

# Anhang

## A Ergänzende Untersuchungen

### A.1 Uniaxiale Dehnapparatur

#### A.1.1 Abhängigkeit des detektierten Materialverhaltens von der Grenzfrequenz des verwendeten Tiefpassfilters bei der Messwerterfassung

Für die Aufbereitung des Messsignals des Kraftaufnehmers kommt bei der uniaxialen Dehnapparatur ein Messverstärker zum Einsatz. Dieser Messverstärker arbeitet mit einem Tiefpassfilter, der zur Glättung des Messsignals dient. Um keine Verfälschung des Messergebnisses durch den Tiefpassfilter zu erhalten, wurde der Einfluss der variablen Grenzfrequenz des Filters auf die detektierte Abzugskraft untersucht. Abb. A-1 zeigt den Einfluss der Grenzfrequenz des Tiefpassfilters (Bessel-Charakteristik) auf das detektierte Materialverhalten bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 300 mm/s.

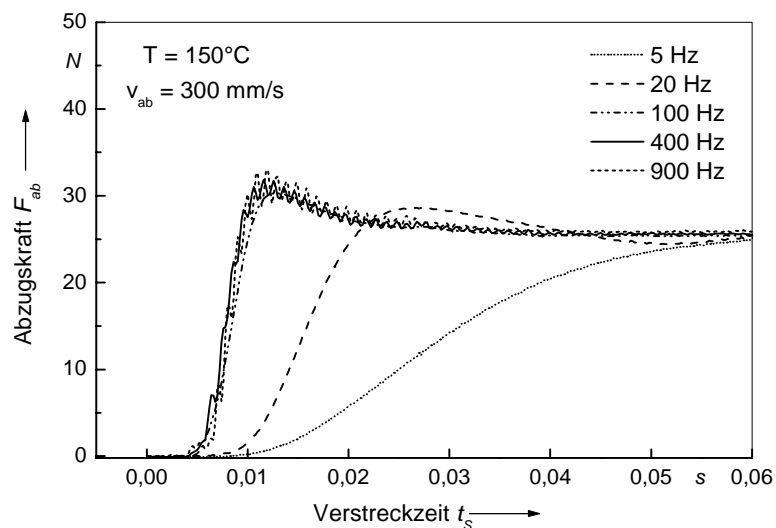


Abb. A-1 Einfluss der Grenzfrequenz des Tiefpassfilters auf die detektierte Abzugskraft (PP-1-L).

Während bei einer Grenzfrequenz von 5 Hz lediglich ein kontinuierlicher Kraftanstieg über der Verstreckzeit beobachtet werden kann, deutet sich bei 20 Hz bereits eine schwach ausgeprägte Streckgrenze an. Bei einer Grenzfrequenz von 100 Hz verschiebt sich die Streckgrenze zu kürzeren Zeiten und prägt sich zudem stärker aus. Gegenüber der Grenzfrequenz von 100 Hz verändert sich der aufgezeichnete Kraftverlauf bei einer Frequenz von 400 Hz nur noch geringfügig. Bei 900 Hz konnte schließlich im Vergleich zu 400 Hz keine weitere Veränderung in der Charakteristik der Kraft-Zeitkurve mehr beobachtet werden. Für die gewählte Abzugsgeschwindigkeit von 300 mm/s ist somit eine Grenzfrequenz von 400 Hz erforderlich, um das ursprüngliche Messsignal nicht zu verfälschen. Diese Grenzfrequenz ist auch für die im Rahmen dieser Arbeit angewandten maximalen Abzugsgeschwindigkeiten von 750 mm/s ausreichend. Da die Grenzfrequenz von 400 Hz für alle Abzugsgeschwindigkeiten angewandt wird, sind die Messsignale für kleinere Verstreckgeschwindigkeiten teilweise stärker verrauscht als für höhere.

