

KfK 4880
Juni 1991

Beitrag zum mechanischen Verhalten faserverstärkter Gläser

**D. Spelman-Kranich
Institut für Material- und Festkörperforschung**

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 4880

**BEITRAG ZUM MECHANISCHEN VERHALTEN
FASERVERSTÄRKTER GLÄSER**

D. Spelman-Kranich

**von der Fakultät für Maschinenbau
der Universität Karlsruhe (TH)
genehmigte Dissertation**

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript gedruckt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Kurzfassung

Beitrag zum mechanischen Verhalten faserverstärkter Gläser

D. Spelman-Kranich

Die mechanischen Eigenschaften von vier faserverstärkten Gläsern wurden unter quasi-statischen Bedingungen untersucht. Im Fall der "Nicalon" SiC-faserverstärkten Materialien wird gezeigt, daß die Grenzflächenscherfestigkeit durch eine kohlenstoffreiche Zwischenschicht kontrolliert wird.

Zwei Arten von Matrixrißbildung wurden beobachtet. Bei niedrigen Grenzflächenscherfestigkeiten wurden lange Risse gefunden, die durch die klassische Theorie von Aveston, Cooper und Kelly zu beschreiben sind. Jedoch bei höheren Grenzflächenscherfestigkeiten sind die Risse viel kürzer und die Ablösung an der Grenzfläche spielt eine wichtige Rolle.

Die Festigkeit der Verbundwerkstoffe wird durch die Fasereigenschaften bestimmt. Wegen ihrer höheren Festigkeit haben die Werkstoffe, die mit C-Fasern verstärkt wurden, die höchsten Festigkeiten aller untersuchten Materialien. Im Fall der "Nicalon"-Faser haben die Prozeßparameter einen starken Einfluß auf die Verbundfestigkeit. Eine zu hohe Preßtemperatur bewirkt eine Abnahme der Faserfestigkeit und dadurch der Verbundfestigkeit.

Mit zunehmender Prüftemperatur bleibt die Verbundfestigkeit konstant bzw. steigt geringfügig. Oberhalb einer bestimmten Temperatur, die nicht mit der Glastransformationstemperatur übereinstimmt, fallen Festigkeit und E-Modul rasch ab.

Die Kriechgeschwindigkeit der Matrix wird deutlich durch den Einbau langer Fasern reduziert. Da die Fasern kaum kriechen, kann der Prozeß durch eine Spannungsumlagerung von der Matrix auf die Fasern erklärt werden.

Abstract

Aspects of the Mechanical Behaviour of Fibre-Reinforced Glasses

D. Spelman-Kranich

The mechanical properties of 4 different fibre-reinforced glass composites were examined under quasi-static conditions. In the case of the "Nicalon" SiC-fibre-reinforced materials it is shown that the fibre-matrix interfacial strength is controlled by a carbon rich boundary layer and partially by other precipitates in the matrix.

Two forms of matrix cracking were observed. At low interfacial shear strengths long cracks are seen, which can be described by the classical theory. However in the case of higher interfacial strengths the cracks are much shorter and debonding at the interface plays a more important role.

The ultimate strength of the composites is determined by the properties of the fibres. Due to the higher strength of the carbon fibres the composites using these fibres have the highest strengths of the examined materials. In the case of the "Nicalon" fibres the processing parameters have a large influence on the strength of the composites. A too high press temperature causes thermal degradation of the fibres and reduces the strength of the composites.

With higher testing temperatures the strength of the composites remains constant or increases slightly. Beyond a temperature, which is not identical with the glass transition temperature, the strength and Young's modulus of the composites fall drastically.

The creep rate of the matrix is greatly reduced by the incorporation of long fibres. Since the fibres hardly creep the process can be described by stress transfer from the matrix to the fibres.

Inhaltsverzeichnis

		Seite
	Verzeichnis der verwendeten Symbole	1
1	Einleitung	5
2	Grundlagen faserverstärkter Keramik	9
2.1	Das mechanische Verhalten	9
2.1.1	Spannungszustände im Verbund	9
2.1.2	Belastung im linear-elastischen Bereich	11
2.1.3	Erste Schädigung in der Matrix	13
2.1.4	Versagen des Verbunds durch Faserbruch und Pull-out	22
2.2	Stand der Materialentwicklung auf dem Gebiet der faserverstärkten Gläser und Glaskeramik	24
2.3	Werkstoffprüfung	27
2.3.1	Zugprüfung	27
2.3.2	Messung der Grenzflächenfestigkeit	30
2.3.3	Scherversuch	33
2.3.4	Biegeversuch	39
2.3.5	Schallemissionsanalyse	41
3	Untersuchte Materialien	47
3.1	Komponenten	47
3.1.1	Faser	47
3.1.2	Glasmatrix	49
3.2	Herstellungsprozeß	51
4	Experimentelle Vorgehensweise	55
4.1	Zugversuch	55
4.2	Scherversuch	57
4.3	Biegeversuch	60
4.4	Bestimmung der Faser-Matrix Grenzflächenfestigkeit	61
4.5	Schallemissionsanalyse	62
5	Ergebnisse	67
5.1	Berechnung der thermischen Spannungen	67
5.2	Gefüge der untersuchten Materialien	76
5.3	Biegeversuche	86
5.3.1	Raumtemperaturversuche	86
5.3.1.1	Duranmatrices	86
5.3.1.2	Nicalon verstärktes Supremaxglas	97
5.3.1.3	Nicalon verstärktes "A"-Glas	103
5.3.2	Hochtemperatureigenschaften	105
5.3.3	Kriechuntersuchungen	114
5.4	Zugversuch	120
5.5	Schallemissionsanalyse	128
5.6	Grenzflächenschersfestigkeit	146
5.7	Scherversuche	149

6	Diskussion	151
6.1	Raumtemperatureigenschaften	151
6.1.1	Thermische Spannungen und Grenzflächeneigenschaften	151
6.1.2	Elastische Verformung	154
6.1.3	Matrixrißbildung	155
6.1.4	Versagen und Festigkeit	162
6.2	Hochtemperatureigenschaften	167
6.2.1	Kurzzeiteigenschaften im Biegeversuch	167
6.2.2	Kriecheneigenschaften	168
7.	Zusammenfassung	173
8	Literaturverzeichnis	177
<u>Anhang</u>		
A.1	Ergebnisse der Kriechauswertung	187
A.2	Probenbezeichnung	192

Verzeichnis der verwendeten Symbole

A	Querschnittsfläche einer Faser
A'	Vorfaktor in Gl. 75
A''	Vorfaktor in Gl. 77
A_0	Normierungsfläche
A_1, A_2	Konstanten bei der Beschreibung der thermischen Spannungen in der Faser bzw. Matrix
a	Konstante in Gl. 76
B	Konstante in Gl. 77
B_1, B_2	Konstanten bei der Beschreibung der thermischen Spannungen
b	Probenbreite
b'	Exponent des Potenzgesetzes nach Pollock
C	Exponent in Gl. 75
C_1, C_2	Konstanten bei der Beschreibung der thermischen Spannungen
C^*	Exponenten des Kriechgesetzes Gl. 87
c	Rißlänge
c_0	charakteristische Rißlänge
c_n	Normierungsrißlänge (Gl. 24)
d_a, d_i	Abmessungen der äußeren bzw. inneren Eindrücke beim Marshall-Versuch
E	E-Modul
F	angelegte Kraft
f_m	Mittlere Durchbiegung beim Biegeversuch
G	Schubmodul
H	Härte
h	Probenhöhe
I	dimensionsloser Rißgeometriefaktor
K_c	kritischer Spannungsintensitätsfaktor
K_c^L	K_c des Verbundkörpers beim Betrachten von kurzen Rissen
K_c^m	K_c der Matrix
L	Länge, beim Versuch nach Strobl, über die die Matrix gegenüber den Fasern verschoben wird
L_m	Länge, beim Marshall-Versuch, über die die Fasern gegenüber der Matrix verschoben werden
l	Stützweite

l_a, l_i	Abstand zwischen den äußeren bzw. inneren Auflagern bei asymmetrischen Biegeversuchen
l_d	Ablöselänge
l_{po}	Pull-out-länge
\bar{l}_{po}	mittlere Pull-out Länge
M	Exponent in Kriechgesetz
m	Weibullmodul
P	Versagenswahrscheinlichkeit
R	charakteristische radiale Entfernung
r	radiale Laufkoordinate
r_f	Faserradius
r_m	Radius des Matrixschlauchs
S_0	charakteristische Faserfestigkeit
\bar{S}	mittlere Faserfestigkeit
T	Temperatur
T_g	Glastransformationstemperatur
t_0, t_a, t_e	Normierungszeit, Anfangszeit bzw. Zeit am Ende der Kriechauswertung
U	Amplitude eines Schallemissionsereignisses
V	Volumenanteil der Faser bzw. Matrix
V_A	Verarbeitungstemperatur
WOF	Bruchenergie (Work of Fracture)
x	Abstand zwischen Matrixrisse
\bar{x}	mittlerer Abstand zwischen Matrixrisse
x'	Laufkoordinate längs der Faser

Indices

c	Verbundeigenschaft
f	Fasereigenschaft
m	Matrixeigenschaft
r	Eigenschaft radial zur Faserrichtung
x	Eigenschaft parallel zur angelegten Kraft
y	Eigenschaft senkrecht dazu (in der Breite)
z	Eigenschaft axial zur Faserrichtung
Θ	Eigenschaft in tangentialer Richtung bezüglich der Faser

Griechische Buchstaben

α	thermischer Ausdehnungskoeffizient
γ_m	Bruchenergie der Matrix
γ_d	Bruchenergie der Grenzfläche
ϵ	Dehnung
ϵ_{cu}	Bruchdehnung des Verbundes
ϵ_{fu}	Bruchdehnung der Fasern
ϵ_{ges}	Gesamtdehnung bei Kriechversuchen
ϵ_k	kritische Kriechdehnung
ϵ_{mc}	Dehnung am Ende mehrfacher Matrixrißbildung
ϵ_{mu}	Bruchdehnung der Matrix
ϵ_{50}	Dehnung nach 50 h Kriechen
μ	Reibungskoeffizient
ν	Poissonzahl
σ	Spannung
σ_0	Matrixrißspannung wenn keine Bindung an der Grenzfläche besteht und keine thermische Spannungen vorhanden sind
σ_{cr}	Matrixrißspannung im allgemeinen
σ_K	Knickspannung
σ_{mu}	Spannung in der Matrix bei Matrixrißbildung
σ_n	Normierungsspannung
σ_o	charakteristische Spannung
σ_{SE}	Spannung bei erster Schallemission
σ_t	Zugfestigkeit
τ	Grenzflächenscherfestigkeit
τ'	Grenzflächenscherfestigkeit nach Ablösung der Fasern
τ^*	Scherspannung an der Grenzfläche bei Faser-Matrix-Bindung
τ_B	Scherspannung in einer Biegeprobe beim Bruch
τ_s	makroskopische Scherspannung
Ω	dimensionsloser Rißgeometriefaktor

Abkürzungen der verwendeten analytischen Verfahren

EDX	energiedispersive-Röntgen-Analyse
HRAES	Hochauflösende Augerelektronenspektroskopie
REM	Rasterelektronenmikroskopie
SEA	Schallemissionsanalyse

1. Einleitung

Moderne keramische Werkstoffe haben wichtige Vorteile gegenüber anderen Werkstoffen, z.B. höhere maximale Einsatztemperaturen, gute Verschleißigenschaften und niedrige Dichten. Ihre Festigkeiten wurden in den letzten Jahren zu immer höheren Werten entwickelt. Ein gravierender Nachteil hat jedoch den Einsatz solcher Materialien im Maschinenbau begrenzt und zwar ihre Sprödigkeit. Hiermit hängt als zweites Problem die Streuung der Festigkeitswerte zusammen. Eine Abhilfe verspricht die Verstärkung keramischer Werkstoffe mit langen Fasern. Der Rißfortschritt durch die Matrix wird von den Fasern aufgrund verschiedener Mechanismen entscheidend verändert, so daß wesentlich höhere Bruchenergien im Vergleich zu den unverstärkten Werkstoffen erreicht werden. Das Versagen dieser Materialien geschieht nicht spontan, sondern wird durch verschiedenartige Schädigungen "angekündigt". Daher könnte in vielen Fällen ein Bauteil rechtzeitig vor dem endgültigen Versagen ausgetauscht werden.

Im Besonderen bringt die Faserverstärkung deutliche Eigenschaftsverbesserungen bei den Gläsern. Im Vergleich zu kristallinen keramischen Werkstoffen haben diese geringe E-Moduln. Die verstärkenden Fasern dagegen haben hohe Steifigkeiten, so daß durch Kraftübertragung von der Glasmatrix auf die Fasern eine deutliche Erhöhung der Festigkeit erreicht wird. Durch z.B. den Einbau von Kohlenstofffasern in Pyrex-Glas kann die Biegefestigkeit von weniger als 200 MPa auf ca. 1300 MPa gesteigert werden. Verglichen mit faserverstärkten Keramiken lassen sich faserverstärkte Gläser mit relativ einfachen Mitteln herstellen. Hierbei lassen sich, im Gegensatz zu den faserverstärkten Keramiken, die theoretisch vorausgesagten Eigenschaften des Systems fast vollkommend erreichen. Durch den Einsatz entsprechender Gläser können auch Betriebstemperaturen erzielt werden, bei denen viele Metallegierungen ausscheiden.

In der vorliegenden Arbeit werden die Verformungs- und Versagensmechanismen faserverstärkter Gläser unter quasi-statischer Belastung untersucht. Nach einer ausführlichen Darstellung der vorhandenen theoretischen Modelle zur Beschreibung des mechanischen Verhaltens, werden auch die existierenden Prüfmethode vorgestellt.

Für das Verständnis der mechanischen Eigenschaften hat die Faser-Matrix Grenzfläche eine entscheidende Bedeutung. Ist

die Grenzfläche zu fest, wird zwar u.U. die Festigkeit der Matrix erhöht, aber beim Reißfortschritt kommt es zu keinen energieverzehrenden Prozessen und der Verbund versagt spröde. Eine zu niedrige Grenzflächenfestigkeit würde vor allem die Kraftübertragung von einer Komponente auf die andere erschweren. Dies könnte zum Versagen des Bauteils an den Kraftangriffspunkten führen. Diese Grenzflächenfestigkeit, meistens als die Scherfestigkeit ausgedrückt, wird beim Fehlen einer chemischen Bindung bzw. eines Formschlusses, durch die Vorspannungen im Verbund bestimmt. Diese werden durch die thermische Fehlpassung der beiden Komponenten verursacht. Hierbei sind, bei Glasmatrixes, die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Fasern und der Matrix sowie die Glastransformationstemperatur der Matrix die bestimmenden Größen. Um verschiedene Grenzflächenzustände zu erzeugen, werden drei Matrixes mit in dieser Hinsicht unterschiedlichen Eigenschaften untersucht. Als Verstärkung werden bei allen drei Matrixes die "Nicalon"-Fasern benutzt. Beim Duran-Glas kommen auch die T-800 C-Fasern zur Anwendung. Für alle vier Systeme werden die thermische induzierten Spannungen in den drei Raumrichtungen berechnet. Anschließend werden die Gefüge der Verbundwerkstoffe vorgestellt. Die Grenzflächenscherfestigkeit wird mit verschiedenen Methoden bestimmt.

Durch Biege- und Zugversuche werden einige mechanische Kenngrößen bei Raum- und Hochtemperatur ermittelt. Um einzelne Versagensmechanismen zu erkennen und zu charakterisieren, wird die Schallemissionsanalyse bei Raumtemperatur eingesetzt. Diese kommt besonderes bei der Untersuchung der Matrixrißbildung zur Geltung. Über die Matrixrißbildung sind in der letzten Zeit viele theoretischen Arbeiten erschienen. Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit werden mit diesen Modellen verglichen, um Kenntnisse über den Verlauf solcher Vorgänge zu gewinnen.

Ein weiterer Schwerpunkt der Arbeit ist das Versagen der Verbundwerkstoffe. Die Art des Versagens, z.B. durch Delamination oder durch Pull-out, beeinflußt die Bruchenergie solcher Werkstoffe. Die Einflußfaktoren beim Versagen werden daher untersucht.

Bei erhöhter Temperatur werden die Biegeeigenschaften gemessen und mit den Raumtemperatureigenschaften verglichen. Es wird sowohl über kurz- als auch über langzeitige Versuche berichtet. Hierdurch können Aussagen über die Krieeigenschaften der Werkstoffen gemacht werden.

Die verwendeten Werkstoffe, die vom Institut für nichtmetallische Werkstoffe der TU Berlin hergestellt wurden, werden erst seit 1986 produziert. Sie haben daher den Entwicklungsstand anderer ausgereifter Werkstoffe noch nicht erreicht. Diese Arbeit soll auch ein Beitrag zu ihrer weiteren Entwicklung leisten.

2. Grundlagen faserverstärkter Keramik

2.1 Das mechanische Verhalten

2.1.1 Spannungszustände im Verbund

Durch die unterschiedlichen thermischen und mechanischen Eigenschaften von Faser und Matrix kommt es während der Abkühlung des Verbunds von der Herstellungstemperatur zur Ausbildung von Spannungen in der Faser und in der Matrix. Diese Spannungen können von großer Wichtigkeit für die mechanischen Eigenschaften sein. Wird zum Beispiel die spröde Glasmatrix einer zu hohen thermischen Zugspannung ausgesetzt, kann sie ohne äußere Last reißen. Weiterhin sind die radial auf die Fasern wirkenden Spannungen von Einfluß.

Bei einem Faserverbundwerkstoff ist die Grenzflächenfestigkeit zwischen Faser und Matrix ein kontrollierender Faktor für die mechanischen Eigenschaften. Die Grenzflächenfestigkeit kann durch die radialen thermischen Spannungen erheblich beeinflusst werden. Eine Druckspannung auf der Grenzfläche kann erhöhend, eine Zugspannung eher erniedrigend wirken.

Für die Berechnung der Spannungen wird in vielen Arbeiten ein Ein-Faser-Modell benutzt, bei dem die Faser von einem Zylinder aus Matrixmaterial umgeben ist. Dieses Modell wird z.B. von Chawla [1] verwendet, der sich auf frühere Arbeiten von Poritzky [2] stützt.

