist. Ebenfalls ist die Abhängigkeit der Reibung von der Umformgeschwindigkeit offen.

Bei der Charakterisierung von teilkristallinen Materialien sind Abweichungen zu rheologischen Methoden sichtbar. Anhand thermodynamischer Untersuchungen müssten Kristallisationseffekte quantifiziert und entsprechend berücksichtigt werden.

In weiteren Untersuchungen können die hier für eine einfache Geometrie erarbeiteten Ergebnisse nun auf komplexe Bauteile übertragen werden. Die Erweiterung der unbeeinflussten Stempelumformung auf eine Druckdifferenzumformung ist hierfür notwendig.

9 Literatur

- [1] DIN 53375, *Prüfung von Kunststoff-Folien: Bestimmung des Reibungsverhaltens*, (1986).
- [2] ASTM 1894-1895, Testing of polymer films at room temperature, (1990).
- [3] EN ISO 6603-2, Bestimmung des Durchstoßverhaltens von festen Kunststoffen Teil: Instrumentierter Schlagversuch, (2002).
- [4] Alfrey, T.: *Mechanical Behaviour of High Polymers*, New York: Whiley Interscience, (1948).
- [5] Bahmüller, S.: *Biaxiale Charakterisierung von Kunststoffplatten hinsichtlich ihrer Eigenschaften für das Thermoformen*, Diplomarbeit am IKP, Universität Stuttgart, Betreuer: B. Hegemann, (2001).
- [6] Bastian, H.: Non-linear viscoelasticity of linear and long-chain-branched polymer melts in shear and extensional flows, Dissertation am IKT, Universität Stuttgart, (2001).
- Bauer, F.: Konstruktion einer Einspannvorrichtung zur biaxialen Deformation von Kunststoffplatten, Studienarbeit am IKP, Universität Stuttgart, Betreuer: B. Hegemann, (2001).
- [8] Baumgaertel, M., Winter, H.: *Determination of discrete relaxation and retardation time spectra from dynamic mechanical data*, Rheologica Acta, 28, (1989).
- [9] Baumgaertel, M., Winter, H.: *Interrelation between continious and discrete relaxation time spectra*, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 44, (1992).
- [10] Bernstein, B., Kearsley, W., Zapas, L.: A Study of Stress Relaxation with Finite Strain, Transactions of the Society of Rheology, VII, (1963).
- [11] Billon, N.: Inverse analysis of dart test; a tool for more efficient modelling of thermoforming, in PPS-17, Montreal, (1999).
- [12] Bonte, Y., Schweda, R.: *Polypropylen*, Kunststoffe, 91, (2001).
- [13] Carreau, C., Kee, D., Chabra, C.: *Rheology of Polymeric Systems*, München: Hanser, (2000).
- [14] Chatraei, S., Macosko, C.: Lubricated Squeezing Flow: A New Biaxial Extensional Rheometer, Journal of Rheology, 25, (1981).
- [15] Chillon, M.: Analysis of the influence factors in the thermoforming process,Diplomarbeit am IKP, Universität Stuttgart, Betreuer: B. Hegemann, (2002).