### **A.1.2 Einfluss einer Probenvorspannung auf das Deformationsverhalten**

Die thermische Ausdehnung des Probekörpers während des Aufheizens auf die gewählte Verstrecktemperatur führt dazu, dass sich die eingespannte Probe im Dehnrheometer wölbt. Diese thermische Ausdehnung wurde durch eine Vorspannung der Probe -unmittelbar vor Versuchsbeginn- mit einer definierten Vorspannkraft ausgeglichen. Für eine Verstrecktemperatur von 140 °C beträgt die Vorspannkraft 2 N, für 150 °C 1 N und für 160 °C 0,5 N. Die Vorspannkraft reichen aus, um die thermisch bedingte Probenausdehnung bei der jeweiligen Temperatur zu kompensieren. Die Abzugsgeschwindigkeit während der Probenvorspannung beträgt 0,2 mm/s. Abb. A-2 zeigt für eine Verstrecktemperatur von 140 °C das detektierte Deformationsverhalten mit und ohne Vorspannung. Das Vorspannen der Probekörper vor der eigentlichen Verstreckung ist zu Beginn der Kraftkurve ( $l_s < 5$  mm) deutlich zu erkennen. Der weitere Verlauf der Abzugskraft wird jedoch in keiner Weise durch die Probenvorspannung beeinflusst.

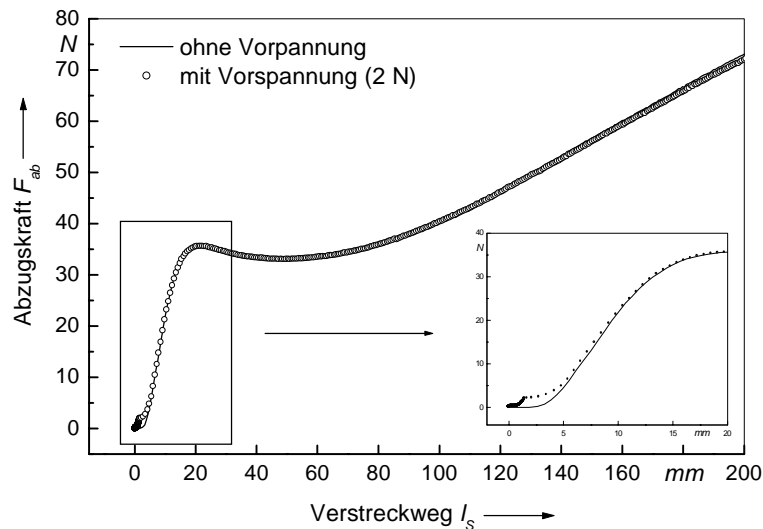


Abb. A-2 Einfluss einer Probenvorspannung auf die Kraft-Wegkurve (PP-1,  $T = 140\text{ °C}$ ;  $v_{ab} = 300\text{ mm/s}$ )

## A.2 Biaxiale Verstreckapparatur

### A.2.1 Temperaturhomogenität

Die Temperaturhomogenität des Verstreckofens des biaxialen Streckrahmens wird in Kap. 3.2.2 für eine Temperatur von  $150\text{ °C}$  beschrieben und diskutiert. Da biaxiale Verstreckversuche in einem Temperaturbereich zwischen  $140\text{ °C}$  und  $163\text{ °C}$  durchgeführt werden, wurde die Temperaturhomogenität des Verstreckofens auch für die Temperaturen von  $140\text{ °C}$  (Tab. A-1) und  $160\text{ °C}$  (Tab. A-2) mittels der mit Thermoelementen bestückten Temperaturmessplatte überprüft. Bei einer eingestellten Ofentemperatur von  $140\text{ °C}$  wird im mittleren Bereich des Ofens ( $\lambda \leq 3$ ) die Temperaturvorgabe erreicht bzw. sogar leicht überschritten. Bei  $160\text{ °C}$  werden Temperaturen von  $156,3\text{ °C}$  und  $158,3\text{ °C}$  ermittelt. Mit steigender Ofentemperatur weichen die realen Temperaturen zunehmend von der eingestellten Ofentemperatur ab. Für  $140\text{ °C}$  und  $160\text{ °C}$  wird ein qualitativ ähnlicher Temperaturgradient im Ofen gemessen, wie für  $150\text{ °C}$  (siehe Abb. 3.16). Trotz der gemessenen Temperaturdifferenzen innerhalb des Verstreckofens kann die Temperaturhomogenität im Temperaturbereich zwischen  $140\text{ °C}$  und  $160\text{ °C}$  als gut beurteilt werden.