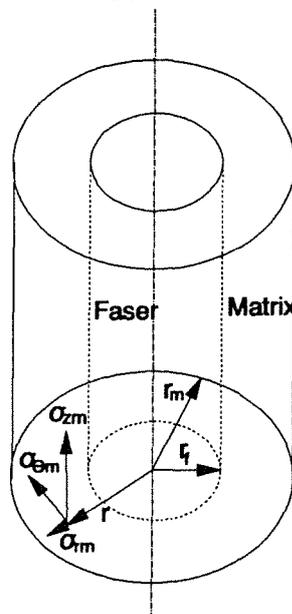


Abb. 1: Ein-Faser-Modell nach Poritzky aus [1]

Für den äußeren Matrix-Zylinder folgt aus den Grundgleichungen der Thermoelastik (Timoshenko und Goodier [3]) den folgenden Ansatz, wobei die Bezeichnungen wie in Abb. 1 verwendet werden und A_1 , A_2 , B_2 , C_1 und C_2 zunächst unbekannte Konstanten sind, die es zu bestimmen gilt:

$$\sigma_{rm} = A_2 + B_2/r^2 \quad ; \quad \sigma_{\Theta m} = A_2 - B_2/r^2 \quad \text{und} \quad \sigma_{zm} = C_2 \quad (1)$$

Für die Faser gilt:

$$\sigma_{rf} = \sigma_{\Theta f} = A_1 \quad \text{und} \quad \sigma_{zf} = C_1 \quad (2)$$

An der Grenzfläche ($r = r_f$) sind die radialen Spannungen in Faser und Matrix gleich

$$A_2 + B_2/r_f^2 = A_1$$

und über den ganzen Querschnitt gleichen sich die axialen Spannungen aus, so daß sich

$$C_2(r_m^2 - r_f^2) + C_1 r_f^2 = 0$$

ergibt. Außerdem ist $\sigma_{rm} = 0$ bei $r = r_m$ oder

$$A_2 + B_2/r_m^2 = 0$$

Daraus folgt:

$$\sigma_{rm} = A_2(1 - r_m^2/r^2) \quad \sigma_{\Theta m} = A_2(1 + r_m^2/r^2) \quad \sigma_{zm} = C_2 \quad (3)$$

wobei B_2 entfällt. Für die Faser gilt somit:

$$\sigma_{rf} = \sigma_{\Theta f} = A_2(1 - r_m^2/r_f^2) \quad \sigma_{zf} = C_2(1 - r_m^2/r_f^2) \quad (4)$$

A_2 und C_2 sind gegeben durch:

$$A_2 = \frac{1}{\Lambda} \left| \begin{array}{cc} (\alpha_2 - \alpha_1)(T - T_0) & \frac{(1 - r_m^2/r_f^2)}{E_1} - \frac{1}{E_2} \\ (\alpha_2 - \alpha_1)(T - T_0) & \frac{\nu_2}{E_2} - \frac{\nu_1(1 - r_m^2/r_f^2)}{E_1} \end{array} \right| \quad (5)$$

$$C_2 = \frac{1}{\Lambda} \left| \begin{array}{cc} \frac{2\nu_m}{E_2} - \frac{2\nu_1((1 - r_m^2/r_f^2))}{E_1} & (\alpha_2 - \alpha_1)(T - T_0) \\ \frac{(1 - r_m^2/r_f^2)(1 - \nu_1)}{E_1} - \frac{(1 - \nu_2) + \frac{r_m^2}{r_f^2}(1 + \nu_2)}{E_2} & (\alpha_2 - \alpha_1)(T - T_0) \end{array} \right| \quad (6)$$

$$\text{mit } \Lambda = \begin{vmatrix} \frac{2\nu_2}{E_2} - \frac{2\nu_1(1 - r_m^2/r_f^2)}{E_1} & \frac{(1 - r_m^2/r_f^2)}{E_1} - \frac{1}{E_2} \\ \frac{(1 - r_m^2/r_f^2)(1 - \nu_1)}{E_1} - \frac{(1 - \nu_2) + \frac{r_m^2}{r_f^2}(1 + \nu_2)}{E_2} & \frac{\nu_2}{E_2} - \frac{\nu_1(1 - r_m^2/r_f^2)}{E_1} \end{vmatrix}$$

wo α_i, ν_i und E_i der Ausdehnungskoeffizient, die Poissonzahl bzw. der E-Modul für die i -te Komponente sind, T die Temperatur bei der die Spannungen berechnet werden sollen und T_0 die Herstellungstemperatur bzw. bei Glas die Glastransformationstemperatur sind. Hierbei wurden mathematische Fehler in der originellen Arbeit korrigiert.

Für anisotrope Fasern ist die Lösung nach Poritsky [2] nicht ausreichend. Die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und E-Moduln in den axialen und radialen Richtungen müssen berücksichtigt werden. Hsueh und Becher [4] geben eine Herleitung für den isotropen Fall an, die für den anisotropen Fall leicht erweitert werden kann. Diese Herleitung wird in Kap. 5.1 dargestellt.

2.1.2 Belastung im linear-elastischen Bereich

Zu einfachen Formeln für die Berechnung der Verbundeigenschaften aus denen der Komponenten zu berechnen, führt die Mischungsregel, die auf Voigt [5] zurückgeht. Mit deren Hilfe lassen sich einige Eigenschaften von Verbundwerkstoffen, wie zum Beispiel Dichte, thermische und elektrische Leitfähigkeiten sowie elastische Konstanten, annähernd bestimmen. In diesem Abschnitt werden die Spannungen und der E-Modul parallel zu den Fasern in einem unidirektional verstärkten Werkstoff bestimmt, wobei die Lasteinbringung gleichfalls parallel zu den Fasern erfolgt.

Für einen Faserverbundwerkstoff, der parallel zur Faser-
richtung belastet wird, läßt sich die Spannung im Verbund
durch ein additives Gesetz angeben

$$\sigma_c = \sigma_f \cdot V_f + \sigma_m \cdot V_m \quad (7)$$

wobei σ die Spannung und V der Volumenanteil der Komponenten
sind. Die Indices c , f , m geben die Verbund-, Faser-,
bzw. Matrixeigenschaften an. Wenn die Faser und Matrix fest
verbunden sind, weisen die Dehnungen in Faser und Matrix
gleiche Werte auf.

$$\epsilon_c = \epsilon_m = \epsilon_f = \epsilon \quad (8)$$

Aus Gl. 8 können die Spannungen in der Faser und der Matrix
berechnet werden. Nach Gl.8 sind die Dehnungen in beiden
Komponenten gleich und es folgt $\sigma_m = E_m \cdot \epsilon_c$.

$$\text{mit } \epsilon_c = \frac{\sigma_c}{E_c} \quad \text{ist } \sigma_m = \frac{E_m}{E_c} \cdot \sigma_c \quad (9)$$

wobei σ_c die Spannung gemittelt über den ganzen Verbund-
körper, d.h. die angelegte Spannung ist.

Dabei ist der E-Modul gegeben durch:

$$E_c = \frac{\sigma_c}{\epsilon} = \frac{\sigma_f \cdot V_f}{\epsilon} + \frac{\sigma_m \cdot V_m}{\epsilon} = E_f \cdot V_f + E_m \cdot V_m \quad (10)$$

Diese Beziehung entspricht der Mischungsregel. Sie gibt
eine gute Abschätzung des E-Moduls, ist aber selten genau,
da sie, was besonders bei keramischen Werkstoffen wichtig
ist, die Porosität nicht berücksichtigt. Dies wird am ein-
fachsten behoben, indem die Volumenanteile korrigiert wer-
den. Weitere Ansätze, die die Spannungen im Verbund be-
schreiben, sind z. B. von Sarkar et al [6] entwickelt wor-
den.

Diese Mischungsregel (Gl.10) gibt nur dann eine exakte
Lösung, wenn die Poissonzahlen der beiden Komponenten
gleich sind. Im allgemeinen Fall müssen die individuellen
Querkontraktionen berücksichtigt werden. Dies wurde z.B.
von Paul [7] gemacht. In dieser Arbeit wird die obere
Grenze für E folgendermaßen angegeben:

$$E_c \leq \frac{1 - \nu_f + 2\lambda(\lambda - 2\nu_f)}{1 - \nu_f - 2\nu_f^2} \cdot E_f \cdot V_f + \frac{1 - \nu_m + 2\lambda(\lambda - 2\nu_m)}{1 - \nu_m - 2\nu_m^2} \cdot E_m \cdot V_m \quad (11)$$

$$\lambda = \frac{\nu_f(1 + \nu_m)(1 - 2\nu_m)V_f \cdot E_f + \nu_m(1 + \nu_f)(1 - 2\nu_f)V_m \cdot E_m}{(1 + \nu_m)(1 - 2\nu_m)V_f \cdot E_f + (1 + \nu_f)(1 - 2\nu_f)V_m \cdot E_m}$$

Dieser Ausdruck ist wie Gl.10 für Verbundwerkstoffe i.a. als obere Grenze anzusehen. Die untere Grenze erhält man, in dem man statt wie in Gl. 8 die Dehnungen die Spannungen in beiden Komponenten gleichsetzt. Dies entspricht, ähnlich wie Gl. 10 in erster Näherung, dem Fall, daß die Fasern senkrecht zu der angelegten Last liegen. Man erhält damit:

$$\frac{1}{E_c} = \frac{V_m}{E_m} + \frac{V_f}{E_f} \quad (12)$$

2.1.3 Erste Schädigung in der Matrix

Ansatz nach Aveston, Cooper und Kelly [8,9]

Der Verlauf der Spannungs-Dehnungskurve kann mit dem oben ausgeführten Ansatz bis zur ersten Schädigung einer Komponente beschrieben werden. Besitzt die Matrix eine geringere Bruchdehnung als die Faser, wird sie zuerst versagen.

Von Aveston, Cooper und Kelly (ACK) [8,9] wurden die Begriffe des einfachen und mehrfachen Bruchs eingebracht. Diese Modelle berücksichtigen den in der Praxis häufigen Fall, daß die beiden Komponenten des Verbunds unterschiedliche Bruchdehnungen aufweisen. Zunächst wird jedoch der Fall betrachtet, daß die Bruchdehnung der Faser kleiner als die der Matrix ist. Dann wird der Verbund bei dieser kleineren Dehnung brechen, wenn die Matrix die zusätzliche Last nicht aufnehmen kann, d.h. wenn gilt

$$\sigma_{fu} > \sigma_{mu} \cdot V_m - \sigma'_m \cdot V_m \quad (13)$$

Dabei bezeichnen σ_{fu} und σ_{mu} die Festigkeit der Faser und Matrix, σ'_m gibt die Spannung in der Matrix bei der Bruchdehnung der Faser an. Wenn diese Bedingung nicht erfüllt wird, d.h.

$$\sigma_{fu} < \sigma_{mu} \cdot V_m - \sigma'_m \cdot V_m$$

dann brechen die Fasern an mehreren Stellen mit zunehmender Spannung, bis die Bruchdehnung der Matrix erreicht wird. Die Fasern werden in einer Länge zwischen x und $2x$ gebrochen. Es wurde gezeigt, daß

$$x = \frac{\sigma_{fu} \cdot r_f}{2\tau} \quad (14)$$

wobei r_f der Radius der Faser ist und τ die Scherfestigkeit der Faser/Matrix-Grenzfläche angibt. Hier ist x die sog. kritische Länge der Faser, d.h. die kleinste Faserlänge, die im Verbund durch Zugkräfte gebrochen werden kann.

Für faserverstärkte Keramiken ist der andere Fall von größerem Interesse, bei dem die Faser eine höhere Bruchdehnung als die Matrix hat. Die Matrix wird dann an mehreren Stellen gebrochen, wenn

$$\sigma_{fu} > \sigma_{mu} \cdot V_m + \sigma'_f \cdot V_f \quad (15)$$

wobei entsprechend Gl. 13 σ'_f die Spannung in der Faser bei der Bruchdehnung der Matrix ist. Der Abstand der Risse voneinander liegt zwischen x und $2x$. Für diesen Fall gilt

$$x = \frac{V_m}{V_f} \cdot \frac{\sigma_{mu} \cdot r_f}{2 \cdot \tau} \quad (16)$$

Nach Kimber und Keer [10] ist aufgrund statistischer Überlegungen der durchschnittliche Rißabstand durch

$$\bar{x} = 1,337x \quad (17)$$

gegeben. Aus Gl.15 erkennt man, daß es einen kritischen Fasergehalt gibt, bei dem der Bruchmodus vom einfachen zum mehrfachen Bruch wechselt (Abb.2).

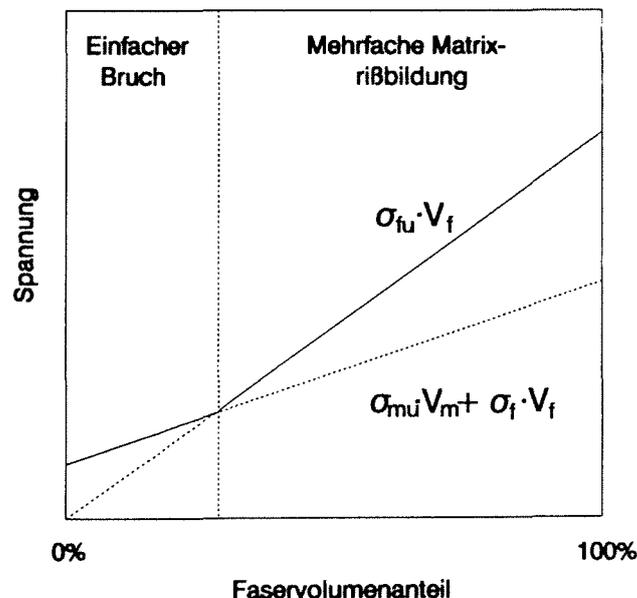


Abb.2: Einfluß des Faservolumenanteils auf den Bruchmodus

Die mehrfache Rißbildung kann zu einer Erhöhung der Bruchenergie führen. Diese Rißbildung in der Matrix äußert sich

im Spannungs-Dehnungs-Diagramm als ein Knick im Kurvenverlauf. Bis zu diesem Punkt ist der Verlauf linear und der E-Modul kann durch die Mischungsregel berechnet werden. Der Knickpunkt ist, ähnlich der Streckgrenze für duktile Metalle, ein wichtiger Materialparameter. Bei dieser Spannung erfährt der Werkstoff die erste bleibende Schädigung. Dies kann zu einer erheblichen Änderung der Eigenschaften führen, z.B. kann das Oxidationsverhalten durch Risse wesentlich schlechter werden.

Marshall und Evans [11] haben gezeigt, daß der Knick in der Kurve bei der gleichen Spannung erfolgt, unabhängig, ob man die Probe unter Biegung oder Zug belastet. Der weitere Verlauf der Kurve hängt jedoch von der Belastungsart ab.

Nach dem Knickpunkt wird die Last überwiegend von der Faser getragen. Der weitere Verlauf der Kurve hängt davon ab, wie Ribbildung und -ausbreitung sich entwickeln. Wenn zunächst keine weitere Matrixribbildung erfolgt, verläuft die Kurve weiter linear. Da die Festigkeit der Matrix eine statistische Verteilung zeigt, wird meistens die Tragfähigkeit der Matrix stufenweise erniedrigt und das Spannungs-Dehnungs-Diagramm verläuft (stufenweise) gekrümmt.

Die Dehnung beim ersten Matrixversagen liegt bei ϵ_{mu} . Da beim Versagen der Matrix die Spannung auf die Faser zurückverlagert wird, nimmt die Gesamtdehnung zu. Die Dehnung ϵ_{mc} am Ende der mehrfachen Ribbildung wird gegeben durch

$$\epsilon_{mu} \left(1 + \frac{\xi}{2}\right) < \epsilon_{mc} < \left(1 + \frac{3\xi}{4}\right) \quad \text{mit } \xi = \frac{E_m \cdot V_m}{E_f \cdot V_f} \quad (18)$$

Die Dehnung ϵ_{cu} , bei der der Verbund versagt, wird gegeben durch

$$\left(\epsilon_{fu} - \frac{\xi \cdot \epsilon_{mu}}{2}\right) < \epsilon_{cu} < \left(\epsilon_{fu} - \frac{\xi \cdot \epsilon_m}{4}\right) \quad (19)$$

Die Ungleichungen kommen zustande, indem die Matrix in Stücke mit Längen zwischen x und $2x$ zerbricht. Eine schematische Spannungs-Dehnungskurve für solches Verhalten ist in Abb. 3 dargestellt.

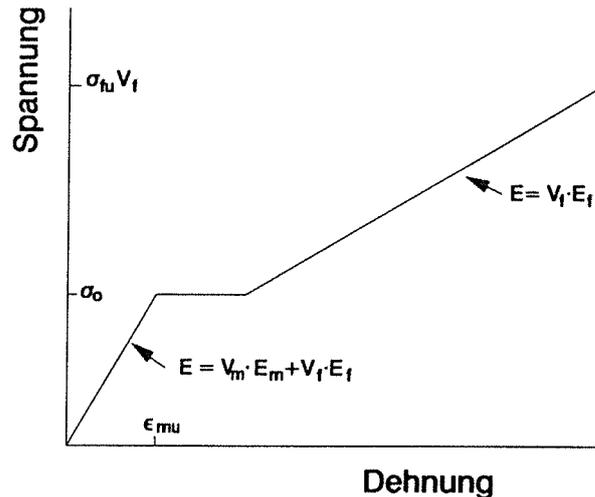


Abb.3: Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit mehrfacher Rißbildung

Hierbei treten die ersten Risse bei der Spannung σ_{mu} auf, die der Festigkeit der Matrix als monolithischem Werkstoff entspricht. Die am Verbund anliegende Spannung ist dann, gemäß Gl.9 gegeben durch:

$$\sigma_0 = \sigma_{mu} \cdot \frac{E_c}{E_m} \quad (20)$$

Durch Einbeziehen aller energieverzehrenden und -freisetzenden Vorgänge während der Matrixrißbildung wird in [8] die Dehnung berechnet, bei der Rißbildung erfolgt. Hiernach gibt es einen Faserdurchmesser, unterhalb dessen diese Bruchdehnung größer als die der reinen Matrix ist.

$$\epsilon_{mu} = \left(\frac{12\tau\gamma_m E_f \cdot V_f^2}{E_c \cdot E_m^2 \cdot r_f \cdot V_m} \right)^{1/3} \quad (21)$$

wo γ_m die Bruchenergie der Matrix ist.

In diesem Fall ist σ_{mu} in Gl.20 durch $E_m \cdot \epsilon_{mu}$ zu ersetzen.

Ansatz nach Marshall, Cox und Evans

Marshall, Cox und Evans [12] haben auch diese Problematik untersucht. Es wird zwischen " steady-state " oder großen Rissen und kurzen Rissen unterschieden, wie in Abb.4 schematisch dargestellt.

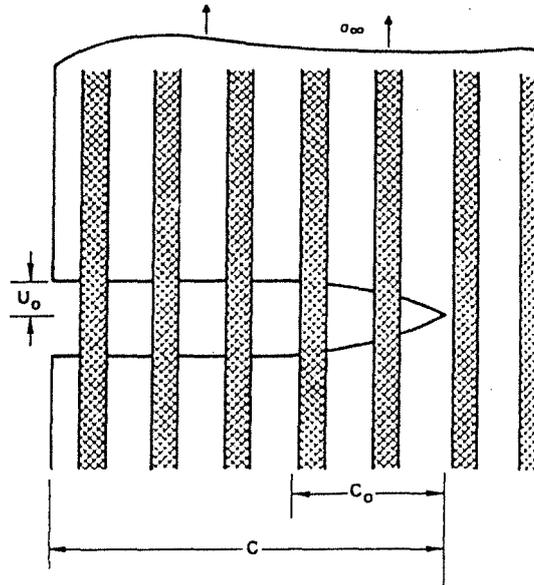


Abb. 4: Matrixrißbildung bei faserverstärkten Keramiken

Im ersten Fall nähert sich die Rißöffnung asymptotisch dem Gleichgewichtswert u_0 in der getrennten Matrix. Dies ist erreicht bei Entfernungen größer als einer charakteristischen Entfernung c_0 von der Rißspitze. Innerhalb dieses Gebietes ist die von der Faser getragene Kraft genau gleich der angewendeten Kraft. Da nur die charakteristische Rißlänge c_0 die Spannungsintensität an der Rißspitze bestimmt, ist die Spannung, die nötig ist, um den Riß zu verlängern, unabhängig von der Rißlänge. Bei einem kurzen Riß (d.h. $c < c_0$) bestimmt der ganze Riß die Spannungsintensität an der Rißspitze, mit der Folge, daß die Spannung, die benötigt wird um den Riß zu verlängern, vom Spannungsintensitätsfaktor an der Rißspitze abhängt.

Für den "steady-state" Fall haben die Autoren die angelegte Spannung σ_0 , bei der Matrixrisse sich verlängern, durch einen Energieansatz nach A.C.K. [8,9] und durch einen mechanischen Ansatz mit den gleichen Ergebnissen bestimmt. Hierbei wird die Größe γ_m in der A.C.K.-Formel durch $K_c^{m^2}(1-\nu^2)/2E_m$ ersetzt, wobei K_c^m die kritische Spannungsintensität der Matrix ist.

$$\sigma_0 = \delta \left[\frac{(1-\nu^2) \cdot K_c^{m^2} \tau E_f \cdot V_f^2 \cdot V_m (1+\eta)^2}{E_m \cdot r_f} \right]^{1/3} \quad (22)$$

mit $\delta = \sqrt[3]{6}$ und $\eta = \frac{E_f \cdot V_f}{E_m \cdot V_m} = \frac{1}{\xi}$

Für die kurzen Risse, bei denen per Definition die Spannung σ_0 , die benötigt wird für Rißfortschritt von der Rißlänge abhängt, kann das Rißbildungsverhalten mit dem Einbeziehen eines kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_C^L beschrieben werden. Dies entspricht dem K_{IC} -Wert eines homogenen Körpers, der die gleichen makroskopischen Eigenschaften wie der Verbundkörper hat. Es ergibt sich dadurch eine angepaßte analytische Lösung

$$\sigma_0 = \frac{K_c^L}{\Omega c^{1/2}} + \left[\frac{4\beta K_c^L I^2}{\pi \Omega^2} \right]^{1/2} c^{1/4} \quad (23)$$

oder

$$K^L = \Omega \sigma_\infty c^{1/2} - (4\beta/\pi)^{1/2} (K^L)^{1/2} c^{3/4} I \quad (23a)$$

$$\text{wo } \beta = \frac{8(1-\nu^2)\tau V_f^2 E_f (1+\eta)}{E_c \cdot r_f \cdot \pi^{1/2}}$$

und Ω und I dimensionlose Rißgeometriefaktoren sind und σ_∞ die angelegte Spannung ist.