- [16] Cviko, A.: Ermittlung der dynamischen Reibkoeffizienten für die Thermoformsimulation, Studienarbeit am IKP, Universität Stuttgart, Betreuer: B. Hegemann, (2002).
- [17] Daum, W.: *Technologietrends für Verpackung und Technische Teile*, in *Thermoformen*, Würzburg, (2004).
- [18] Detrois, C.: *Nachteile des MIR*, persönliche Mitteilung, (2001).
- [19] Detrois, C.: Untersuchungen zur Dehnrheologie und Verarbeitbarkeit von Halbzeugen beim Thermoformen sowie Simulation und Optimierung der Umformphase, Dissertation am IKV, RW-TH Aachen, (2001).
- [20] Doi, M., Edwards, S.: *The theory of polymer dynamics*, Oxford Science Publications, (1986).
- [21] Ferry, J.: Viscoelastic Properties of Polymers, 3 rd, New York: J. Wiley, (1969).
- [22] Fulchiron, R., Verney, V.: Determination of the elongational behaviour of polypropylene melts from transient shear experiments using Wagner's model, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 48, (1993).
- [23] Gasco, M., Rodriguez, F., Long, T.: Polymer–Polymer Friction as a Function of Test Speed, Journal of Applied Polymer Science, 67, (1998).
- [24] Green, A., Rivlin, G.: Arch. Ratl. Mechanical Analysis, 1, (1957).
- [25] Hachmann, P.: *Multiaxiale Dehnung von Polymerschmelzen*, Dissertation am ETH Zürich, (1996).
- [26] Halasz, L., Belina, K., Vorster, O., Tincul, I.: Structure of Propylene/1-Pentene Random Copolymers, in PPS-2001 Regional Meeting, Athen, (2001).
- [27] Halasz, L., Vincze, A., Csurgai, J., Vorster, O.: Relaxation spectrum calculation methods and their use to determine the molecular mass distribution of propylene, ethylene and alfo olefin random copolymers, in PPS-18, Portugal, (2002).
- [28] Hartwig, K.: Simulation des Streckblasverfahrens und Charakterisierung des prozessrelevanten Materialverhaltens, Dissertation am IKV, RWTH-Aachen, (1997).
- [29] Hegemann, B.: Experimental study on wall thickness distribution by changing coefficient of friction during parameter determination and simulation, unveröffentlichter Prüfbericht E234, (2003).
- [30] Hegemann, B.: Umformverfahren in der Kunststoffverarbeitung Warmformen, in Kunststoffkunde, 11. Auflage, P. Eyerer, Stuttgart, (2003).

- [31] Hegemann, B.: *Experimental study and material parameter determination for K-BKZ model with polystyrene,* unveröffentlichter Prüfbericht E294, (2004).
- [32] Hegemann, B., Eyerer, P.: *Thermoforming Simulation Today: "A Vision for Tomorrow"*, in *4th European Thermoforming Conference*, Viareggio, (2004).
- [33] Hegemann, B., Eyerer, P., Tessier, N., Bush, T., Kouba, K.: Various plug assist materials and their effect on the thermoforming characteristics of polymeric sheet, Thermoforming Quarterly, 21/4, (2003).
- [34] Hegemann, B., Vorster, O., Eyerer, P.: *Improved Thermoforming Simulation by Determination of Material Parameters and Coefficient of Friction*, in *Engineering Conference*, Maputo, (2003).
- [35] Hoi, M.: Ermittlung von Reibkennwerten einer Kunststoff-Kunststoffpaarung in abhängig der Thermoformprozessparameter, Studienarbeit am IKP, Universität Stuttgart, Betreuer: B. Hegemann, (2004).
- [36] Illig, A.: Thermoformen in der Praxis, München: Hanser Verlag, (1997).
- [37] Juhasz, P.: Crystallisation kinetics and morphology of propylene/alpha-olefin random copolymers, Dissertation am Department of Plastics and Rubber Technology, Universtiät Budapest, (2002).
- [38] Kappacher, J.: Neuigkeiten aus dem Bereich der theroplastischen Halbzeuge zur Fertigung von dekorativen Oberflächen, in Thermoformen, Würzburg, (2004).
- [39] Kiefel: Polypropylen perfekt geformt, in Pressemitteilung Kiefel AG, (2003).
- [40] Kienzle, O.: *Begriffe und Benennung der Fertigungsverfahren*, Werkstatttechnik, 56, (1966).
- [41] Kouba, K.: *Requirements of TMC for sucessful reverse-engineering*, persönliche Mitteilung, (2002).
- [42] Kouba, K., Novotny, P.: *T-Sim Helpfile*, (2000).
- [43] Kouba, K., Novotny, P., Kech, A.: Viscoelastic Material Characterization at large Deformation, in ANTEC, Dallas, (2001).
- [44] Koziey, B., Pocher, J., Tian, J., Vlachopoulos, J.: New results in element analysis of thermoforming, in ANTEC, USA, (1997).
- [45] Lee, J., Virkler, T., Scott, C.: *Effects of Rheological Properties and Processing Parameters on ABS Thermoforming,* Polymer Engineering and Science, 41, (2001).
- [46] Lodge, A.: Constitutive equations from molecular network theories for polymer solutions, Rheologica Acta, 7, (1968).