Ofen- bereich	Obere Ofenhälfte			
	$\lambda = 3,0$	$\lambda = 5,0$	$\lambda = 8,0$	$\lambda = 10,0$
$T_{\max}$	141,7	138,5	139,7	138,2
$T_{\min}$	139,2	136,6	137,2	130,1
$T_a$	<b>140,6 ±0,8</b>	<b>137,8 ±0,7</b>	<b>138,8 ±0,9</b>	<b>134,6 ±3,5</b>
Ofen- bereich	Untere Ofenhälfte			
	$\lambda = 3,0$	$\lambda = 5,0$	$\lambda = 8,0$	$\lambda = 10,0$
$T_{\max}$	141,5	137,6	140,2	137,7
$T_{\min}$	138,8	136,2	138,4	131,0
$T_a$	<b>140,3 ±0,9</b>	<b>137,0 ±0,6</b>	<b>139,0 ±0,6</b>	<b>134,9 ±2,6</b>

Tab. A-1 Gemessene Ofentemperaturen bei einer eingestellten Temperatur von  $T = 140^\circ\text{C}$ .

Ofen- bereich	Obere Ofenhälfte			
	$\lambda = 3,0$	$\lambda = 5,0$	$\lambda = 8,0$	$\lambda = 10,0$
$T_{\max}$	157,1	153,2	155,5	151,2
$T_{\min}$	155,3	151,2	153,3	148,2
$T_a$	<b>156,3 ±0,8</b>	<b>152,2 ±0,7</b>	<b>154,5 ±0,8</b>	<b>149,4 ±3,5</b>
Ofen- bereich	Untere Ofenhälfte			
	$\lambda = 3,0$	$\lambda = 5,0$	$\lambda = 8,0$	$\lambda = 10,0$
$T_{\max}$	159,6	155,3	158,3	155,4
$T_{\min}$	156,9	151,3	153,4	145,6
$T_a$	<b>158,3 ±0,9</b>	<b>153,5 ±1,6</b>	<b>156,2 ±1,4</b>	<b>151,0 ±3,7</b>

Tab. A-2 Gemessene Ofentemperaturen bei einer eingestellten Temperatur von  $T = 160^\circ\text{C}$ .

### A.2.2 Uniaxiales Deformationsverhalten in MD- und TD-Richtung

Um die Ursachen für die bei simultaner äquibiaxialer Deformation detektierten Unterschiede in den Kraftkurven für die beiden Verstreckrichtungen MD und TD abzuklären, wurden im Streckrahmen uniaxiale Streckversuche in den beiden Verstreckrichtungen MD und TD durchgeführt. Hierfür werden Proben der Geometrie 85 mm x 15 mm x 1,19 mm verwendet. Eingespannt wurden diese Proben zwischen den Kluppen in 12- und 6-Uhr-Position bzw. zwischen denen in 3- und 9-Uhr-Position. Die effektive Einspannlänge beträgt 70 mm. Die Kraft-Zeitkurven, die aus der uniaxialen Verstreckung in MD und TD resultieren, sind in Abb. A-3 dargestellt. Unabhängig von der

Verstreckrichtung verlaufen die beiden Kurven bis zu einer Verstreckzeit von etwa 1 s deckungsgleich. Daraus ist ersichtlich, dass die bei der simultanen biaxialen Verstreckung gemessenen unterschiedlichen Kraftkurven nicht in Zusammenhang mit dem Kraftmesssystem der biaxialen Verstreckapparatur stehen. Die ab einer Verstreckzeit von etwa 1 s auftretenden Unterschiede dürften auf ein in MD- und TD-Richtung unterschiedliches Abbremsverhalten der Verstreckmechanik zurückzuführen sein.