Hier sieht man, daß der erste Term auf der rechten Seite der Gleichung der Definition des Spannungsintensitätsfaktors eines homogenen Werkstoffes entspricht. In weiteren wird zwischen geraden und "penny-shaped" Rissen unterschieden.

Diese Funktion (Gl.23) kann in einer normalisierten Form angegeben werden. Dies hat den Vorteil, daß die werkstoffspezifischen Kenngrößen nur in c_n und σ_n enthalten sind

$$\frac{\sigma_{cr}}{\sigma_n} = \frac{1}{3} \left(\frac{c}{c_n} \right)^{-1/2} + \frac{2}{3} \left(\frac{c}{c_n} \right)^{1/4} \quad (24)$$

mit $c_n = (\pi K_c^L / \beta I^2)^{2/3}$ und

$$\sigma_n = \delta'' [(1-\nu^2) K_c^{m^2} \tau E_f V_f^2 V_m (1+\eta)^2 / E_m r_f]^{1/3} \quad (24a)$$

und $\delta'' = 6I^{2/3} / \Omega \pi^{1/2}$. Für gerade Risse ist $\Omega = \pi^{1/2}$ und $I = 1.20$, während für 'penny-shaped' Risse $\Omega = 2/\pi^{1/2}$ und $I = 2/3$.

c_n kann auch folgendermaßen ausgedrückt werden:

$$c_n = \left(\frac{\pi}{4I^{4/3}} \right) \left[\frac{K_c^m E_m \cdot V_m^2 (1+\eta) r_f}{\tau \cdot V_f^2 E_f (1-\nu^2)} \right]^{2/3}$$

Die Übergangslängens c_0 ist gegeben durch:

$$c_0 = [I/\pi^{1/2} \Omega (1 - 2I/\pi^{1/2} \Omega)]^{4/3} \cdot c_n \quad (25)$$

Für einen Riß mit Länge $c > c_0$ ist der Spannungsintensitätsfaktor durch Gl 23a gegeben mit $c=c_0$. Für gerade Risse sind $\sigma_0/\sigma_n=1,02$, $c_0/c_n=1,88$ und für "penny-shaped" Risse $\sigma_0=\sigma_n$ und $c_0=c_n$.

Durch Auftragen von σ_{cr}/σ_n gegen c/c_n (Gl.24) kann gesehen werden (Abb.5), daß σ_{cr}/σ_n praktisch unabhängig von c/c_n für $c > c_n/3$ ist. Dies bedeutet, daß $c_n/3$ eine bessere Abschätzung als c_0 für den Übergang zwischen rißlängenempfindlichem und -unempfindlichem Verhalten darstellt.

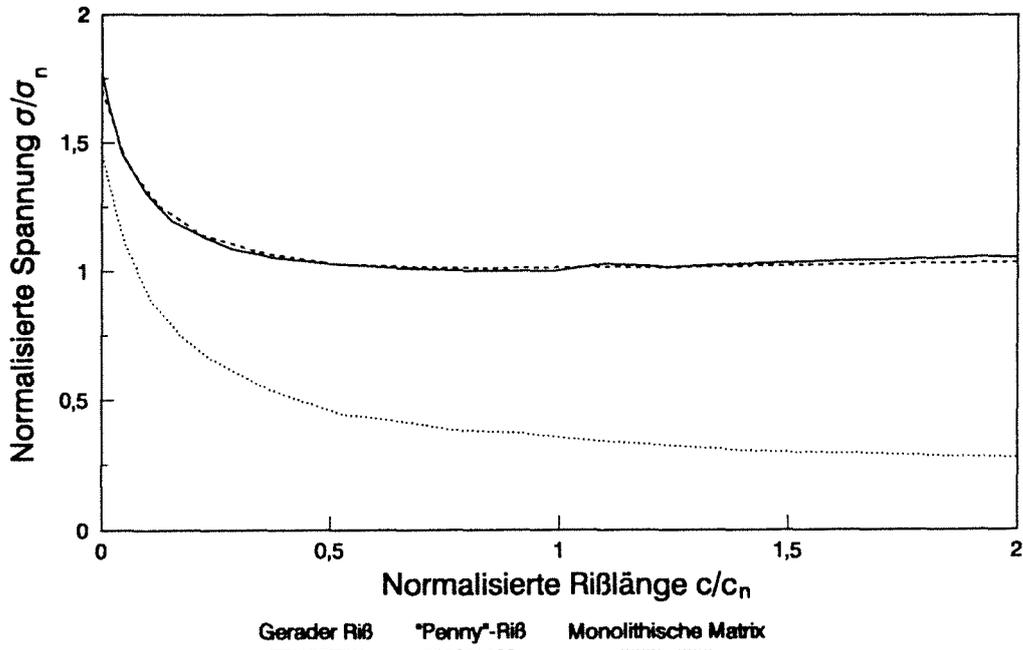


Abb.5: Graphische Darstellung von Gl.24

Diese Überlegungen gelten nur, wenn keine chemischen Bindungen an der Faser-Matrix-Grenzfläche bestehen, d.h., die Kraftübertragung geschieht nur durch Reibung, wobei die Normalkraft der radialen thermischen Vorspannung entspricht. Die Grenzflächenfestigkeit ist gegeben durch:

$$\tau = \mu \cdot \sigma_r \quad (26)$$

wobei μ der Reibungskoeffizient zwischen Matrix und Faser ist.

Andere Ansätze

Aveston und Kelly [13] haben in einer speziellen Arbeit zwischen vorhandener und nichtvorhandener Faser-Matrix-Bindung unterschieden. Für den letzteren Fall gelten die früheren Beziehungen (Gl. 20). Für den Fall mit Bindung ist τ

nicht von der Entfernung in Faserrichtung x' vom Matrixriß unabhängig. Beim Matrixbruch wird eine zusätzliche Spannung $\Delta\sigma_0$ auf die Faser in der Ebene des Matrixrisses aufgebracht.

$$\Delta\sigma_0 = \sigma_a/V_f - \epsilon_{mu} \cdot E_f \quad (27)$$

Die Spannung $\Delta\sigma$ fällt mit zunehmender Entfernung vom Matrixriß ab.

$$\Delta\sigma = \Delta\sigma_0 \exp(-\sqrt{\phi} \cdot x')$$

mit
$$\sqrt{\phi} = \left(\frac{2G_m \cdot E_c}{E_f \cdot E_m \cdot V_m} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \frac{1}{r_f [\ln(R/r_f)]^{1/2}}$$

und G_m dem Schubmodul und R der radialen Entfernung von der Fasermittle, bei der die Verschiebung in der Matrix der durchschnittlichen Matrixverschiebung entspricht. Die Scherspannung τ^* an der Grenzfläche ist durch Gl. 27 gegeben:

$$\tau^* = \frac{r_f}{2} \Delta\sigma_0 \sqrt{\phi} \exp(-\sqrt{\phi} \cdot x') \quad (28)$$

Entsprechend Gl.13 liegt dieser Abstand der Matrixblöcke zwischen x und $2x$ mit

$$x = \frac{\sigma_{mu} \cdot V_m}{\sqrt{\phi} \Delta\sigma_0 V_f} \quad (29)$$

D.h. τ in Gl.15 wird durch $(\Delta\sigma_0/2) \sqrt{\phi} r_f$ ersetzt. Dies setzt voraus, daß die Bindung zwischen Faser und Matrix bei der Belastung intakt bleibt. Die Bedingung, daß die zusätzliche Spannung auf die Faser geringer sei als die, die benötigt wird, um eine Scherspannung τ_m , an dem Riß, die größer als die Scherfestigkeit τ_u ist, zu erzeugen, kann folgendermaßen ausgedrückt werden:

$$\frac{\sigma_{mu} \cdot V_m}{V_f} \leq 2\tau_u \left[\frac{\psi E_f \cdot E_m \cdot V_m}{2E_c \cdot G_m} \right]^{1/2} \quad (30)$$

$$\text{mit } \psi = \ln(R/r_f)$$

Wenn Ablösung an der Grenzfläche stattfindet, wird x wie in Gl.16 und 29 gegeben durch

$$x = \frac{r_f \Delta\sigma_0}{2\tau'} - \frac{1}{\sqrt{\phi}} \left(\frac{\tau_u}{\tau'} + \ln \left[\frac{r_f \sqrt{\phi} (\Delta\sigma_0 - \sigma_{mu} V_m / V_f)}{2\tau_u} \right] \right) \quad (31)$$

wobei τ' die Scherfestigkeit (durch Reibung verursacht) an der Grenzfläche nach der Ablösung ist.

Budiansky, Hutchinson und Evans [14] geben für die gleiche Problematik andere Lösungen an. Hierbei wird R genauer definiert, indem das Modell des Matrixzylinders modifiziert wird. Es wird angenommen, daß zwischen der Grenzfläche und R nur Scherkräfte getragen werden und daß alle axialen Kräfte an dem Radius R konzentriert werden.

$$\ln(R/r_f) = -\frac{2\ln V_f + V_m(3 - V_f)}{4V_m^2} \quad (32)$$

Die thermischen Restspannungen werden berücksichtigt, indem z.B. die kritische Spannung σ_0 folgendermaßen dargestellt wird

$$\frac{\sigma_{cr}}{E_c} + \frac{\sigma_{zm}}{E_m} = \frac{\sigma_0}{E_c} \quad (33)$$

mit σ_{cr} die beobachtete Matrixrißspannung und σ_{zm} die axiale thermische Spannung in der Matrix

Für den Fall, wo keine Bindung in der Grenzfläche besteht und τ nicht überschritten wird, d.h. ohne Gleiten, erhalten die Autoren den Ausdruck

$$\frac{\sigma_0}{E_c} = B \left[\frac{6V_f^2 \cdot E_f}{V_m^2 \cdot E_c(1 + \nu_m)} \right]^{1/4} \left[\frac{\gamma_m}{E_m \cdot r_f} \right]^{1/2} \quad (34)$$

mit $B = \left[\frac{2V_m^3}{-6\ln V_m - 3V_m(3 - V_f)} \right]^{1/4}$

Für den Fall, daß die Grenzflächenscherfestigkeit τ überschritten wird ist:

$$\frac{\sigma_{cr}}{E_c} + \frac{\sigma_{zm}}{E_m} = \frac{\sigma_0}{E_c} = \left[\frac{6V_f \cdot E_f \cdot \tau}{V_m \cdot E_m \cdot E_c} \right]^{1/3} \left[\frac{\gamma_m}{E_m \cdot r_f} \right]^{1/3} \quad (35)$$

was äquivalent zum A.C.K.-Ausdruck (Gl. 21) ist.

Bei ursprünglich gebundenen Fasern, die sich von der Matrix während der Rißbildung lösen, bekommen die Autoren den Ausdruck

$$\frac{\sigma_{cr}}{\sigma_0} = \left\{ \frac{1 + \frac{4V_f}{V_m} \left(\frac{l_d}{r_f} \right) \left(\frac{\gamma_d}{\gamma_m} \right)}{1 + \frac{B^2}{V_m} \left[\frac{6E_c}{(1 + \nu_m)E_f} \right]^{1/2} \frac{l_d}{r_f}} \right\}^{1/2} \quad (36)$$

mit γ_d als die Bruchenergie der Grenzfläche.

2.1.4. Versagen des Verbunds durch Faserbruch und Pullout

Nachdem die Matrix völlig versagt, tragen nur die Fasern, und der Verbund kann sich weiter verformen. Das σ - ϵ Diagramm hat die Steigung $E_f \cdot V_f$. Nach ACK [8,9] versagt der Verbund bei der Spannung $\sigma_{fu} \cdot V_f$ und die Bruchdehnung ist durch Gl. 19 gegeben.

Die mittlere Pulloutlänge \bar{l}_{po} , d.h. die Länge der Fasern, die aus der Matrix heraussteht, ist nach Hale & Kelly [15] die Hälfte der kritischen Länge, woraus folgt

$$\bar{l}_{po} = \frac{\sigma_{fu} \cdot r_f}{4 \cdot \tau} \quad (37)$$

Diese Beziehung kann benutzt werden, um die Scherfestigkeit der Grenzfläche durch Messen der Pulloutlänge zu bestimmen. Die Arbeit W_f , die aufgewendet werden muß, um eine Faser aus der Matrix zu ziehen, ist

$$W_f = \pi r_f \bar{l}_{po}^2 \tau \quad (38)$$

Es sind $V_f / \pi r^2$ Fasern pro Flächeneinheit, und die Brucharbeit, die mit Pullout verbunden ist, wird zu

$$\gamma_p = \frac{V_f \cdot \sigma_{fu}^2 \cdot r_f}{12\tau} \quad (39)$$

Dieser Ansatz geht davon aus, daß die Festigkeit der Fasern deterministisch ist, d.h. daß keine Streuung auftritt. In Wirklichkeit zeigen die häufig verwendeten Verstärkungsfasern eine starke Streuung.

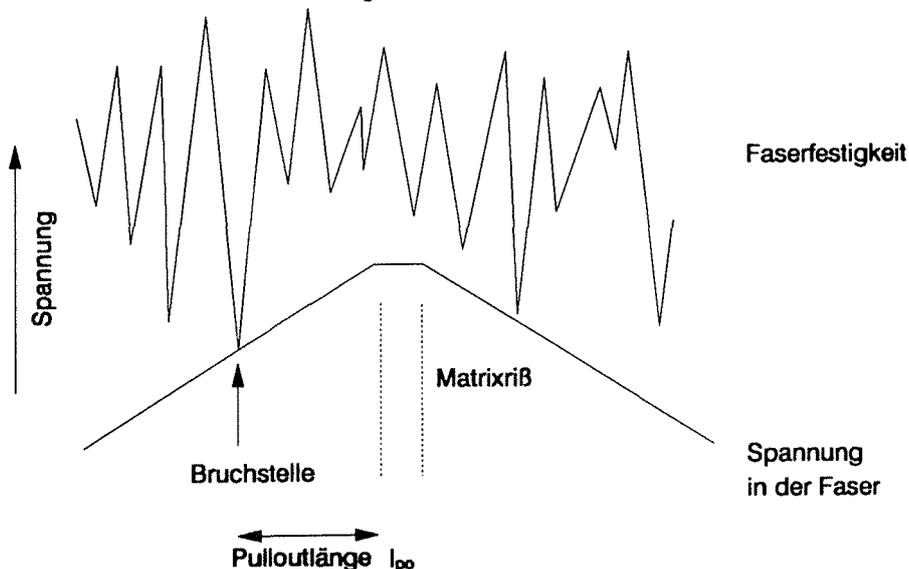


Abb.6 Zusammenhang zwischen Streuung der Faserfestigkeit und Pullout

Schematisch kann man anhand von Abb.6 das Verhalten verstehen. Wenn in einer Faser die lokale Verteilung der Festigkeit entlang der Längsachse durch die obere Kurve und der Spannungsverlauf in der Faser durch die untere Kurve gegeben sind, wird die Faser reißen, wenn die lokale Festigkeit überschritten wird, in dem Fall an einer Stelle l entfernt vom Matrixriß. Die gebrochene Faser wird dann aus der Matrix gezogen. Eine theoretische Analyse dieses Verhaltens ist von Thouless, Evans et.al. gegeben worden [16,17]. Anhand von statistischen Überlegungen wird gezeigt, daß die Festigkeit σ_u , durch den folgenden Ausdruck gegeben ist:

$$\sigma_u = V_f \cdot \hat{S} \cdot \exp \left\{ \frac{- \left[1 - \left(1 - \frac{\tau x}{r_f \cdot \hat{S}} \right)^{m+1} \right]}{(m+1) \left[1 - \left(1 - \frac{\tau \cdot x}{r_f \cdot \hat{S}} \right)^m \right]} \right\} \quad (40)$$

$$\text{mit } \left(\frac{r_f \cdot \hat{S}}{\tau \cdot x} \right)^{m+1} = \left(\frac{A_0}{2\pi r_f l_g} \right) \left(\frac{r_f \cdot S_o}{\tau x} \right) \left[1 - \left(1 - \frac{\tau x}{r_f \hat{S}} \right)^m \right]^{-1}$$

und σ_u die Verbundfestigkeit, \hat{S} die mittlere Faserfestigkeit, S_o die charakteristische Weibullfestigkeit der Fasern, m der Weibullmodul, l_g die Meßlänge und A_0 die Querschnittsfläche der Fasern.

Diese Analyse gilt für den Fall, daß mehrfache Rißbildung in der Matrix dem Faserversagen vorausgeht. Man sieht, daß sie zu niedrigeren Verbundfestigkeiten bzw. Bruchdehnungen als nach der einfachen Theorie (Gl.19) führt. Der Abstand der Bruchstellen vom Hauptriß ist von der Spannung abhängig. Nachdem alle Fasern versagt haben, ist

$$\bar{l}_{po} = \frac{A_0}{4\pi r_f} \left(\frac{S_o}{\Sigma} \right)^m \cdot \Gamma[(m+2)/(m+1)] \quad (41)$$

$$\text{mit } \Sigma = \left[\frac{A_0 \cdot S_o^m \cdot \tau(m+1)}{2\pi \cdot r_f^2} \right]^{1/m+1} \quad \text{und } \Gamma \text{ die Gammafunktion}$$

Sutcu [18] hat ähnliche Überlegungen für einfache und mehrfache Matrixrißbildung angestellt. Da die Ergebnisse nur durch numerische Integration zu berechnen sind, wird hier auf eine Darstellung verzichtet.

2.2 Stand der Materialentwicklung auf dem Gebiet der faserverstärkten Gläser und Glaskeramik

Die ersten Versuche, Gläser mit C-Fasern zu verstärken, wurden Anfang der siebziger Jahre durchgeführt [19]. Dies wurde ermöglicht durch die kommerzielle Verfügbarkeit von C-Fasern. Der Verbundwerkstoff wurde durch Heißpressen von Fasern und Matrixpulver, das zuerst in Propanol dispergiert wurde, hergestellt. Das Propanol wurde vor dem Pressen durch Trocknen entfernt. Hierbei wurden 3-Pkt. Biegefestigkeiten von bis zu ca. 500 MPa und Bruchenergien (WOF) von ca. 6 kJ/m^2 erreicht. Das Versagen war hauptsächlich spröde mit einer leichten Abweichung vom linear-elastischen Verhalten bei hohen Spannungen, die durch Matrixrißbildung (ab ca. 340MPa) verursacht wurde.

Das Interesse an solchen Materialien ging in der Folge aus verschiedenen Gründen [20] wieder zurück. Mit der weiteren Entwicklung der Verstärkungsfasern hat sich in den letzten 10 Jahren die Zahl der Arbeiten auf diesem Gebiet jedoch drastisch erhöht. Vor allem die Entwicklung von dünnen keramischen Fasern auf SiC-Basis mit dem Markennamen Nicalon durch Yajima et al. [21] hat die Faserverstärkung von keramischen Materialien wieder interessant gemacht.