- [47] Macosko, C.: *Rheology: principles, measurements and applications*, New York: Wiley-VCH, (1993).
- [48] Martin, N., Harkin-Jones, E., Martin, P.: Characterising the Biaxial Properties of Materials Used in Thermoforming and Blow Molding, in ANTEC, San Francisco, (2002).
- [49] Meissner, J.: Rheometer zur Untersuchung der Deformationsmechanischen Eigenschaften von Kunststoff-Schmelzen unter definierter Zugbeanspruchung, Rheologica Acta, 8, (1969).
- [50] Meissner, J., Raible, T., Stephensen, S.: *Rotary clamp in uniaxial and biaxial extensional rheometry of polymer melts,* Journal of Rheology, 25, (1981).
- [51] Nishioka, A., Takahashi, T., Masubuchi, Y., Takimoto, J.-I., Koyama, K.: Description of uniaxial, biaxial and planar elongational viscosities of polystyrene melt by the K-BKZ model, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 89, (2000).
- [52] Novotny, P., Saha, P., Kouba, K.: *Fitting of K-BKZ Model Parameters for the Simulation of Thermoforming*, International Polymer Processing, XIV, (1999).
- [53] Nowak, S.: Bestimmen von Modellparametern für das Simulationsprogramm T-Sim mittels rheologischer Methoden, Studienarbeit am IKP, Stuttgart, Betreuer: B. Hegemann, (2004).
- [54] Osswald, T., Menges, G.: *Materials Science of Polymers for Engineers*, München Wien New York: Hanser, (1995).
- [55] Pahl, M., Gleißle, W., Laun, H.-M.: Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere: VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik, (1996).
- [56] Pecora, L., Bardetta, A., Laroche, D.: *Thermoformability of ABS Grades*, Thermoforming Quarterly, 22, (2003).
- [57] Retting, W.: *Mechanik der Kunststoffe: die mechanischen Eigenschafter der Polymer-Werkstoffe*, München, Wien: Hanser, (1991).
- [58] Ruoff, M.: Zur Irreversibilitätsannahme bei Netzwerk-Modellen von Polymerschmelzen, in 12. Stuttgarter Kunststoffkolloquium 1991, Stuttgart, (1991).
- [59] Ruoff, M.: Parameteridentifiikation von rheologischen Zustandsgleichungen für Polymerschmelzen mittels Rotationsrheometrie, Dissertation am Institut für Kunststofftechnologie, Universität Stuttgart, (1996).
- [60] Schwarz, Ebeling, Furth: *Kunststoffverarbeitung*, 8 rd: Vogel, (1999).
- [61] Schwarzl, F.: *Polymermechanik*, Berlin: Springer-Verlag, (1990).
- [62] Siegert, K.: S3 Umformen, Dubbel Taschenbuch für den Maschinenbau, ed. W.Beitz and K.-H. Küttner, Vol. 18. Auflage, Springer: Berlin, (1995).
- [63] Solovyov, S., Virkler, T., Scott, C.: *Rheology of acrylonitrile-butadiene-styrene* polymer melts and viscoelastic constitutive models, Journal of Rheology, 43, (1999).
- [64] Staden, W. v.: Influence on force-deformation characteristic of thermoforming of HD-PE, Studienarbeit am IKP, Universität Stuttgart, Betreuer: B. Hegemann, (2003).
- [65] Steinicke, M.: *Modifiziertes Reibgesetz für die Finite-Elemente-Simulation des Tiefziehens*, Beiträge zur Umformtechnik, ed. K. Siegert, (2003).
- [66] Takahashi, T., Takimoto, J., Koyama, K.: *Elongational Viscosities of Random and Block Copolymer Melts,* Journal of Applied Polymer Science, 69, (1998).
- [67] Tanner, R.: *From A to (BK)Z in Constitutive Relations,* Journal of Rheology, 32, (1988).
- [68] Tessier, N.: *Hytac-B1X, technical bulletin,* unveröffentlichter Bericht (2003).
- [69] Throne, J.: *Technology of Thermoforming*, München: Hanser, (1996).
- [70] Throne, J.: *Friction in Thermoforming*, persönliche Mitteilung, (2004).
- [71] Throne, J., Beine, J.: *Thermoformen: Werkstoffe Verfahren Anwendung*, München: Hanser, (1996).
- [72] Tincul, I., Joubert, D., Potgieter, A.: *Polypropylene copolymers with linear Fischer-Tropfsch derived alpha-olefins*, in *Polypropylene '99, 8th annual world congress*, Zürich, (1999).
- [73] Transvalor: Use of TForm3 in Europe, persönliche Mitteilung, (2004).
- [74] Uetz, H., Wiedmeyer, J.: *Tribologie der Polymere*, München: Carl Hanser Verlag, (1984).
- [75] Wagner, D.: *Polystyrol*, Kunststoffe, 92, (2002).
- [76] Wagner, M.: Zur Netzwerktheorie von Polymer-Schmelzen, Rheologica Acta, 1, (1979).
- [77] Wagner, M.: *Bestimmen und Anpassen von D\u00e4mpfungsfunktionen*, pers\u00f6nliche Mitteilung, (2004).
- [78] Wanders, M., Schmachtenberg, E., Yazici, N.: Modeling of the mechanical behaviour of nonlinear viscoelastic materials under multidimensional state of stress, IKV, (2001).