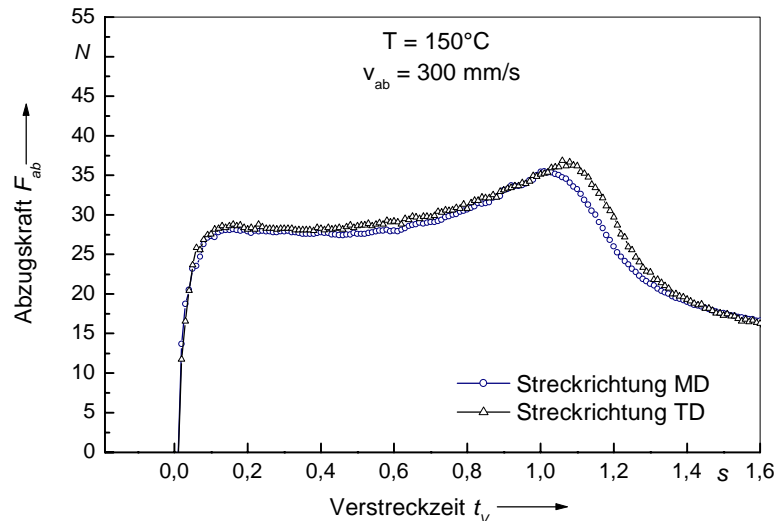


Abb. A-3 Abzugskraft als Funktion der Verstreckzeit für eine uniaxiale Verstreckung in MD- und TD-Richtung (PP-1).

### A.2.3 Vororientierung des Castfilms

Bei der Herstellung von Castfilmen ist nicht auszuschließen, dass durch den Extrusionsprozess signifikante Vororientierungen und somit anisotrope Castfilmeigenschaften induziert werden. Um abzuklären, ob eine derartige Anisotropie vorliegt, wurden Proben im Winkel von  $0^\circ$ ,  $\pm 45^\circ$  und  $90^\circ$  zur Extrusionsrichtung aus dem Castfilm ausgestanzt und an diesen der E-Modul sowie die Streckgrenze bestimmt. Die hierfür verwendete Probengeometrie ist identisch mit der in Abb. 3.7. Da die Proben an einer konventionellen Zugprüfmaschine (Zwick Z050; Kraftaufnehmer 1 kN) bei Raumtemperatur untersucht wurden, entfiel das Aufkleben von entsprechenden Halterungen für das Dehnrheometer. In Abb. A-4 sind die Streckspannung und der E-Modul für diese Proben dargestellt. Im Rahmen der Messgenauigkeit sind die Streckspannung wie auch der E-Modul für die verschiedenen betrachteten Richtungen nahezu identisch. Aufgrund dessen kann davon ausgegangen werden, dass keine signifikante Vororientierung im Castfilm vorliegt.

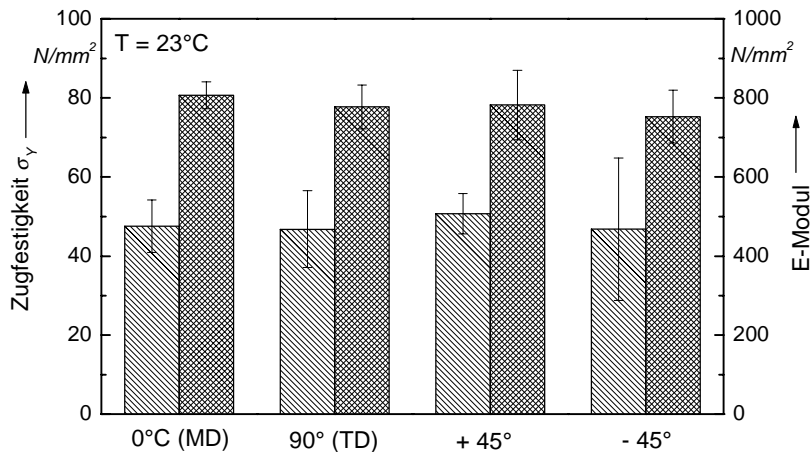


Abb. A-4 Abhängigkeit des E-Moduls und der Streckspannung des Castfilms vom betrachteten Winkel zur Extrusionsrichtung (PP-1).