In den USA wurde diese Entwicklung durch Brennan und Prewo [22] bei UTRC am meisten vorangetrieben. Hier wurden verschiedene Matrices mit C- und Nicalon-Fasern verstärkt. Bei Nicalon verstärkten Lithium-Aluminosilikat-Glaskeramiken erzielten die Autoren [22] bereits Biegefestigkeiten von über 700 MPa. Die allgemeine Herstellung dieser Systeme geschieht, indem die Fasern durch eine Suspension des Glaspulvers in Propanol zusammen mit Binder und Netzmittel gezogen, auf eine Trommel gewickelt, und getrocknet werden. Danach werden Platten von der Trommel geschnitten, evtl. gestapelt und heißgepresst.

Dawson et al. aus Harwell, England [23,24] haben durch Optimierung der Herstellparameter die 3-Pkt. Biegefestigkeit bei einem Nicalon verstärkten Borsilikatglas (Pyrex) von 1200 MPa erreicht. Hierbei wurde eine Brucharbeit, definiert als die Fläche unter der Last-Durchbiegungskurve, von 70 kJ/m^2 erzielt. Matrixrißbildung trat erst bei einer Dehnung von 0,5% ein und der Bruch wurde durch ausgiebigen Pullout begleitet. Eine maximale Einsatztemperatur von 600°C wird angegeben. Es wurden im Dehngeschwindigkeitsbereich von $2,5 \cdot 10^{-6}$ bis $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ keine Anzeichen lang-

samen Rißwachstums gefunden. Dies wurde durch Zeitstandsversuche bei 1 GPa bestätigt.

In Deutschland wird die Entwicklung von faserverstärkten Gläsern und Glaskeramiken vom Institut für nichtmetallische Werkstoffe der TU Berlin in Zusammenarbeit mit dem Institut für Werkstoffkunde II der Universität Karlsruhe und der Firma Schott, Mainz betrieben. Der Unterschied zu bisherigen Arbeiten besteht in der Vorbereitung der Glaspulversuspension [25]. Statt einen herkömmlichen Binder, der aus mehreren Komponenten besteht, zu benutzen, wird als Binder eine Sol-Gel Lösung, wie bei der Glasherstellung durch die Sol-Gel Technik, genommen. Dies hat den Vorteil, daß erstens keine fremden Bestandteile vor dem Heißpressen entfernt werden müssen und zweitens, daß die Zusammensetzung der Lösung der der Glasmatrix angepaßt werden kann. Die Beschichtung der Fasern mit dem Slurry geschieht in einem Wirbelbett, um den Slurry homogen zu halten. Nach dem Wickeln müssen die Platten kurz getrocknet werden, um die alkoholischen Lösungsmittel zu entfernen.

Die Sol-Gel-Lösung wird in den Glaszustand durch Erhitzen überführt, die Platten werden danach herausgeschnitten und heißgepresst.

Der aktuelle Stand der Entwicklung auf diesem Gebiet wird in einem Übersichtsartikel von Donald [26] aufgeführt. Aus dieser Arbeit stammt die Tabelle 1.

Über die Grenzflächenfestigkeit solcher Verbundwerkstoffe sind wenige Daten bekannt. Marshall mißt sie für SiC/LAS (Prewo) zu 2 MPa [27]. Mandell et al. [28] berichten für ein SiC verstärktes Alumino-silikathaltiges Glas (Corning Nr.1723) von einem Wert von 236 MPa, wobei die Zugfestigkeit 734 MPa und die Bruchdehnung 1,2% betragen. Trotz dieser hohen Grenzflächenfestigkeit wird von begrenztem Pull-Out berichtet. Phillips [29] gibt Werte zwischen 26 MPa für hochfeste glasfaserverstärkte Glaskeramik, und 71 MPa für hochfestes C-faserverstärktes Pyrex-Glas an. Für das Harwell Material sind keine Werte zugänglich. Seerat und Derby [30] schätzen einen Wert von unter 25 MPa.

Matrix	Fasertyp	Durchmesser [μm]	V_f	σ_B [MPa]	WOF [kJ/m ²]	E [GPa]	Ref.
Pyrex LAS	C	7-8	0,42	680	-	-	19
Glas- keramik	C	7-8	0,46	575	10,3	-	31
Pyrex	C	7-8	0,43	785	-	169	32
Corderit	SiC	100	0,30	680	20	-	33
LAS	SiC	10-15	0,50	700	-	118	22
Alumina- Silikatglas	SiC	10-15	0,50	1380			34
MAS Glas- keramik	SiC	10-15	0,40	480			35
Pyrex	SiC	10-15	0,49	1250	50	120	34
Pyrex	C	7-8	0,55	826		193	36
SBS Glas +1% Nb ₂ O ₅ versch.	C	7-8	0,42	971		173	26
Gläser LZS Glas	Al ₂ O ₃	-	0,41-0,47	200-311			32
-keramik	Stahl	22	0,40	500	50		26

Tabelle 1: Eigenschaften von faserverstärkten Gläsern und Glaskeramiken

(V_f -Faservolumenanteil, σ_B -Biegefestigkeit, WOF-Bruchenergie, E- E-Modul)

2.3 Werkstoffprüfung

Entsprechend dem anisotropen Aufbau der faserverstärkten Werkstoffe sind die mechanischen Eigenschaften in verschiedenen Richtungen zu messen, wobei Zugbeanspruchung parallel und senkrecht zur Faserrichtung und Schubbelastung parallel zu den Fasern die wichtigsten Beanspruchungsarten darstellen. Der Biegeversuch ist für die Bestimmung der Materialeigenschaften nicht unbedingt erforderlich. Er wird jedoch oft benutzt, um Eigenschaften zu bestimmen, da die Krafteinleitung problemlos ist. er grundsätzlich aussagekräftigere Versuch ist der Zugversuch.

In Kap.2.1 wurde auf die Wichtigkeit der Faser/Matrix-Grenzflächenscherfestigkeit hingewiesen. Viele der Verbundeigenschaften hängen von dieser Größe ab. Deshalb ist auf ihre Bestimmung besondere Aufmerksamkeit zu verwenden.

2.3.1 Zugversuch

Für unidirektionale (UD) Materialien bereitet der Zugversuch, vor allem wenn in Faserrichtung getestet wird, erhebliche Schwierigkeiten. Neben der Vermeidung von Biegespannungen in der Meßlänge ist die Krafteinleitung in die Probe das Hauptproblem. Bei den faserverstärkten Keramiken ist die Scherfestigkeit der Faser/Matrix-Grenzfläche verglichen mit der Zugfestigkeit sehr klein. Das Verhältnis dieser beiden Werte kann im Bereich von 1 : 50 oder bei noch kleineren Werten liegen. Die Krafteinleitung erfolgt meist über Scherkräfte. Die Proben werden im Einspannbereich durch Druck entweder in Keilspannbacken oder über geteilte Ringe belastet, wobei die Übertragung der Kraft über Reibung oder über eine formschlüssige Verbindung erfolgt. In der Probe werden so Schubspannungen aufgebaut, die zum Versagen der Probe im Bereich der Krafteinleitung führen können. Um diesen Fehler zu vermeiden, wird der Meßquerschnitt im Vergleich zur Krafteinleitungsfläche häufig sehr klein gehalten. Dies führt zu relativ langen, in der Mitte verjüngten Proben. Dabei müssen schroffe Querschnittsübergänge wegen der damit verbundenen Spannungskonzentrationen vermieden werden. Lange Proben aus faserverstärkter Keramik herzustellen, ist wiederum sehr kostenintensiv, wenn nicht zur Zeit noch unmöglich.

In der Literatur gibt es eine Reihe von Vorschlägen für Zugprobengeometrien für faserverstärkte Werkstoffe. Am häu-

figsten erfolgt die Krafteinleitung über konventionelle Keilbacken. Auf die Probe werden Aufleimer entweder aus glasfaserverstärktem Kunststoff oder Aluminiumlegierungen aufgeklebt. Diese ermöglichen das Festhalten der Probe durch die Backen ohne Beschädigung der Probe durch Druck oder lokale Spannungsüberhöhungen. Die Reduzierung des Querschnitts wird oft durch eine Verringerung der Breite, aber auch über eine Verringerung der Dicke erreicht. Die dabei benutzten Radien variieren zwischen 10 mm (Jamet et al [37]) und über 1000 mm (Ewins [37]). Einige Autoren, z.B. Mecholsky [39]) benutzen Stifte, um die Kraft einzuleiten. Hier wird aber das Problem der Schubspannungen in den Innenbereich der Probe verschoben. In Abb.7 sind einige Vorschläge dargestellt. Die Probenform muß i.a. dem jeweiligen Werkstoff angepaßt werden.

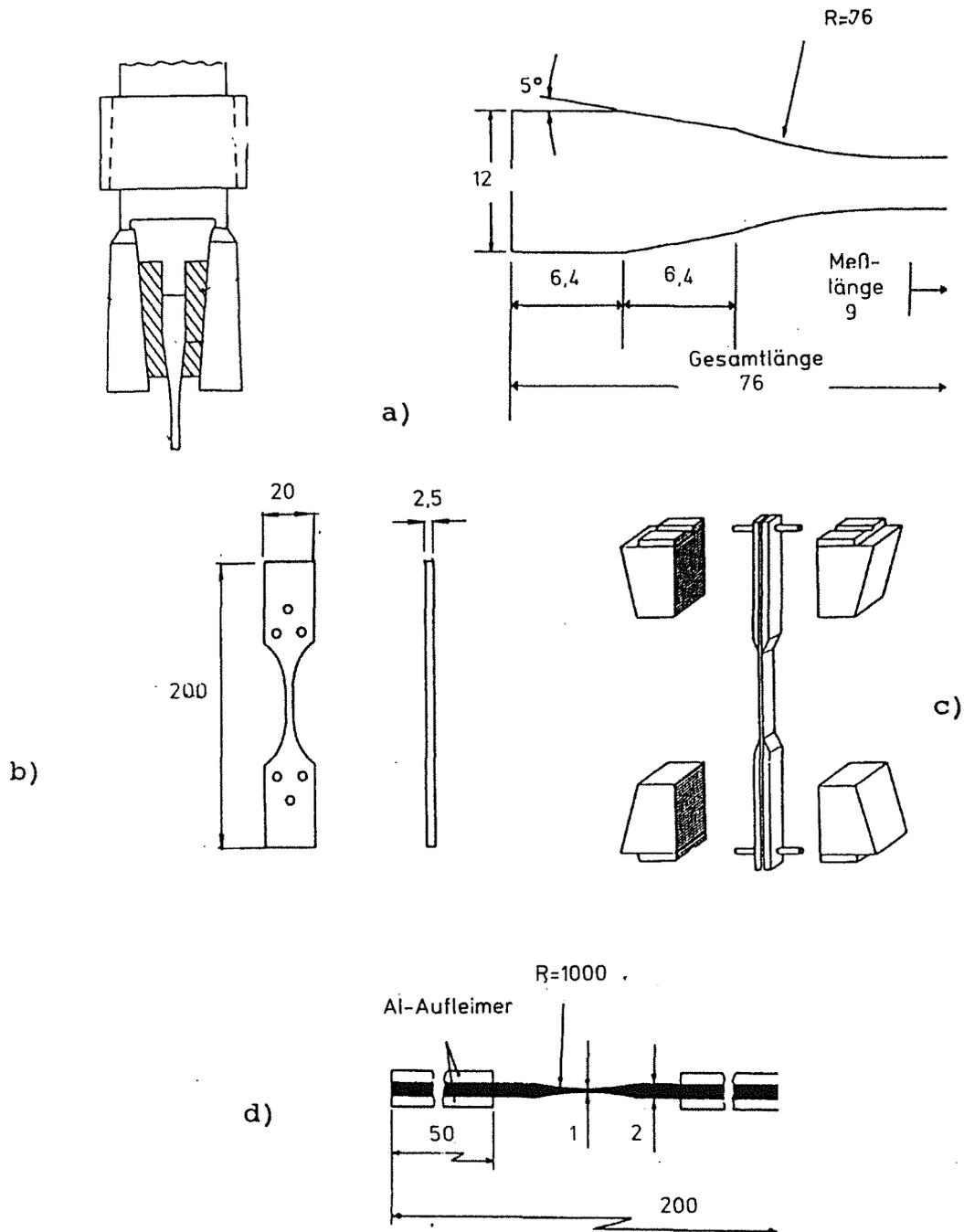


Abb.7: verschiedene Zugprobengeometrien nach a) Mandell et al. [40], b) Mecholsky [41], c) Strobl and Ilschner [42] und d) Ewins [38]

Bei laminierten Werkstoffen sind diese Probleme weniger gravierend, da durch ihren Aufbau die Anisotropie des Werkstoffs gemildert wird. Es ist dann in den meisten Fällen möglich, gerade Proben zu verwenden (Popp et al [41]). Bei der Messung von Zugeigenschaften von UD-Materialien quer zur Faserrichtung ist das Problem der Schubspannungen ohne Bedeutung. Die geringe Festigkeit in dieser Richtung erfordert jedoch eine sorgfältige Versuchsdurchführung.

2.3.2 Messung der Grenzflächenfestigkeit

Direkte Meßmethoden

Bei faserverstärkten Kunststoffen wird diese wichtige Meßgröße durch "Pull-out"-Versuche bestimmt. Eine Faser wird in das Matrixmaterial eingebettet und dann herausgezogen. Hierfür werden verschiedene Probengeometrien verwendet. Diese Methode ist für die Keramik nicht geeignet, da hier eine klare Trennung zwischen Ablösespannung und "Pullout"-Spannung nicht möglich ist. Die Vorbereitung geeigneter Proben stellt ein weiteres erhebliches Problem dar.

Ein ähnliches Problem wird von Strobl [43] beschrieben. In einer Al_2O_3 -Matrix mit 80Ni20Cr-Fasern wurde ein Riß eingebracht und über den ganzen Querschnitt ausgedehnt (Abb.8). Dann wurde die Probe so abgesägt, daß nur eine dünne Schicht (ca.0,5 mm) übrig blieb. Diese Schicht wurde dann von den Fasern abgezogen, um die Reibungsspannung und die Grenzflächenenergie zu ermitteln.

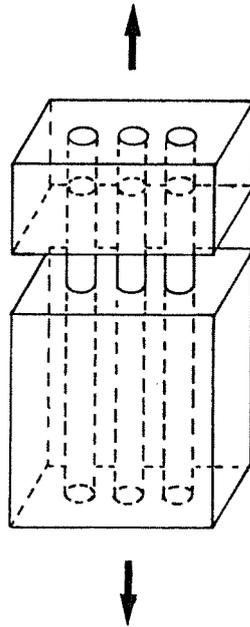


Abb.8: Versuchsmethode nach Strobl [43]

Die Ablöseenergie E_B , die aus der Last-Weg-Kurve gewonnen wird, ist gegeben durch

$$E_B = 2\pi \cdot r_f \cdot \gamma_d \cdot L \quad (42)$$

worin γ_d die Grenzflächenenergie ist. E_R stellt die Reibungsenergie dar.

$$E_R = 2\pi \cdot r_f \cdot \tau \int_0^L y(z) dz \quad (43)$$

Dabei ist $y(z)$ die Verschiebung einer Stelle auf der Faser in Faserrichtung gegenüber ihrem ursprünglichen Platz in der Matrix. Das Problem dieser Messung ist die Probenpräparation, da durch das Schleifen und Sägen im Bereich der Testgrenzflächen Fasern durch Rütteln abgelöst werden können.

Eine in der Durchführung einfache Methode ist die von Marshall [27], bei der eine Faser mit einer Vickerspyramide in die Matrix gedrückt wird (Abb.9). Hierzu braucht man nur eine glatte Oberfläche senkrecht zur Faserrichtung herzustellen. Wenn man die Last am Mikrohärteindenter so wählt, daß der Indentor auch in die Matrix eingedrückt wird, kann die Verschiebung der Faser aus den Abmessungen des Eindrucks berechnet werden.

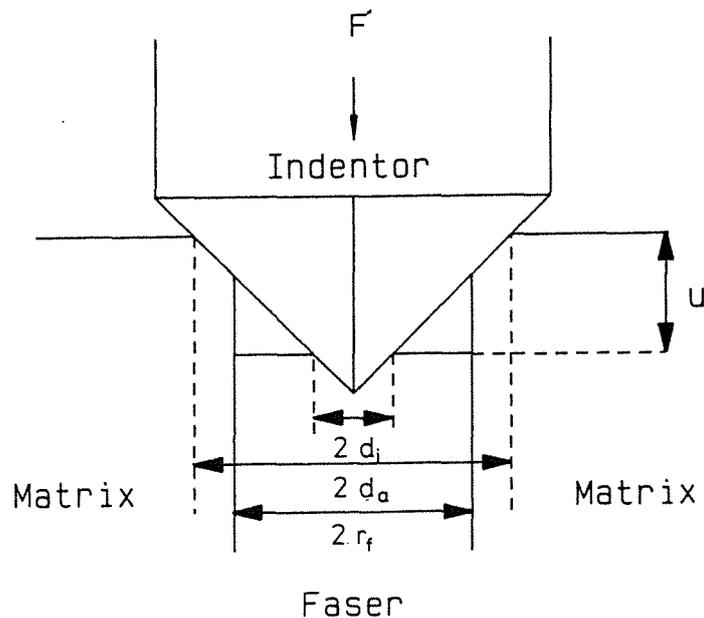


Abb.9: Prüfmethode nach Marshall [27]

Die Länge L_m , über die die Faser gegenüber der Matrix verschoben wird, ist

$$L_m = 2\pi \cdot r_f^2 \cdot u \cdot \frac{E_f}{F} \quad (44)$$

Für $L_m \gg r_f$ gilt:

$$F = 2\pi \cdot r_f \cdot L_m \cdot \tau \quad (45)$$

Aus Gleichungen 44 und 45 ergibt sich:

$$\tau = \frac{F^2}{4\pi^2 \cdot u \cdot r_f^3 \cdot E_f} \quad (46)$$

u läßt sich durch Ausmessen der Eindrücke ermitteln. Die Verschiebung läßt sich ermitteln durch $u = (d_a - d_i) \cot\varphi$, wobei φ der Winkel zwischen den gegenüberliegenden Flächen des Indentors ist. Da die angelegte Kraft von der Faser und der Matrix getragen wird, darf sie nicht als die Kraft F (auf die Faser wirkend) verstanden werden. Die Kraft F kann jedoch über die Größe des Eindrucks in der Faser gewonnen werden.

$$F = 4d_i^2 \cdot H \quad (47)$$

worin H die Härte der Faser, gemessen mit einer kleineren Last, ist.

Bei diesem Versuch kann die Ablösespannung nicht gemessen werden. Der Effekt der Stauchung der Faser wird vernachlässigt. Für Verbunde mit schwacher Bindung gibt die Methode einen guten Näherungswert. Für stark gebundene Materialien ist sie wahrscheinlich nicht einsetzbar, da keine Verschiebung der Faser bei den angelegten Lasten stattfindet.

Die Durchführung und Auswertung solcher Versuche ist von verschiedenen Autoren verfeinert worden. Marshall und Oliver [44] benutzen einen dreieckigen Pyramidindentor, um Kräfte und Verschiebungen gleichzeitig zu registrieren. Dies ermöglicht die Trennung der Ablös- und Gleitvorgänge. Für Glas und Keramik, die mit den größeren durch CVD hergestellten AVCO SiC-Fasern verstärkt wurden, benutzen Bright et al. [45] einen konischen WC-Indentor, wobei nur die Faser belastet wird, um ähnliche Versuche durchzuführen. In [28] wird ein kugelförmiger Indentor benutzt, um die Grenzflächenfestigkeit in faserverstärkten Kunststoffen zu ermitteln. Rouby und Osmani [46] messen die Debond-Spannung mit Hilfe der Schallemission während dieses Vorgangs, indem ein piezoelektrischer Sensor an der Probe befestigt wird. Mit einem Vickersdiamanten in einem kommerziellen Mikrohärtprüfgerät wird die Last kontinuierlich erhöht, bis Schallsignale zeigen, daß Debonding stattgefunden hat. Rouby [47] hat weiter die Belastungs- und Entlastungsvorgänge während des Marshallversuchs analysiert. Durch Messen der verbleibenden Eindrucktiefe im Rasterelektronenmikroskop nach dem Versuch kann der Reibungskoeffizient an der Grenzfläche bestimmt werden. Der Einfluß der Stauchung konnte festgestellt, aber nicht analytisch erfaßt werden.