- [79] Ward, I.: *An Introduction to the mechanical Properties of Solid Polymers*, New York: John Wiley & Sons, (1993).
- [80] Williams, M. L., Landel, R. F., Ferry, J. D.: The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-Forming Liquids, Journal of the American Chemical Society, 77, (1955).
- [81] Yang, M., Dealy, J.: *Control of strain rate in a sheet-inflation rheometer*, Journal of Rheology, 31, (1987).

Lebenslauf

Name:	Bernhard Alexander Hegemann
Geburtsdatum/-ort:	20. April 1974, Stuttgart

Schulbildung

08/1980 - 07	7/1984	Grundschule Plattenhardt	
08/1984 - 07	7/1985	Eduard-Spranger-Gymnasium	
08/1985 - 07	7/1990	Realschule Bildungszentrum Seefälle, Mittlere Reife	
08/1993 - 06	5/1995	Technische Oberschule Stuttgart, fachgeb. Hochschulreife	
Berufsausbi	ildung		
09/1990 - 06	5/1993	Ausbildung zum Industriemechaniker, Robert Bosch GmbH	
Wehrdienst			
10/1995 – 10	0/1996	Luftwaffenmusikkorps 1 & 4 (Würzburg, Berlin, München)	
Studium			
WS 1996 – WS 2000 Mase		Maschinenwesen, Universität Stuttgart	
Berufspraxi	is		
06/1993 - 08/1993		Produktionsfachmann Bohrhämmer, Robert Bosch GmbH	
06/1995 - 08/1995		Versuchsmechaniker Entwicklung, Robert Bosch GmbH	
10/1996 - 04/1997		Werkstudent in der Entwicklung, Robert Bosch GmbH	
1998 – 2000		Semesterweise Versuchsmechaniker, Robert Bosch GmbH	
02/2001 bis 01/2005		wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für	
		Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde IKP, Universität	
		Stuttgart	
	ab 01/2002	Leiter der Abteilung Engineering	
	ab 10/2002	zusätzlich Leiter der Abt. Industrieforschung &	
		Materialprüfung	
	ab 01/2004	zusätzlich kommissarischer Leiter der Abt. Polymerphysik	
ab 02/2005		Mitarbeiter der Robert Bosch GmbH, Geschäftsbereich	
		Elektrowerkzeuge, Leinfelden	
Oktober 200	4		