#### A.2.4 Einfluss der Verstrecktemperatur auf die Abweichungen des Deformationsverhaltens in MD- und TD-Richtung

Abb. A-5 zeigt biaxiale Spannungs-Dehnungskurven von PP-6 bei Temperaturen von 140 °C, 150 °C und 160 °C. Dieser Darstellung ist zu entnehmen, dass die Abweichungen in den Spannungs-Dehnungskurven in MD- und TD-Richtung, wie sie in Kap. 3.2.3 beschrieben und diskutiert werden, unabhängig von der Verstrecktemperatur sind.

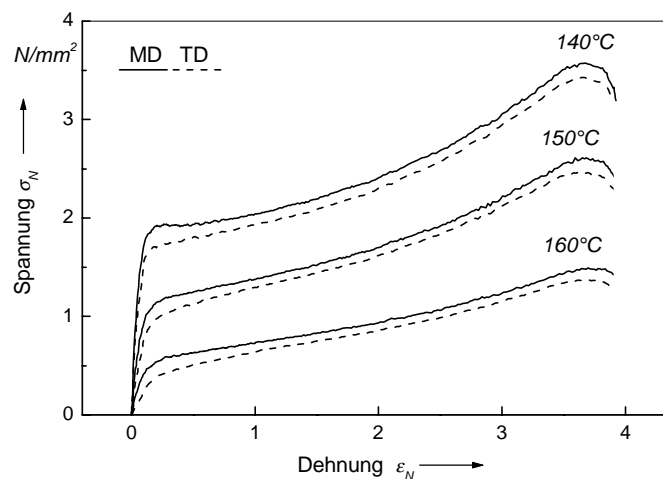


Abb. A-5 Einfluss der Verstrecktemperatur auf die Unterschiede zwischen den Spannungs-Dehnungskurven in MD- und TD-Richtung (PP-6).

### A.2.5 Einfluss der Verstrecktemperatur auf die Reproduzierbarkeit

In Abb. A- 6 sind jeweils sieben Spannungs-Dehnungskurven von PP-6 dargestellt, die aus simultanen äquibiaxialen Verstreckversuchen bei 150 °C und 160 °C resultieren. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind nur die Kurven in MD-Richtung aufgezeigt. Die zugrundeliegenden Verstreckversuche wurden innerhalb einer Messserie durchgeführt, wobei die Ofentemperatur bei 150 °C um maximal 1,5 °C und bei 160 °C um maximal 1,3 °C schwankte. Bei 160 °C führen die Schwankungen der Ofentemperatur zu einer deutlich stärkeren Streuung der Spannungs-Dehnungskurven als bei 150 °C. Für die Messserie bei einer eingestellten Ofentemperatur von 160 °C lässt sich zudem das Spannungsniveau mit der realen gemessenen Verstrecktemperatur korrelieren. Je höher die Ofentemperatur ist, desto niedriger sind die detektierten Spannungen. Bei 150 °C ist hingegen eine derartige Korrelation nicht möglich, die Kurven liegen fast deckungsgleich übereinander. Die Ursache hierfür dürfte darin liegen, dass bei 160 °C geringe Abweichungen in der Temperatur größere morphologische Veränderungen bewirken, als dies bei 150 °C der Fall ist. DSC-Aufschmelzkurven machen dies deutlich (siehe Abb. 5.2).

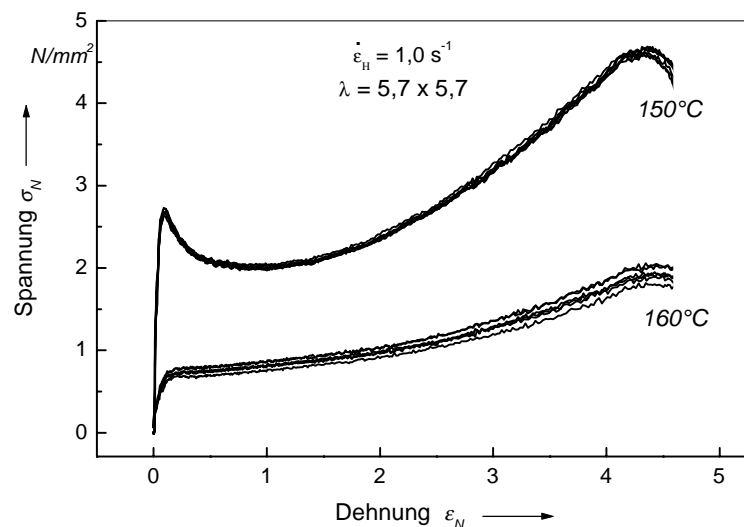


Abb. A- 6 Reproduzierbarkeit von Spannungs-Dehnungskurven innerhalb einer Messserie (Biaxiale Verstreckung bei 150°C und 160°C; MD-Verstreckrichtung; PP-6).