Indirekte Methoden

Hier werden Effekte, die durch die Grenzflächenfestigkeit hervorgerufen werden, benutzt, um diese Festigkeit zu ermitteln. Eine solche Methode, nämlich das Ausmessen des Rißabstandes im Fall der mehrfachen Matrixrißbildung, wurde schon in Kapitel 2.1.2 beschrieben. Die Belastung kann entweder Zug oder Biegung sein. Die spezifische Grenzflächenenergie oder die Ablösespannung können mit diesem Versuch nicht gemessen werden. Wenn eine Probe den "Pullout"-Effekt zeigt, kann man diesen benutzen, um die Grenzflächenfestigkeit zu bestimmen. Hierbei muß die Bruchfläche eindeutig zu erkennen sein, so daß man die "Pullout" Längen l_{po} messen kann. In der Praxis erfordert dies einen relativ kleinen Faservolumenanteil. Dabei werden folgende Annahmen zugrunde gelegt:

1. Die Reibungsschubspannung zwischen Fasern und Matrix wird als konstant angenommen.
2. Der Einfluß der Ablöseschubspannung (Grenzflächenenergie) ist vernachlässigbar.
3. Die Übertragungslänge $l_{\bar{u}}$ ist $l_{\bar{u}} = 2l_{po}$, weil die Spannung in den Fasern als konstant über ihrer ganze Länge betrachtet wird und eine gleichmäßigen Verteilung der Fehler in den Fasern zugrunde gelegt wird. Dies ist sicherlich eine sehr grobe Annahme, da die Spannung σ_f in der Faser am Riß am größten ist, so daß die Bruchwahrscheinlichkeit hier am größten ist. Bei Berücksichtigen dieser Annahmen ist die Grenzflächenschubfestigkeit gegeben durch:

$$\tau = \frac{\sigma_{fu} \cdot d_f}{8l_{po}} \quad (48)$$

worin \bar{l}_{po} die mittlere "Pullout"-Länge, σ_{fu} die Festigkeit der Faser und d_f ihr mittlerer Durchmesser ist.

2.3.3 Scherversuche

Die Messung der Eigenschaften unter Scherbelastung ist aus mehreren Gründen wichtig. Der Schubmodul ist eine wichtige Eigenschaft für die Laminat- und Bauteilauslegung. Kenntnis der Scherfestigkeit ist ebenfalls wichtig für die Konstruktion. Es wurde in Kap. 2.3.1 gesehen, daß die Scherfestigkeit eine entscheidende Rolle beim Zugversuch spielt.

Es gibt eine Reihe von Meßmethoden zur Bestimmung der Schereigenschaften. Spiegel [48] listet 20 verschiedene Methoden auf. Die meisten dieser Methoden führen jedoch nicht zu reinen Scherspannungen in der Probe. Wegen der unterschiedlichen Probenformen, die die unterschiedlichen Prüfmethode benötigen, sind nicht alle Verfahren für jedes Material geeignet. Am häufigsten angewandt wird die Kurz-Biegebalken-Methode, die in LN 19971 [49] für CFK und in ASTM D 2344-76 [50] genormt ist und zur Bestimmung der interlaminaren Scherfestigkeit (ILS) führt. Die Probe ist ein kurzer Biegebalken, der unter 3-Punkt-Belastung geprüft wird. Die elementare Balkentheorie zeigt, daß die Schubspannungsverteilung eine parabolische Funktion darstellt, die an der Oberfläche den Wert Null und an der neutralen Faser ein Maximum aufweist (Abb. 10). Allgemein wird akzeptiert, daß das Verhältnis der äußeren Stützweite zur Probendicke 5 oder weniger betragen muß, um ein Versagen durch Zug- oder Druckspannungen an den äußeren Flächen zu vermeiden. In der Probe herrscht keine reine Scherspannung, so daß oft Versagen durch Biegespannungen eintritt. Die Methode ist auch empfindlich gegen Defekte in der Probe, die nicht im Bereich der neutralen Faser liegen, so daß die Probe bei einer undefinierten

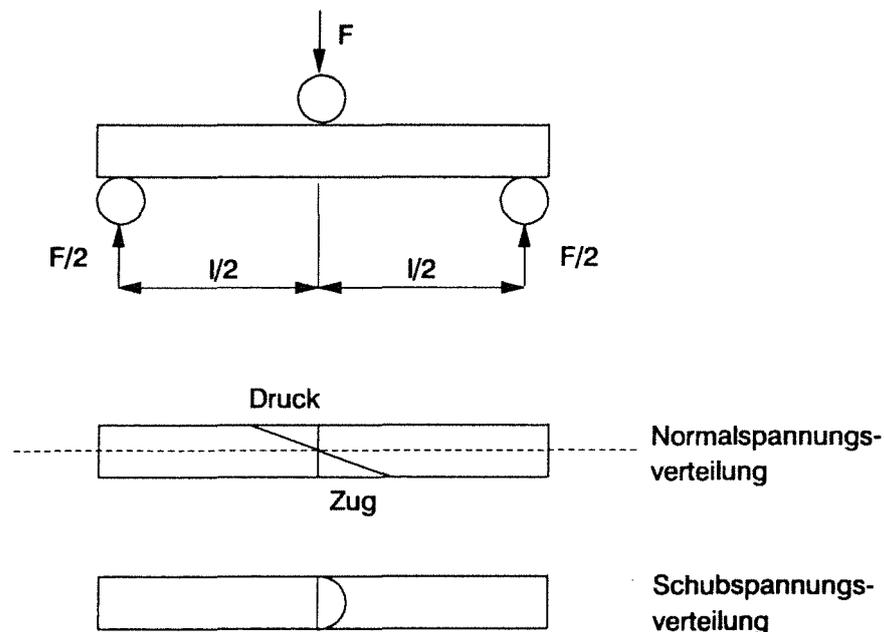


Abb.10: Spannungsverteilung in einem Biegebalken

Spannung versagt. Wenn die Scherfestigkeit im Vergleich zur Biegefestigkeit steigt, werden solche Effekte bedeutender. Der Schubmodul ist mit dieser Methode nicht zu messen. Stinchcombe et al. [51] haben die Grenzen dieser Prüf-

methode für CFK-Lamine aufzeigt. Reines Scherversagen findet nur bei Proben von schlechter Qualität statt.

Von der Spannungsanalyse aus gesehen ist die Belastung eines dünnwandigen Rohrs in Torsion die beste Prüfmethode [52]. Ein Drehmoment wird um die Längsachse eines Zylinders gelegt (Abb.11). Wenn die Wanddicke im Vergleich zum Radius des Rohrs klein ist, kann die Variation der Schubspannung in der Dicke vernachlässigt werden.

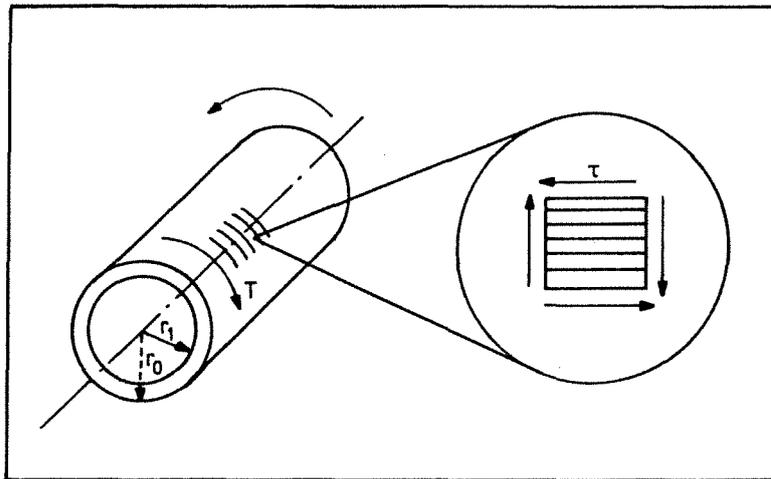


Abb.11: Torsionsversuch an einem dünnwandigen Rohr

Solche Rohre aus faserverstärkter Keramik herzustellen, ist aber zur Zeit kaum möglich, so daß diese Prüfmethode nicht in Betracht kommt.

Der "Off-Axis" Zugversuch ist in zahlreichen Arbeiten als Standard-Prüfmethode für faserverstärkte Kunststoffe akzeptiert. Die Versuchsdurchführung und die Probenherstellung sind relativ einfach. Außer den Schubeigenschaften können andere Daten wie E-Modul und Poissonzahl gewonnen werden. Eine Probe wird uniaxial in einem Winkel stehend zur Faserichtung belastet. Der Winkel beträgt meistens 10° . Wenn θ der Winkel ist, ergibt sich (Chamis & Sinclair [53]):

$$\begin{aligned}\sigma_L &= \sigma_a \cos^2 \theta \\ \sigma_T &= \sigma_a \sin^2 \theta \\ \tau_s &= \frac{1}{2} \sigma_a \sin 2\theta\end{aligned}\tag{49}$$

wobei σ_a die gemessene Spannung ist, σ_L , σ_T die Spannungen parallel und senkrecht zur Faser und τ_s die Schubspannung sind. Bei einem Winkel von 10° bedeutet ein Fehler im Ausschneiden der Proben von 1° eine 10-%ige Änderung der Schubspannung, was ein beträchtliches Problem für die Versuchsdurchführung darstellt. Zusätzlich bringt eine Fehlorientierung der Faser im Verbund einen entsprechend großen Fehler mit sich. Um die Spannungs-Dehnungs-Kurve aufzunehmen, müssen drei Dehnungskomponenten gemessen werden, wozu rosettenförmige Dehnungsmeßstreifen (DMS) benutzt werden. Diese gibt es allerdings meist nur mit der Winkeleinteilung 0° , 45° , 90° oder $0^\circ \pm 60^\circ$, so daß eine Transformation der Dehnungen notwendig wird. Die Ergebnisse [52] stimmen mit anderen Messungen gut überein. Diesem Versuch ähnlich ist der $\pm 45^\circ$ Zugversuch zur Bestimmung der Schubeigenschaften von "Cross-Ply" Laminaten.

Es sind weiterhin verschiedene gekerbte Probenformen für den Scherversuch in Gebrauch. Alle diese Methoden leiden jedoch an den unbestimmten Spannungszuständen bzw. Spannungskonzentrationen. Oft wird eine doppelt gekerbte Probe verwendet, wobei das zusätzliche Problem der genauen Ausrichtung der Kerben auftritt.

Eine sehr interessante und flexible Versuchsdurchführung ist mit der von Arcan et al [54] vorgeschlagenen Probe möglich. Der besondere Vorteil dieses Versuchs besteht darin, daß man die Probe unter verschiedenen Winkeln belasten kann. Die ursprüngliche Probenform war die charakteristische Kreisform mit asymmetrischen Ausschnitten. Da die Proben relativ groß sind, wird alternativ nur der mittlere belastete Teil aus dem eigentlich interessierenden Probenmaterial gefertigt (Abb.12). Die äußeren Teile fungieren dann als Probenhalter und werden an die Probe geklebt. Die Probe wird eingebaut und belastet, indem die Probenhalter über Stifte mit den Zugstangen einer Prüfmaschine verbunden werden. Die Schubspannung ist über die angelegte Last und die Fläche des engsten Querschnitts einfach zu berechnen. Die Scherung kann nicht direkt vom Maschinenweg, sondern muß mit DMS gemessen werden.

Arcan und Mitarbeiter [54] haben spannungsoptisch nur reine Schubspannungen feststellen können. Mit DMS wurde der Spannungsverlauf entlang der Probenlänge gemessen. In Abb. 13 ist der Spannungsverlauf in der Probe dargestellt. Die Punkte A und B sind die Grenzflächen zum Probenhalter, so

daß die Linie AB der Breite der Probe entspricht. Hier war eine leichte Spannungskonzentration an den beiden Enden zu verzeichnen. Banks-Sills und Bortman [55], die die Methode benutzen, um K_I und K_{II} zu bestimmen, kommen mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode zu ähnlichen Ergebnissen. Eine geringe Zugspannung senkrecht zur Prüfrichtung konnte festgestellt werden.

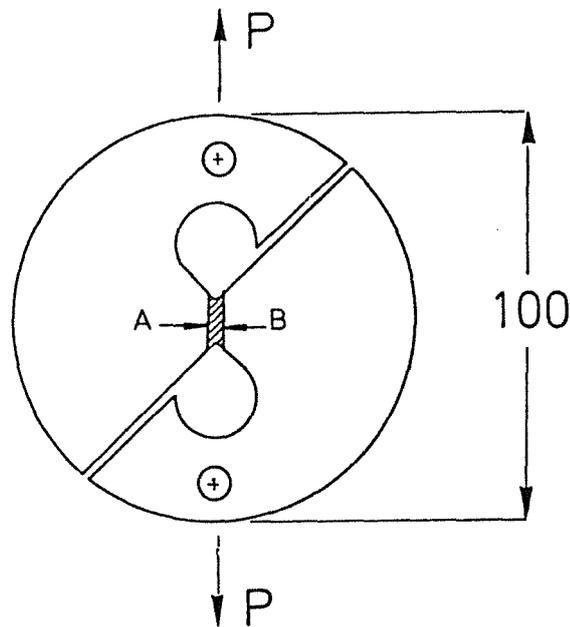


Abb.12: Arcan Probenhalter

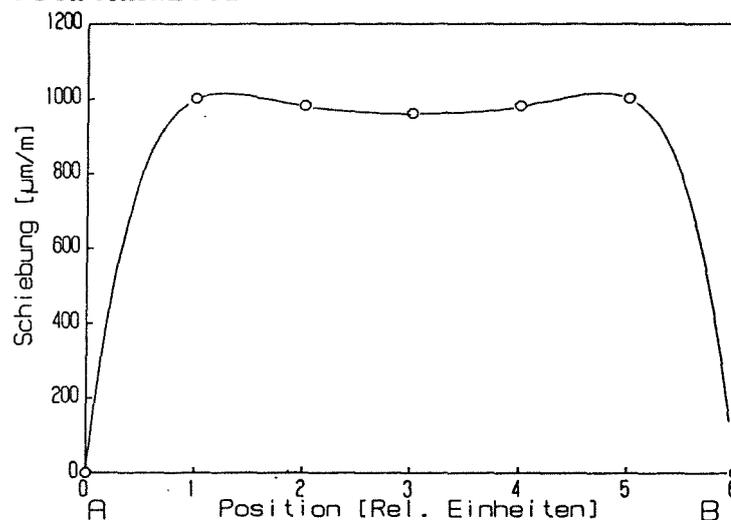


Abb.13: Spannungsverlauf in der Arcanprobe [54]

Der Iosipescu Versuch [56] ist dem Arcan-Versuch im Prinzip ähnlich. Eine konstante Schubspannung wird durch zwei entgegengesetzte Biegemomente in der gekerbten Mitte der Probe erzeugt. Die Biegemomente kompensieren sich in diesem

Querschnitt, so daß eine reine Schubspannung übrig bleibt. Es gibt zwei Versionen dieses Tests: die Methode von Iosipescu (Abb.14) und der asymmetrische 4-Punkt-Biegeversuch (Abb.15), der von Slepetz et al [57] entwickelt wurde.

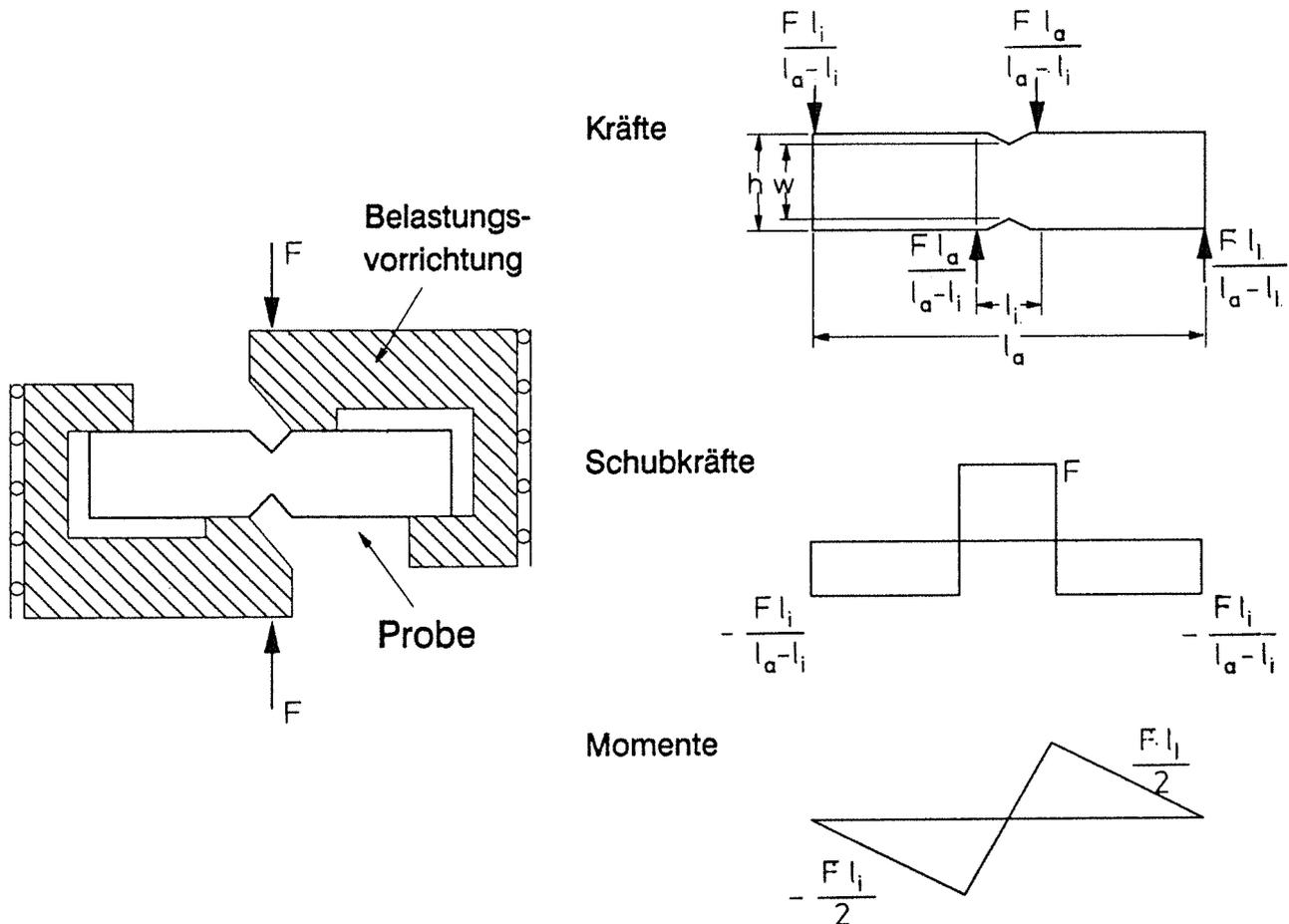


Abb.14: Iosipescu Versuch

Hierbei ist die Schubkraft, die am engsten Querschnitt wirkt:

$$F = F_0 \left(\frac{l_a - l_i}{l_a + l_i} \right) \quad (50)$$

statt wie bei Iosipescu die angelegte Last F_0 . Spiegel [48] zeigte durch Finite Elemente Analyse, daß ein Gebiet uniformer Schubspannung im Prüfquerschnitt bei beiden Methoden besteht. Die Form der Kerbe beeinflusst diesen Spannungszustand, der auch von der Probenhaltergeometrie abhängt. Hierbei spielt das zu untersuchende Material eine entscheidende Rolle. Dem Iosipescu-Versuch wird im allgemeinen eine höhere Meßgenauigkeit zugetraut. Bei Lee & Munro [52] wird er zusammen mit dem $\pm 45^\circ$ Zugversuch als am erfolgversprechendsten eingestuft. (Hierbei wurde der Arcan Versuch nicht untersucht.) Barnes et al. [58] zeigen durch FEM-Analysen und Versuche, daß ein komplexer Spannungszustand in

der Probe herrscht. Obwohl in der Probenmitte fast reine Schubspannungen vorhanden sind, sind lokale Spannungskonzentrationen an den Kerbgründen maßgebend bei der Bestimmung der Scherfestigkeit.

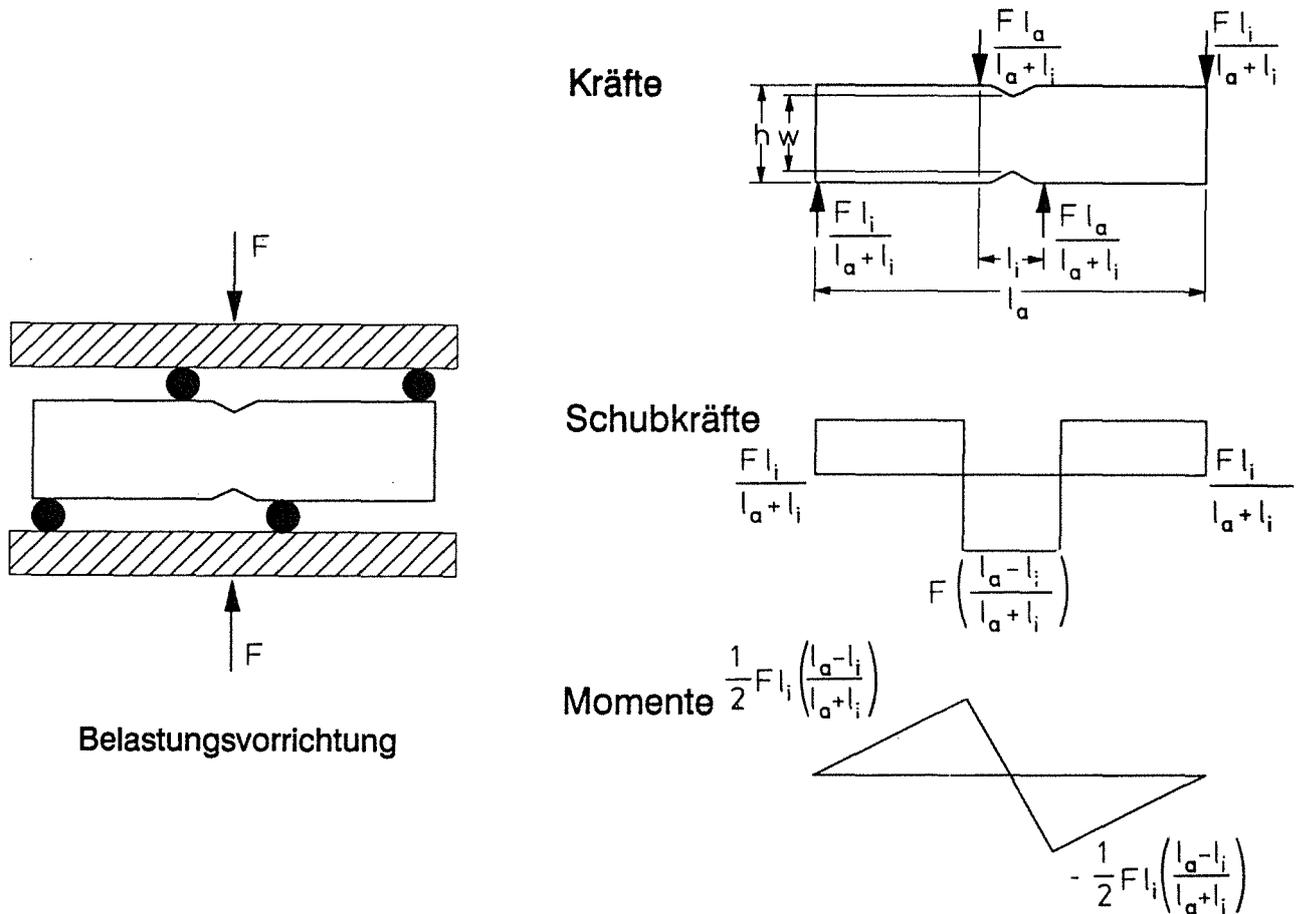


Abb.15: Asymmetrischer 4-Pkt. Biegeversuch nach Sleptez

2.3.4 Biegeversuch

Der Vorteil des Biegeversuchs liegt vor allem in seiner experimentellen Einfachheit. Im Gegensatz zu den anderen Versuchen ergeben sich keine wesentlichen Probleme der Krafteinleitung. Anders als bei den monolithischen Keramiken wird bei Verbundwerkstoffen sehr häufig der 3-Punkt-Biegeversuch benutzt. Im Abschnitt 2.3.3 wurde bereits auf die Wichtigkeit des Verhältnisses Stützabstand zur Probenstärke hingewiesen. Die Belastung im Biegeversuch erfolgt über das aufgebrachte Biegemoment, das mit zunehmender Stützweite zunimmt; die Schubspannung ist dagegen von der Stützweite unabhängig.

Für die maximale Zugspannung am Rand gilt:

$$\sigma_B = \frac{3 F \cdot l}{2 b \cdot h^2} \quad (51)$$

Für die maximale Schubspannung in Probenmitte gilt:

$$\tau_s = \frac{3 F}{4 b \cdot h}$$

wo l die Stützweite, b und h die Probenbreite bzw. -höhe sind.

Bei niedrigem l/h -Verhältnis versagen die Proben durch Scherung an der neutralen Faser, bei höheren l/h -Verhältnissen dagegen durch Zug- oder Druckspannungen in den äußeren Probenbereichen.

Für ein CFC-Material mit Gewebeaufbau haben Popp et al [41] gezeigt, wie der Versagensmechanismus sich mit dem l/h -Verhältnis ändert (Abb.16). Bis zu einem l/h -Verhältnis von 12 tritt Versagen durch Scherung ein, danach folgt ein Übergangsbereich, in dem komplexes Versagensverhalten auftritt. Ab einem l/h -Verhältnis von 22 ist nur noch Versagen aufgrund der Zug- bzw. Druckspannungen zu beobachten.

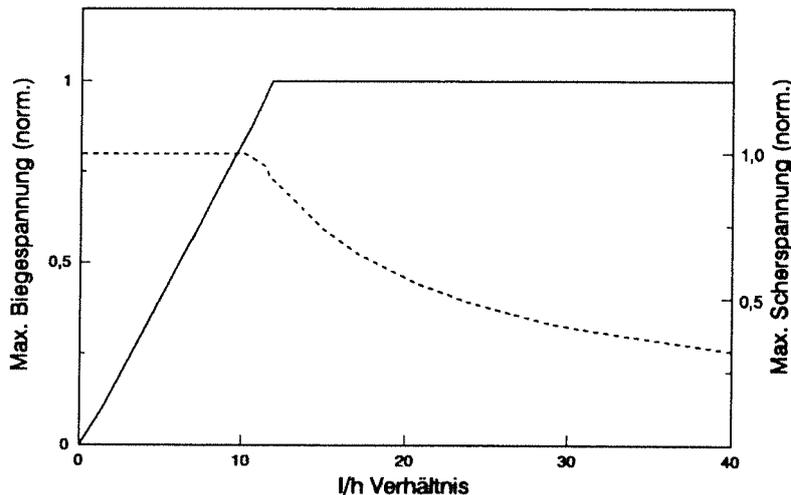


Abb.16: Einfluß der Stützweite auf den Versagensmechanismus [41]

Der gemessene E-Modul fällt mit abnehmendem l/h -Verhältnis. Dabei tritt ein zunehmender Einfluß der Faser-Matrix-Grenzfläche und der Matrix auf. Bei sehr kleinen l/h -Verhältnissen entspricht der E-Modul des Verbundes etwa dem der Matrix. Die Lage der Übergänge zwischen den verschiedenen Versagensarten hängt natürlich vom Werkstoff und seinen Eigenschaften ab. Je größer das Verhältnis der Zugfestig-

keit zur Scherfestigkeit ist, desto kleiner ist das kritische l/h -Verhältnis. Für Materialien mit einem Gewebe oder Laminataufbau wird das kritische l/h -Verhältnis häufig mit 25 angegeben. Bei undirektionalen Materialien kann dieser Wert viel höher liegen.

Im Biegeversuch werden meistens andere Werte für den E-Modul gemessen als im Zugversuch. Ein Grund dafür sind die in der 3-Punkt-Biegeprobe stets vorhandenen Scherspannungen. Für ein nicht ausgeglichen aufgebautes Material, d.h. wenn der Werkstoff nicht mit der gleichen Anzahl von Schichten mit positiver und negativer Ausrichtung aufgebaut ist, tritt zusätzlich der Effekt der Schubkopplung zwischen den Schichten auf (siehe [59]).

Dieser Effekt kann benutzt werden, um den E-Modul bei unendlicher Stützweite und den G-Modul zu berechnen. Nach Dubbel [60] kann die Durchbiegung f_m bei einem Biegeversuch in zwei Anteile, die von der Zug-, bzw. Druckspannung und von der Scherspannung herrühren, aufgeteilt werden.

$$f_m = \frac{F \cdot l^3}{4E \cdot b \cdot h^3} + \frac{3}{8} \frac{F \cdot l}{b \cdot h \cdot G} \quad (52)$$

Durch Umstellung dieser Gleichung erhält man:

$$\frac{b \cdot h \cdot f_m}{F \cdot l} = \frac{1}{4E} \cdot \left(\frac{l}{h}\right)^2 + \frac{3}{8 \cdot G} \quad (53)$$

Durch Auftragen von

$$\frac{b \cdot h \cdot f_m}{F \cdot l} \quad \text{gegen} \quad \frac{l^2}{h^2}$$

bekommt man eine Gerade mit der Steigung $1/4E$ und dem Abschnitt auf der Achse $3/8G$.

Es ist jedoch davon auszugehen [12 und 58], daß Matrixrißbildung die Homogenität des Biegebalkens zerstört. Dies hat zur Folge, daß die neutrale Achse sich verschiebt und die einfachen Formeln zu Berechnung der Biegespannung nicht mehr gültig sind.

2.3.5. Schallemissionsanalyse

Es ist allgemein bekannt, daß während des Bruchvorgangs Materialien hörbar Geräusche von sich geben. Die Schallemissionsanalyse (SEA) beruht auf dem Phänomen der Aussendung von Schallwellen in festen Körpern als Folge einer raschen Freisetzung von elastischer Energie. Verformungs-

vorgänge, schnell ablaufende Phasenumwandlungen und vor allem Rißbildung, Rißfortschritt und Bruchvorgänge kommen demnach als Ursachen für die Schallemission in Frage. Außerdem führen auch Reibungsvorgänge zur Emission von Schallwellen. Die Frequenzen solcher Vorgänge erstrecken sich über einen weiten Bereich, vom Infrashallbereich (< 16Hz) wie bei Erdbeben, bis weit in den Ultraschallbereich (>16kHz). Für die Werkstoffprüfung wird meistens der nahe Ultraschallbereich (70-400kHz) benutzt. Bei niedrigeren Frequenzen stören so viele Fremdgeräusche das Signal und bei höheren Frequenzen ist die Schwächung des Signals durch Absorption so ausgeprägt, daß eine sinnvolle Nutzung dieser Frequenzbereiche nicht möglich ist [61].

Wegen der Vielzahl der potentiellen Schallquellen hat die SEA ein sehr breites Anwendungsspektrum in der zerstörungsfreien Prüfung, wie z.B. der Überwachung von Schweißprozessen, der Prüfung komplizierter Druckbehälter wie dem Primärsystem eines Kernkraftwerkes bis hin zu geologischen Untersuchungen gefunden. Hierzu und zu den Grundlagen der SEA ist der Übersichtsartikel von Eisenblätter und Fanningner [61] zu empfehlen.

Man kann zwischen zwei Arten von SE-Signalen unterscheiden, kontinuierliche, die z.B. durch Versetzungsbewegung verursacht werden, und sog. "Burst" Signale, die von schnelleren Vorgängen stammen. Im weiteren soll nur die zweite Art betrachtet werden.

Die emittierten Schallwellen pflanzen sich auf verschiedene Arten durch die Probe z.B. als Longitudinal-, Transversal- oder Oberflächenwellen fort. Diese Wellen werden von einem piezo-elektrischen Sensor aufgenommen, anschließend verstärkt und elektronisch weiterverarbeitet. Ein typischer Versuchsaufbau für die Schallemissionsanalyse bei der Werkstoffprüfung ist in Abb.17 abgebildet.

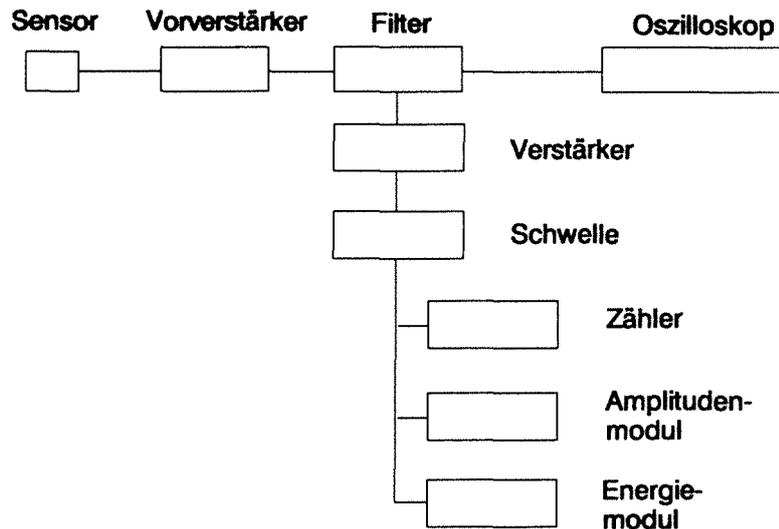


Abb.17: Typischer Versuchsaufbau für die SEA

Nach Verstärkung der Signale wird die Spannung mit einer Schwelle verglichen. Nur die Impulse, die eine höhere Spannung als diese Schwelle haben, werden weiterverarbeitet. Diese Schwelle wird so gesetzt, daß das Grundrauschen des Systems ausgeschlossen ist. Ein typisches, idealisiertes SE "Ereignis" ist in Abb.18 dargestellt. In der Wirklichkeit ist die Frequenz nicht konstant, sondern setzt sich aus mehreren Schwingungen zusammen.

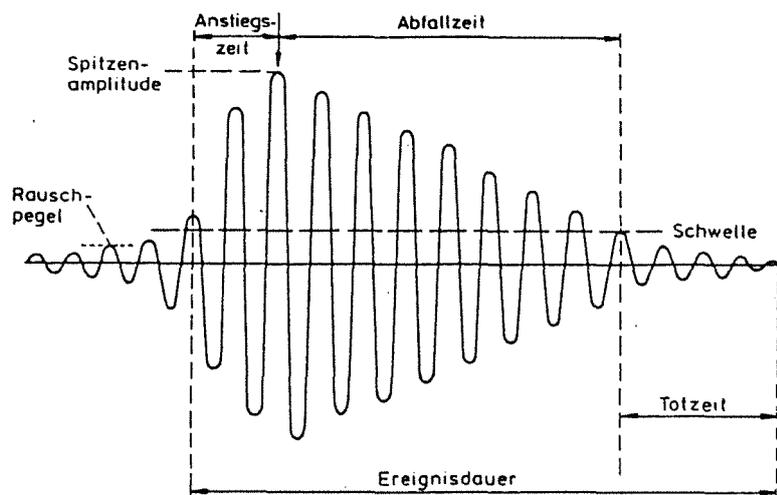


Abb.18: Idealisiertes Signal eines SE-Ereignisses [62]

Nach dem ersten Überschreiten der Schwelle wird ein Zähler in Gang gesetzt, der jede positive Überschreitung zählt. Die Summe daraus wird als Impulssumme oder 'Ring Down Counts' bezeichnet und ist der einfachste SE-Parameter, der von allen Systemen registriert wird. Nachdem das Signal

wieder unter die Schwelle abfällt, ergibt sich eine Totzeit, die vom System abhängig ist. Sie beträgt bei dem in dieser Arbeit verwendeten System mindestens $32\mu\text{s}$ [63]. In dieser Zeit werden die Daten gespeichert und das System für das nächste Ereignis bereit gemacht. Eine solche moderne Anlage registriert alle diejenigen Parameter, die in Abb.18 dargestellt sind. Zusätzlich kann oft die Gesamtenergie des Ereignisses bestimmt werden. Ein anderer, oft benutzter Parameter ist das sog. "Slope", d.h. die Steigung im Anfangsbereich des Signals, die durch die Spitzenamplitude geteilt durch die Anstiegszeit gegeben ist.

Bei homogenen Werkstoffen kann die SEA benutzt werden, um Fehlstellen zu orten. Zwei oder mehrere Sensoren werden auf ein Bauteil gesetzt und durch den Laufzeitunterschied wird das Signal zu unterschiedlichen Zeiten an den verschiedenen Sensoren registriert. Durch Triangulation kann die Stelle des Fehlers festgestellt werden. Für faserverstärkte Werkstoffe ist dies wegen der Anisotropie nur in einer Dimension möglich.

Die SEA wird häufig angewendet, um Bruchvorgänge bei faserverstärkten Kunststoffen zu untersuchen. Bisher ist sehr wenig über ihre Anwendung bei faserverstärkten Gläsern oder Keramiken veröffentlicht worden. Einige Arbeiten [64-66] sind über die SEA bei monolithischen Gläsern und Keramiken erschienen. Die einfachste Anwendung ist die der Feststellung der ersten Schädigung durch die Aufnahme der Impulszahl und der Impulsrate (Impulse pro Zeiteinheit) z.B. im quasistatischen Versuch. Bei faserverstärkten Werkstoffen möchte man aber zwischen den verschiedenen Bruchmechanismen anhand der SE-Parameter unterscheiden können. Viele Autoren benutzen, um dies zu erreichen, die Amplitude als Parameter [67,68]. Short und Summerscales [69] haben einige Ergebnisse anderer Autoren zusammengestellt. Ein absoluter Vergleich der angegebenen Amplituden ist wegen der unterschiedlichen Systemparameter schwierig, obwohl die meisten Autoren die Messung der Amplitude in dB, bezogen auf $1\mu\text{V}$ am Sensor, bevorzugen. Im allgemeinen aber werden Ereignisse mit niedriger Amplitude der Matrixrißbildung, mit mittlerer Amplitude der Delamination und mit höherer Amplitude dem Faserbruch oder dem Pullout zugeschrieben. Hierzu muß bemerkt werden, daß Kunststoffe i.a. einen niedrigeren E-Modul als Gläser haben, so daß der Energiebetrag eines Matrixrisses niedriger als bei einer Glasmatrix sein sollte. Pollock [70] hat die Amplitudenverteilung zum Vergleich bei verschiedenen Quellmechanismen

angegeben. In den meisten Fällen kann die Verteilung durch ein Potenzgesetz der Form

$$\phi(U) = (U/U_t)^{-b'} \quad (54)$$

beschrieben werden, wobei $\phi(U)$ die Wahrscheinlichkeit ist, daß die Amplitude eines Ereignisses größer als U ist, mit U_t als der kleinsten im Modell berücksichtigten Amplitude. Dieses empirische Gesetz ist für viele Quellmechanismen bei verschiedenen Materialien gültig. Wird die Summenhäufigkeitsverteilung der Amplitude doppellogarithmisch aufgetragen, ergibt sich eine Gerade mit Steigung b' , die für den Mechanismus charakteristisch ist. Es gibt aber Mechanismen, die besser durch andere Funktionen beschrieben werden können.

An porösem, gesintertem Glas (Duran) wurde die Schallemission während langsamem Ribwachstum von Knehans et al [71] studiert. Die Amplituden zeigen eine breite Verteilung über dem gesamten dynamischen Bereich (hier 27-100dB). Das Maximum hängt von der Glasteilchengröße ab, je größer desto höher das Maximum.