### A.3 Einfluss der Aufheizzeit auf das Deformationsverhalten

Für die Polypropylene PP-2, PP-5 und PP-6 ist in Abb. A- 7 der Einfluss der Aufheizzeit  $t_A$  auf die Streckspannung  $\sigma_Y$  dargestellt. Die Proben wurden biaxial bei 150 °C verstreckt. Da PP-2 bei den

verwendeten Reckparametern keine Streckgrenze sondern lediglich eine Art Stufe zu Beginn des Spannungsverlaufes zeigt, wird für dieses Material die Höhe der Spannung bei  $\epsilon_N = 0,4$  in Abhängigkeit von der Aufheizzeit betrachtet. Obwohl sich die drei Materialien deutlich in ihrer Morphologie unterscheiden (siehe Kap. 5), kann nach einer Aufheizzeit von  $t_A = 40$  s jeweils eine minimale Streckspannung bzw. ein minimaler Spannungswert bei  $\epsilon_N = 0,4$  beobachtet werden. Nach Aufheizzeiten von 20 s und 60 s liegt das betrachtete Spannungsniveau höher. Somit liegt nach einer Aufheizzeit zwischen 20 s und 60 s, unabhängig von dem betrachteten Material, ein idealer Zustand in Bezug auf eine minimale Abzugskraft vor. Dieser ideale Aufheizzustand korreliert mit einem Zustand minimaler Kristallinität. In Abb. A-8 ist die Schmelzenthalpie von PP-6-Proben dargestellt, die unterschiedlich lange bei 150 °C in einem Ölbad getempert und anschließend abgeschreckt wurden. Durch die Variation der Temperzeit wird eine unterschiedlich lange Aufheizzeit simuliert. Die sich einstellende Morphologie wird durch das Abschrecken der Proben eingefroren. Ein erneutes Aufheizen dieser Proben im DSC-Experiment führt zu dem in Abb. A-8 dargestellten Ergebnis. Nach einer Temperzeit von 45 s konnte eine minimale Kristallinität festgestellt werden. Der Schluss, dass nach einer Aufheizzeit von 40 s aufgrund einer minimalen Kristallinität minimale Streckspannungen resultieren, wird dadurch bekräftigt.

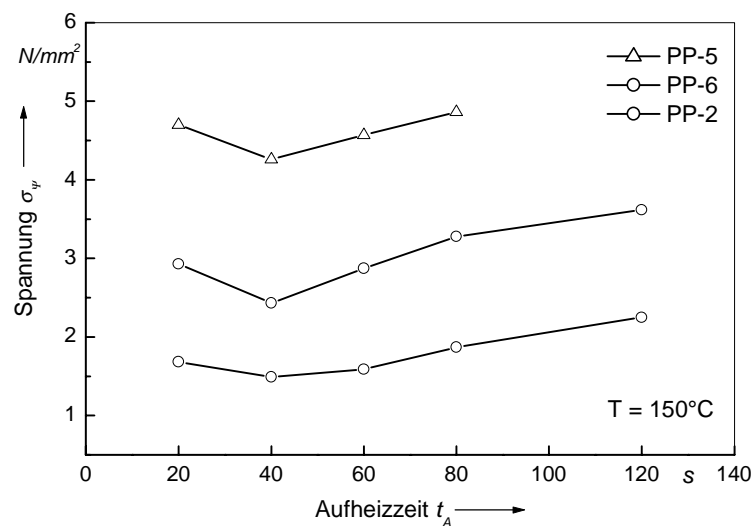


Abb. A-7 Einfluss der Aufheizzeit auf die Streckspannung der Polypropylene PP-2, PP-5 und PP-6 ( $v_{ab} = 167$  mm/s; MD-Verstreckrichtung).