Block [62] bevorzugt die SE-Energie als Parameter, um Mechanismen zu unterscheiden. Sie sollte ungefähr mit der mechanischen Energiefreisetzungsrates übereinstimmen, in Wirklichkeit unterscheiden die Werte sich jedoch durch 2-3 Größenordnungen. Andere Vorteile sollten darin liegen, daß der Informationsgehalt weniger durch Übertragungseffekte verändert wird, als es bei der Spitzenamplitude der Fall ist, und daß die Summe der Energien annähernd konstant bleibt, auch wenn zwischen zwei Ereignissen vom System zeitlich nicht unterschieden werden kann, so daß die Ereignisse als ein Ereignis aufgefaßt werden. Als Nachteil ist demgegenüber festzuhalten, daß die Energieanalyse eine Integration der Signale über die Zeit erfordert, was höhere Ansprüche an das Auswertesystem stellt. Verschiedene Hersteller lösen dieses Problem [63,72] auf unterschiedlichen Wegen, so daß Vergleiche noch schwieriger sind als bei der Amplitudenverteilung.

3. Untersuchte Materialien

3.1. Komponenten

3.1.1. Faser

Die in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe wurden mit zwei Fasertypen verstärkt: der `Nicalon`-Faser, Typ 202, auf SiC-Basis der Fa. Nippon Carbon, Japan, und Kohlefaser des Typs T800 der Fa. Toray, Japan.

Die Nicalonfaser wurde von Yajima et al. entwickelt [21,73,74]. Die Faser wird nach [75] hergestellt, indem Dichlordimethylsilan $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ mit metallischem Natrium dechloriert wird, um zunächst Dimethylpolysilan $[(\text{CH}_3)_2\text{Si}]_n$ zu bilden. Dies wird bei ca. 470°C zu Polycarbosilan polymerisiert und anschließend bei 350°C unter Stickstoffatmosphäre in der geschmolzenen Phase zu Fasern gesponnen. Durch Erhitzen in Luft werden die Polycarbosilanmoleküle miteinander verbunden, um Schmelzen zu verhindern. Anschließend werden die Fasern bei 1300°C pyrolysiert. Die resultierenden Fasern enthalten ca. 56% Si, 30% C und 11% O (siehe Tab. 2)

Tab. 2: Chemische Analyse der Nicalon Faser nach verschiedenen Autoren (Massen %)

Ref.	Si	C	O	H	Fe	Cr	Ni	Mg	Na	Cu	Al	B	N	Ca
[76]	56,9	30,62	11,28		,003	<,002	<,005	,0005	,002	<,001	<,01	,0078	,1	
[77]	59	31	10											
[78]	54,3	30	11,8											
[75]			16,5		,03	,01	,05	,003	,06		,07		,45	,02
[79]	55,5	28,4	14,9	,13										
[80]	50,5	31,6	10,3	,055										

Dies entspricht ca. 61% SiC, 28% SiO_2 und 10% freiem Kohlenstoff. Die Dichte von $2,55\text{g/cm}^3$ ist erheblich niedriger als die von SiC ($3,2\text{g/cm}^3$), entspricht aber etwa der Dichte der SiC/ SiO_2 /C Mischung von ca. $2,65\text{g/cm}^3$ [75]. Dies läßt nur wenig Porosität in der Faser erwarten. Die Struktur der ersten Fasern (Typ 101) war röntgenamorph. Spätere Chargen waren mikrokristallin mit einer β -SiC Struktur. Sie haben

Kristallitgrößen von 1,6 bis 2,7nm [82,83]. Laut Hersteller [80] hat die Faser eine Zugfestigkeit von 2800 MPa bei einer Bruchdehnung von 1,4%. Messungen durch unabhängige Autoren, zusammengefaßt in [82] zeigen eine große Variation von 1070 MPa bis 3714 MPa, mit Weibullmoduln zwischen 2,3 und 5,2. Dieser große Unterschied läßt sich zum Teil durch die unterschiedlichen verwendeten Meßlängen erklären [83].

Der E-Modul ist erheblich kleiner als für β -SiC (450GPa) und beträgt 200 GPa. Der Faserdurchmesser hat einen Mittelwert von $15\mu\text{m}$, zeigt aber eine große Streuung zwischen 9 und $20\mu\text{m}$ [77]. Der thermische Ausdehnungskoeffizient wird bei verschiedenen Autoren unterschiedlich angegeben. Die Hersteller geben einen Wert von $1-2 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ an. Hegeler [25] hat Werte zwischen $2,7 \cdot 10^{-6}$ ($20-300^\circ\text{C}$) und $4,0 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ($20-1220^\circ\text{C}$) gemessen. Davidge [83] wiederum berichtet von einem Wert von $3,1 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ (ohne nähere Angaben).

Die T-800 Kohlefasern sind sog. hochfeste Fasern, im Gegensatz zu hochmoduligen Fasern. Sie werden aus Polyacrylnitril (PAN)-Precursoren, wie in Abb.19 schematisch dargestellt, hergestellt.

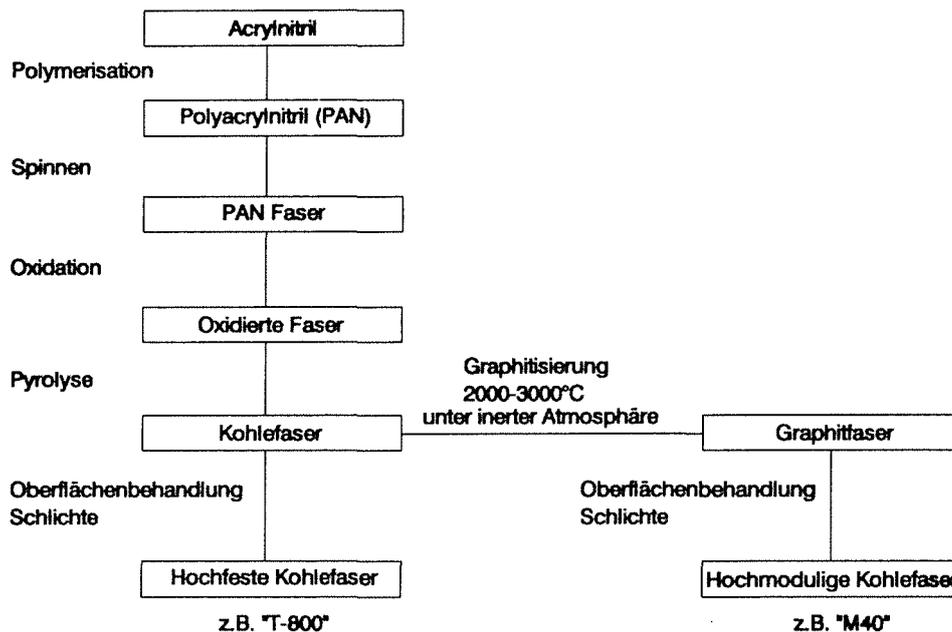


Abb. 19: Herstellungsprozess für PAN-Faser[84]

Der Faserdurchmesser beträgt ca. $5\mu\text{m}$ [85] mit viel geringerer Streuung als bei den Nicalonfasern. Nach Firmenangaben hat diese Faser einen E-Modul von 294 GPa, und eine Zugfestigkeit von 5490 MPa bei einer Bruchdehnung von 1,9%.

Die Struktur von C-Fasern ist extrem anisotrop [86] mit einer Ausrichtung der c-Achse der Graphitstruktur parallel zur Faserachse (Abb. 20).

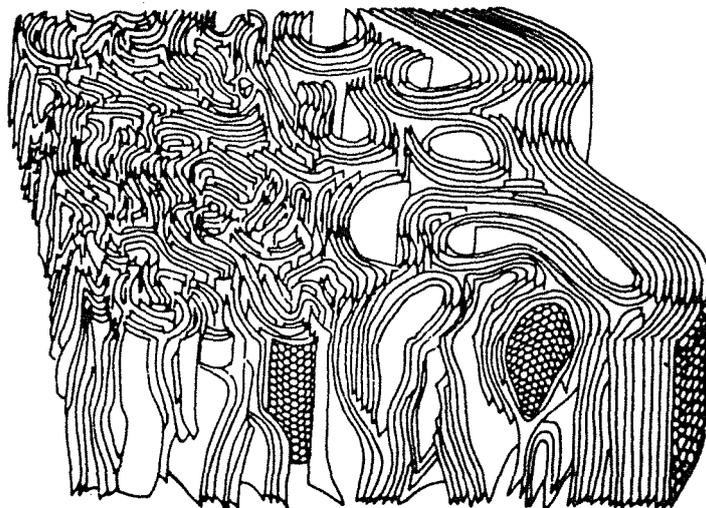


Abb. 20: Struktur einer C-Faser nach [86]

Dieses Verhalten drückt sich im thermischen Ausdehnungskoeffizienten aus. Parallel zur Faserachse ist α fast Null [25,89]. Senkrecht dazu ist in [25] ein Wert von $25,9 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ angegeben. Chawla [1] gibt typische Werte zwischen $5,3-8,4 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ an. Diese stimmen mit Angaben von Johnson [87] überein. Informationen über die Poissonzahl sind, wie für die Nicalon Faser, wenig veröffentlicht worden, Hegeler [25] gibt einen Wert von 0,25 an.

3.1.2. Glasmatrix

Sämtliche Glasmatrices, die in dieser Arbeit verwendet wurden, sind von der Firma Schott, Mainz hergestellt worden. Hierbei wurden sowohl kommerziell verfügbare als auch experimentelle Qualitäten verwendet.

Für den größten Teil der Untersuchungen wurden die Glasarten Duran und Supremax eingesetzt. Das erste ist ein Bor-silikatglas, sehr ähnlich in Zusammensetzung und Eigenschaften zum "Pyrex" Glas der Firma Corning, das von anderen Autoren als Matrix verwendet wird. Das Supremaxglas ist ein phosphathaltiges Erdalkali-Alumo-Silikatglas. Die Zusammensetzung und Eigenschaften der verwendeten Gläser sind in den Tabellen 3 und 4 wiedergegeben (Firmenangaben).

Tab. 3: Chemische Zusammensetzung der verwendeten Gläsern
(Massen %) (MO - Übergangsmetalloxide)

Glas	SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	BaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	ZnO	MO
Duran	80,7	12,8	2,4				3,5	0,6			
Supre-											
max	51,9	2,2	22,0	7,0	7,5	1,5			7,9		
"A"	62,0	14,0	13,0							4,0	8,0

Tab. 4: Physikalische Eigenschaften der verwendeten Gläsern

Glas	E [GPa]	T _g [°C]	V _A [°C]	α (20/T _g) [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	Dichte [g/cm ³]
Duran	63	530	1260	3,37	2,23
Supremax	90	730	1230	4,60	2,56
A-Glas	73	624	1324	2,30	2,44

T_g - Glastransformationstemperatur

V_A - Verarbeitungspunkt - Temperatur bei der die Viskosität des Glasschmelzes 10⁴ dPas beträgt

α (20/T_g) - Thermische Ausdehnungskoeffizient gemessen zwischen 20°C und T_g des Glases

Angaben über weitere Eigenschaften können dem Firmenprospekt [88] entnommen werden

3.2. Herstellungsprozess

Der Herstellungsprozess [25] wurde in Kap. 2.2. kurz erläutert. Die Anlage zur Herstellung der 'Prepegs' ist in Abb.21 schematisch dargestellt.

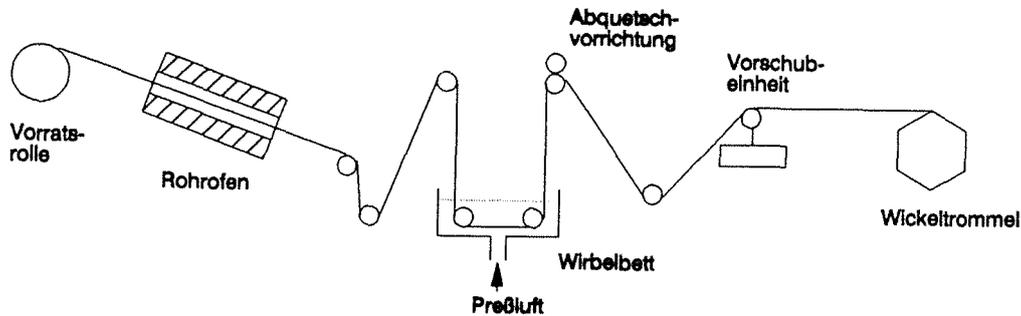


Abb. 21: Schematische Darstellung der Wickelanlage [25]

Die Faserbündel (für Nicalon: ca. 500, T800: 6000 einzelne Filamente) werden von der Vorratsstrommel genommen und durch einen Rohofen gezogen. Bei einer Temperatur von ca. 600°C wird die Kunststoffschicht (Vinylacetat), die als mechanischer Schutz der Faser vorgesehen ist, abgebrannt. Die Fasern bleiben höchstens 5 min im Ofen. Anschließend wird das Faserbündel über Umlenkrollen durch das Glaspulver/Binder-Bad im Wirbelbett gezogen und das überflüssige Material an zwei Rollen abgequetscht. Der Faseranteil kann in gewissen Grenzen durch Variation des Verhältnisses Glaspulver zur Sol-Gel Lösung eingestellt werden. Um einen Verbundkörper mit einem Fasergehalt von 40% zu bekommen, besteht der Slurry aus 100g Glaspulver und 250g Sol-Gel Lösung. Die vollgewickelte Trommel wird 24h stehengelassen, bis die alkoholischen Anteile der Sol-Gel Lösung verdampft und die Faserpakete mechanisch stabil sind. Anschließend werden die Faserrohre von der Trommel entfernt und die Hydrolyse und die Polykondensation durchgeführt. Dies geschieht, indem sie zuerst für 24h bei 80°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 98% gelagert werden. Die Polykondensation erfolgt durch langsames Aufheizen auf 250°C . Die Haltezeit beträgt dann wiederum 24h. Die Reaktion wird erst während des Heißpressens bei 500°C vollkommen abgeschlossen.

Das Verdichten der 'Prepegs' geschieht in einer Graphitmatrize, die gleichzeitig der Susceptor der Induktionsheizung ist, unter Vakuum. Die Matrize hat innere Abmessungen von 100x100mm. Die Platten werden von dem Stempel durch Kohlenstoffolien getrennt, um ein Verschweißen an den Stempeln zu verhindern. Da die verschiedenen Glasmatrices unterschiedliche Viskositäts-Temperatur-Verläufe haben, wurden unterschiedliche Preßbedingungen für die verschiedenen Gläser festgelegt. Schematisch ist das Temperatur-Druck-Zeit-Profil in Abb.21 zu sehen. Außer einem leichten (0,2MPa) Anpreßdruck, der zur Regelung der Presse nötig ist, wird der volle Druck erst bei der Verarbeitungstemperatur des Glases aufgebracht, um eine Schädigung der Faser zu vermeiden.

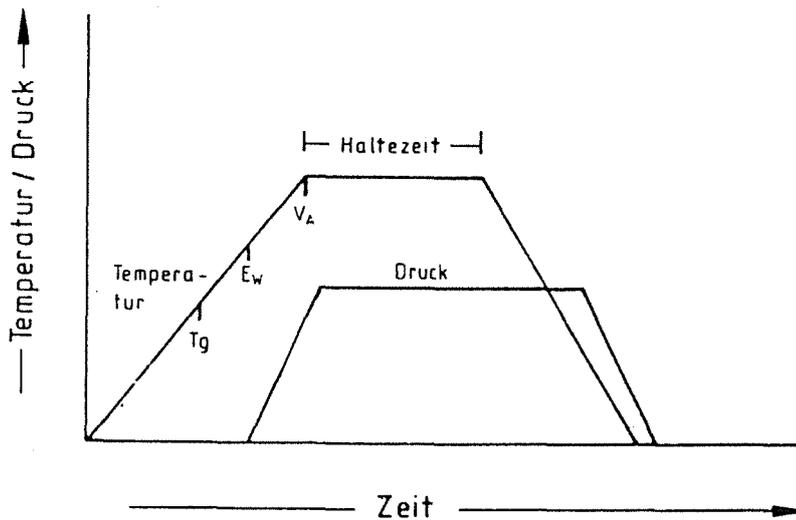


Abb.22 Temperatur-Druck-Zeit-Profil des Heißpreßvorgangs [25]

Nach der Haltezeit wird der Generator ausgeschaltet, und die Probe kühlt ab. Der Druck wird erst abgebaut, wenn die Temperatur unterhalb der Transformationstemperatur des Glases ist, um Blasenbildung zu verhindern.

Hegeler [25] hat die optimalen Preßvorgänge, in Bezug auf die Festigkeit, für häufig benutzte Glastypen ermittelt. Für Nicalon verstärkte Duran- und Supremaxgläser betragen sie 1250°C bei 10 MPa mit einer Haltezeit von 5 min. Bei diesen zwei Matrices wurden alle Proben, wenn nicht anders angegeben, bei diesen Bedingungen gepreßt. Für die anderen Varianten werden die Preßbedingungen bei der Ergebnisdarstellung angegeben.

Es wurde, vor allem bei den Biegeversuchen, sowohl Proben, die im Form von Platten geliefert wurden und anschließend herausgeschnitten wurden als auch einzelne Proben von Platten, die beim Institut für nichtmetallische Werkstoffe der TU Berlin untersucht wurden, geprüft. Die Preßdaten sind im Anhang aufgelistet.

4. Experimentelle Vorgehensweise

4.1. Zugversuche

Nach den Erfahrungen mit CfC-Werkstoffen [76] wurden zuerst gerade Proben mit Aluminiemaufleimern verwendet. Die ersten Versuche wurden mit Proben der Dimensionen 90 x 6 x 3,2 mm durchgeführt, wobei ca. 30mm lange Aufleimer verwendet wurden. Als Kleber wurde der Klebstoff X60 auf Methacrylatbasis der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik verwendet. Obwohl seine Festigkeit geringer ist als die von z.B. Epoxidharzkleber, hat er zwei bedeutsame Vorteile: er bindet schneller ab (in 20min) und ist in Aceton lösbar, so daß die Aufleimer von der Probe entfernt und wieder benutzt werden können.

Die ersten Versuche an SiC/Duran zeigten ein unerwartetes Bruchverhalten. Wie in Abb. 23 zu sehen ist, laufen Risse parallel zu der Faser. Diese könnten von einem zu hohen Verhältnis der Scherspannung zur Zugspannung herkommen.

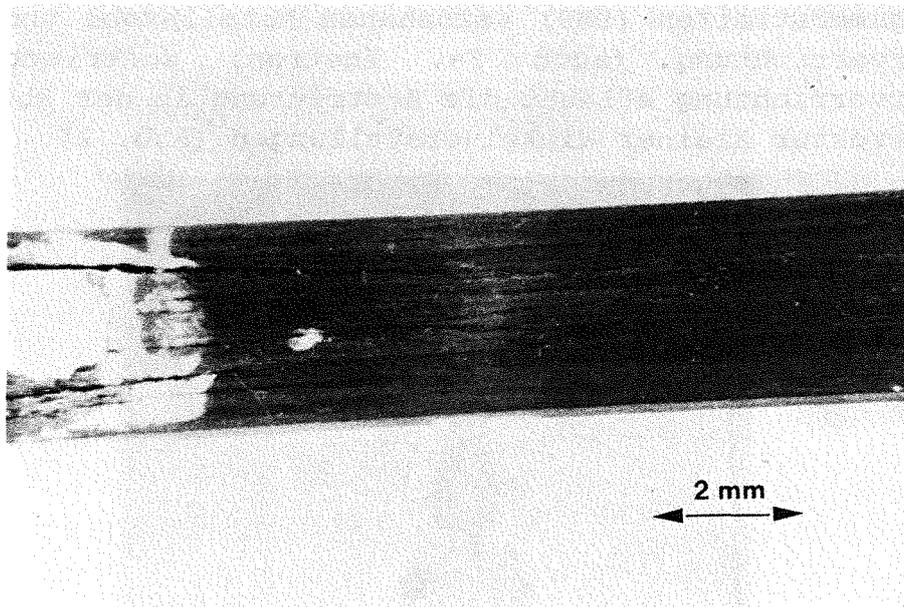


Abb. 23: Versagen bei einer Zugprobe aus Nicalon verstärktem Duran.