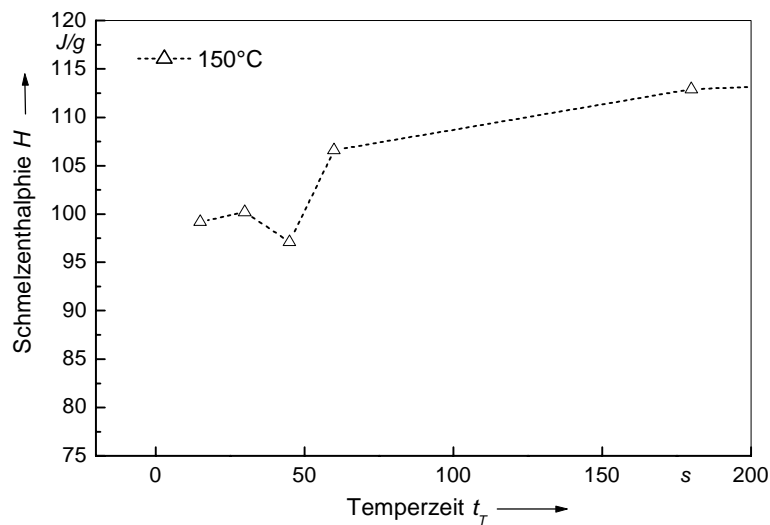


Abb. A-8 Einfluss der Temperaturzeit bei 150 °C auf die Schmelzenthalpie von PP-6-Proben.

#### A.4 DSC-Untersuchungen an Castfilmen und verstreckten Folien

Die Castfilme PP-1-AB1, PP-1-AB2, PP-1-AB3 und PP-1-AB4 sowie die daraus hervorgegangenen verstreckten Folien wurden mittels DSC hinsichtlich ihres Kristallinitätsgrades untersucht. Die simultane äquibiaxiale Verstreckung dieser morphologisch unterschiedlichen Castfilme erfolgte bei 150°C bis zu einem Reckverhältnis von 4,9 x 4,9, die Reckgeschwindigkeit betrug  $1 \text{ s}^{-1}$ . In Abb. A-9 sind die Kristallinitätsgrade der Castfilme sowie die der verstreckten Folien gegenübergestellt. Unabhängig von der Morphologie besitzen die verstreckten Folien einen deutlich höheren Kristallinitätsgrad als die zugrundeliegenden Castfilme. Der Kristallinitätsgrad der verstreckten Folien ist im Rahmen der Messgenauigkeit für die verschiedenen Morphologien zudem nahezu identisch, wohingegen die Kristallinitätsgrade der Castfilme deutlich stärker variieren.

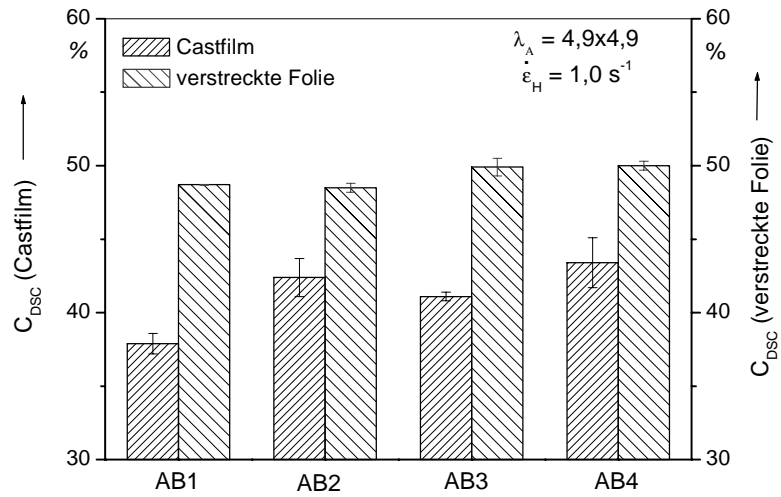


Abb. A-9 Kristallinitätsgrad der Castfilme und der daraus verstreckten Folien [Cap01b] der Morphologien AB1, AB2, AB3 und AB4 von PP-1.