Um dieses Spannungsverhältnis zu reduzieren, wurden taillierte Proben verwendet. Diese Form ist in Abb. 24 dargestellt. Dies führte aber zu keiner wesentlichen Änderung im Bruchverhalten. Die Risse liefen bevorzugt entlang der Verlängerung der kleinsten Querschnitte in die Schulter der Probe hinein. Als endgültige Form wurden gerade Proben der

Dimension 90x6x2mm gewählt, die mit Aluminiumaufklebern (30x6x1mm) versehen waren.

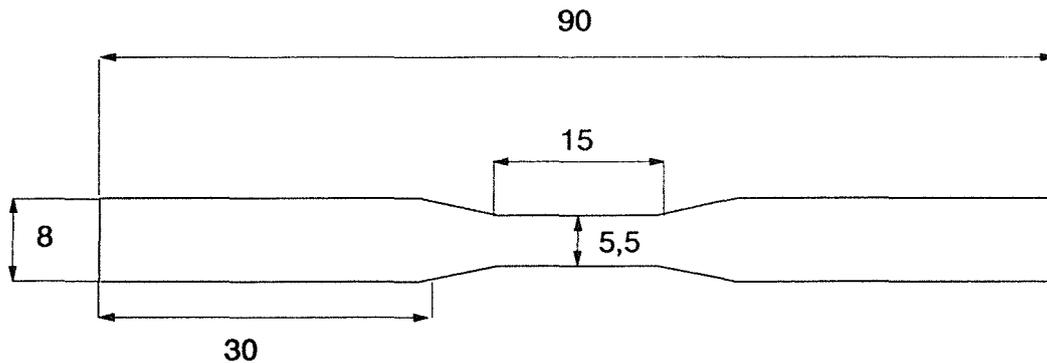


Abb. 24: Taillierte Zugprobe

Die Belastung der Probe erfolgte in einer Instron-Prüfmaschine (Typ 1362), ausgestattet mit den Spannbacken für Zugversuche an kleinen, metallischen Proben. Die obere Spannzange war frei hängend, um eventuelle Biegespannungen durch Zwangsführung auszugleichen.

Das Spannzeug wurde beim Einbau mit Hilfe einer mit Dehnungsmeßstreifen (DMS) versehenen Metallprobe und einer Justiervorrichtung (auch Fa. Instron) zentriert. Die Justiervorrichtung erlaubt die Zentrierung in der Ebene und die Korrektur kleiner Winkelverstellungen (Abb. 25).

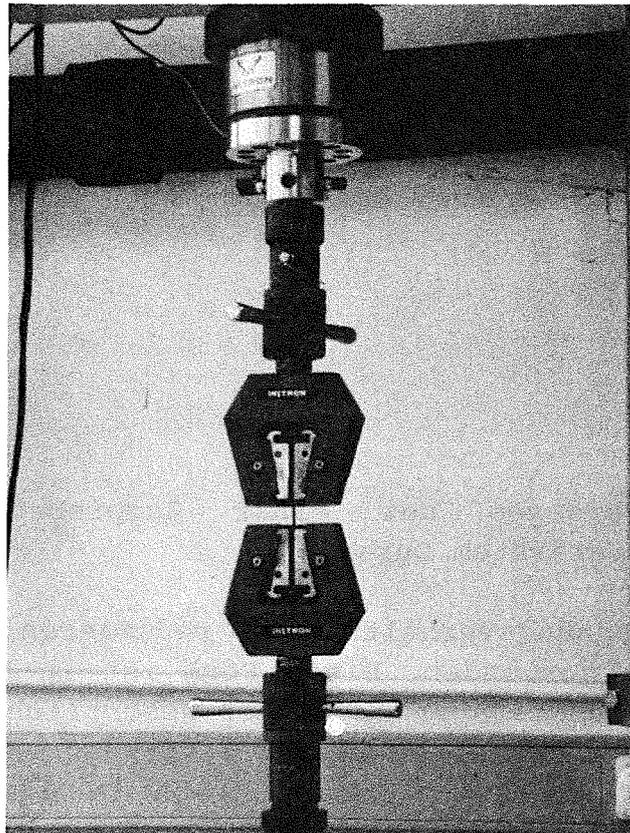


Abb. 25: Verwendete Zugprüfvorrichtung

Die Versuche wurden über den Maschinenweg gesteuert, da die benutzten Extensiometer zum Rutschen tendierten und dies somit eine Dehnungssteuerung unmöglich machte. Eine Steuerung durch die Last ist auch nicht wünschenswert, da die abfallende Last des Spannungs-Dehnungsdiagrammes bei Pull-Out damit nicht erfaßt wird.

Die Versuche mit dieser Probengeometrie zeigten auch Risse längs der Faser bis in den Bereich der Einspannung, wie in Kap. 5.4. beschrieben wird. Diese Risse laufen jedoch senkrecht zu dem Aufleimer und nicht parallel. Dies deutet darauf hin, daß das Verhalten werkstoffbedingt ist und nicht durch die Einspannung zustande kommt.

Scherversuche

Drei Verfahren wurden in Vorversuchen getestet, um die Schereigenschaften der Werkstoffe zu untersuchen: die Kurzbiegebalkenmethode, die Iosipescu- und die Arcanmethode. Die Arcan- und die Kurzbiegebalkenmethode sind früher bei der Prüfung von CfC-Werkstoffen mit 2-dimensionaler Gewebestruktur verglichen worden [76]. Hier wurde gezeigt (Tab. 5), daß außer für die sehr spröde Qualität J1T3 die Scherfestigkeit, gemessen im Kurzbiegebalkenversuch, immer höher war als die, die durch den Arcanversuch bestimmt wurde. Dies liegt an dem gemischten Spannungszustand in den Kurzbiegebalken.

Tab. 5: Vergleich der Scherfestigkeiten gemessen mit den Kurzbiegebalken- und Arcanmethoden an verschiedenen CfC Qualitäten [76]

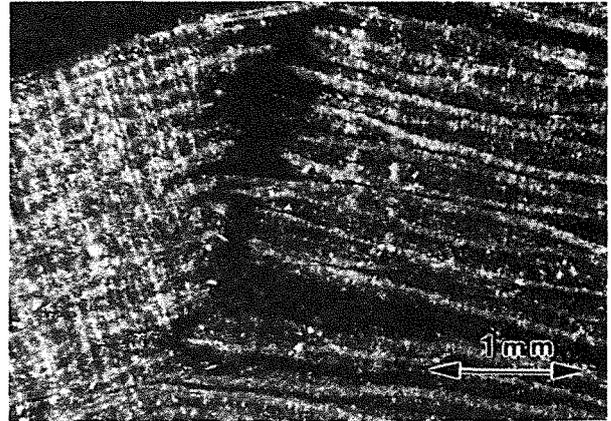
CfC-Variant	J1T1	J1T2	J1T3	J2T2	J1T1Ph	J1T1Pe
ILS _{Biege} [MPa]	18,4	13,4	7,5	15,4	21,1	22,3
ILS _{Arcan} [MPa]	13,0	11,9	7,7	13,5	15,2	16,1

Als Folge davon war das Versagen selten in der neutralen Achse, sondern entweder wie in Abb. 26a im Winkel von ca. 45° von der Probenmitte bis zur Druckseite, oder wie in Abb. 26b, für die spröde J1T3-Proben als reines Biegeversagen ausgehend von der Zugseite der Probe. Wie in Abb. 27 zu sehen ist, waren beim Arcan Versuch die Bruchflächen eben, in der Mitte der Probe, parallel zu den

Klebflächen, was charakteristisch für einen reinen Scherbruch ist. Das Abscheren lief meistens über die Faser/Matrix-Grenzfläche und nicht zwischen den einzelnen Schichten der Gewebe.



a



b

Abb: 26: Unterschiedliche Versagensarten von 2 CfC-Kurzbiegebalkenproben

a) J1T1 Probe ("zäh") und b) J1T3 Probe ("spröde")

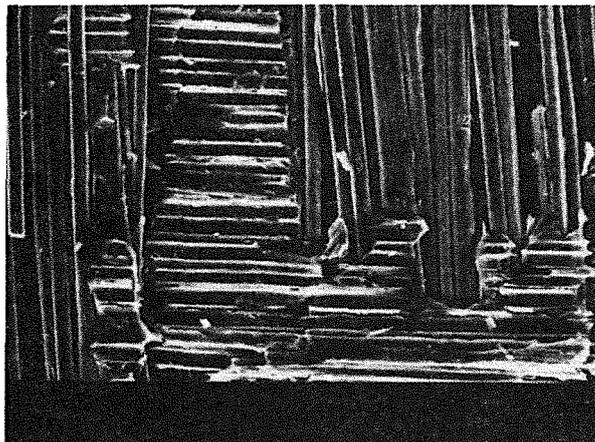


Abb. 27: Bruchfläche einer Arcanprobe (J1T1)

Um die Tauglichkeit des Iosipescuversuchs für faserverstärkte Gläser zu untersuchen, wurde eine Prüfvorrichtung wie in Abb. 28 konstruiert und gebaut. Zuerst wurde die Spannungsverteilung in Fensterglasproben mit Hilfe der Spannungsoptik untersucht. Hier zeigte sich, daß der Scherspannungsbereich zwischen den zwei Kerben in der Mitte der Probe und die Druckspannungsbereiche unter den inneren Auflagern ineinander übergehen.

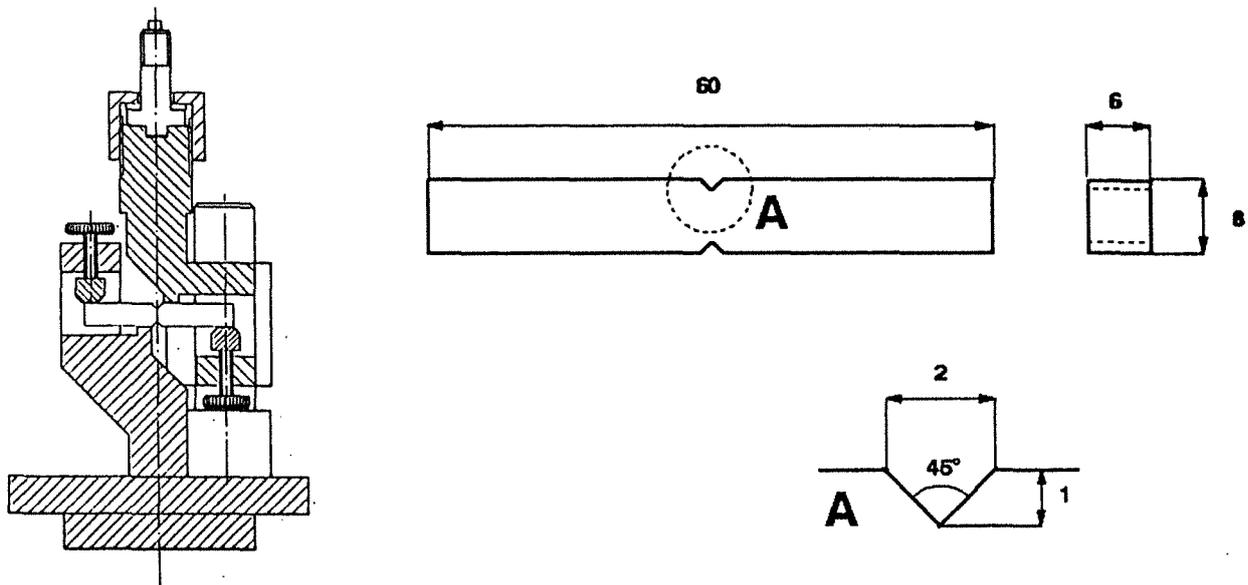


Abb. 28: Iosipescu Prüfvorrichtung und Probe

Um diese Spannungsbereiche auseinanderzuhalten wurden die inneren Auflagen je 5mm nach außen versetzt. Dies hatte nur mäßigen Erfolg. Anschließend wurden mit dieser Prüfeinrichtung faserverstärkte Proben (SiC/Duran) untersucht, wobei die Fasern parallel zur Achse der Schubspannung zwischen den Kerben ausgerichtet waren. Trotz einer Teflonzwischen-schicht zwischen Auflager und Probe versagten die Proben immer an der Innenkante der inneren Auflage, wo ein unbestimmter Spannungsabfall herrscht. Aus diesem Grund wurde diese Versuchsart nicht weiterverfolgt. Für die Messungen wurde die Arcanmethode, sowie als Vergleich zwischen den verschiedenen Probenarten und wegen des geringeren experimentellen Aufwands die Kurzbiegebalkenmethode verwendet.

Die benutzte Arcan Prüfeinrichtung wurde in Kap.2.3.3., Abb. 12 dargestellt. Die Probengeometrie ist in Abb. 29 wiedergegeben. Die Proben wurden mit einem Epoxidkleber in die Prüfeinrichtung unter Verwendung einer speziellen dazu gefertigten Fixierung befestigt. Die Belastung geschah mit einer Geschwindigkeit von 0,001mm/s.

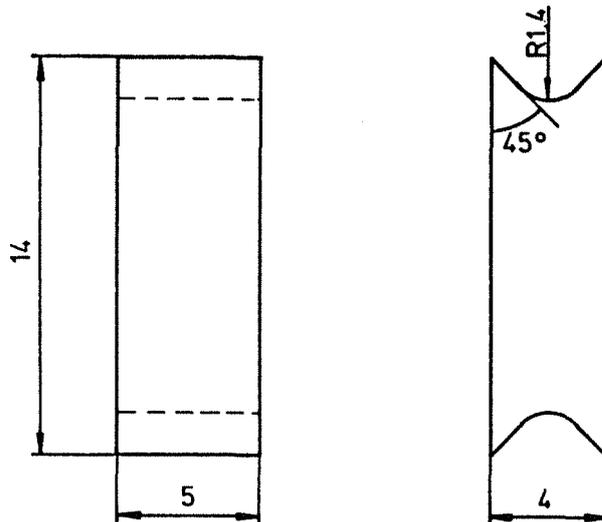


Abb. 29: Verwendete Arcan-Probengeometrie

Biegeversuche

Die Biegeversuche bei Raumtemperatur wurden in 3-Pkt Belastung mit einer Stützweite von 80 bzw. 84mm durchgeführt. Die Probenabmaße, wo Platten, und nicht schon geschnittene Biegeproben geliefert wurden, betragen 90x8x3,2mm. Diese wurden so gewählt, daß bei einer Stützweite von 80mm das l/h (Stützweite/Probenhöhe) Verhältnis 25 betrug. Eine kleinere Dicke ist nicht wünschenswert, da die Probendurchbiegung bei gleicher Randfaserdehnung dadurch zu groß wird. Dies ist aus verschiedenen Gründen nicht erstrebenswert. Bei einer zu großen Durchbiegung ist die einfache Biegebalkentheorie nicht mehr gültig [93]. Außerdem wäre der Bereich des Wegaufnehmers ($\pm 2,5\text{mm}$) überschritten.

Die Biegeeinrichtung ist eine Modifikation des seit langem im Institut benutzten Auflagers, womit Verdrillungen der Probe, die durch abweichende Geometrien zustande kommen, ausgeglichen werden können. Die Durchbiegung der Probe wurde mit einem induktiven Wegaufnehmer (LVDT) (Meßbereich $\pm 2,5\text{mm}$) aufgenommen. Die Versuche wurden mit einer Maschinengeschwindigkeit von normalerweise 0,01mm/s gefahren, außer bei Aufnahme der Schallemission, wo kleinere Geschwindigkeiten gewählt wurden.

Für die Hochtemperaturversuche wurde eine ähnliche Vorrichtung, aber aus gesintertem SiC, benutzt. Die Rollen ließen sich nicht kippen, da sich dies aus Erfahrung bei hohen Temperaturen nicht bewerkstelligen läßt. Die mittlere

Durchbiegung wurde gemessen, indem ein Al_2O_3 -Stift aus der heißen Zone zu einem LVDT geführt wurde. Die Proben wurden unter Konstanthalten der Vorlast (ca. 10-20N) aufgeheizt. Um thermisches Gleichgewicht zu garantieren, wurde die Anordnung ca. 1h bei der Prüftemperatur stehengelassen.

Die Berechnung der Bruchenergie (WOF) bei den Biegeversuchen wurde z.T. dadurch erschwert, daß die Proben in der Anlage nicht immer zu zwei Teilen zerbrachen. Um dieses Problem zu umgehen, wurde die Bruchenergie nur bis zu jenem Punkt berechnet, bei dem die Last auf die Hälfte des höchsten Wertes abgefallen war. Dazu wurden die Last-Durchbiegungskurven digitalisiert und numerisch integriert.

Bestimmung der Faser-Matrix-Grenzflächenfestigkeit

Hierzu wurde die Methode nach Marshall [27], die in Kap. 2.3.2. beschrieben wird, angewendet. Die Proben wurden mit herkömmlichen metallographischen Methoden quer und parallel zur Faserrichtung ausgeschnitten, geschliffen und poliert. Die Belastung der Proben und das Ausmessen der Eindrücke wurde mit einem Mikrohärteprüfer der Fa. Zeiss (Typ MHP) aufgebracht, womit die Last stufenlos zwischen 0 und 2 N durch Bewegen des Probentisches eingestellt werden kann. Das Ausmessen der Eindrücke wurde an der kalibrierten Optik des Mikrohärteprüfers vorgenommen. Hierbei lag der Fehler bei ca. $\pm 0,5\mu\text{m}$. Die Auswertung wurde wie in Kap. 2.3.2. beschrieben durchgeführt. Bei jeder Probe wurden mindestens 20 Messungen gemacht. Nur diejenigen Eindrücke wurden ausgewertet, die mittig in der Faser waren, und bei denen keine zusätzliche Schädigung der Matrix auftrat. Der Faserdurchmesser wurde vor der Belastung bestimmt.

Um die Gültigkeit der Versuche zu kontrollieren, wurde die Last F , die von der Faser getragen wird, gegen den Faserdurchmesser aufgetragen. Nach Gl. 44 muß eine Gerade mit einer Steigung von $2\pi L_m \tau$ entstehen.

Für die Nicalon verstärkten Probenqualitäten bereitet der Versuch i.a. keine Schwierigkeiten. Für die C-Faservarianten jedoch war das Ausmessen des Eindrucks in der Faser nicht möglich, so daß die Grenzflächenfestigkeit dieser Werkstoffe mit dieser Methode nicht ermittelt werden konnte.

Schallemissionsanalyse

Die Schallemissionsanalyse wurde bei einer Vielzahl von Versuchen eingesetzt, um die SE-Charakteristika der einzelnen Prüfmethode, und die damit verbundenen Versagensmechanismen zu beschreiben. Zum Beispiel ist es wahrscheinlich, daß die SE von einem Scherversuch, bei dem die Matrix und die Grenzfläche versagt, andere Charakteristiken aufweist als von einem Zugversuch, besonders bei hohen Spannungen, bei denen die Fasern versagen. Deshalb wurde außer bei den Biege- und Zugversuchen die SE bei Arcan-Versuchen und Biegeversuchen an gekerbten Proben aufgenommen und analysiert. Hiervon wurden Aussagen über das Scherverhalten der Werkstoffe erwartet. Um abzuschätzen, wie das SE Verhalten von Mikrorissen gekennzeichnet ist, wurden Risse in einen Block aus Duranglas mit Hilfe eines Kleinsthärteprüfers eingebracht. Hier darf man nicht das gleiche SE Verhalten wie im Verbund erwarten. Unterschiede dürften sich durch die Übertragung der Signale, einmal durch ein homogenes Medium und einmal durch einen anisotropen, inhomogenen Verbundwerkstoff, ergeben. Zusätzlich treten Unterschiede bei der Entstehung der Risse auf. Trotzdem sollten ähnliche Merkmale in beiden Versuchsarten zu erkennen sein.

Aus ähnlichen Gründen wurde die SE bei Zugversuchen an Faserbündeln aufgenommen. Hier wurden Faserbündel mit einem Epoxid-Kleber in einem Kartonrahmen befestigt. Die freie Faserlänge betrug dabei 100 mm. Der Sensor wurde am Karton an einer Stelle weit entfernt von der Klebstelle angesetzt, um Reibungsgeräusche zu minimieren. Direkt vor dem Versuch wurden die seitlichen Teile des Rahmens durchtrennt.

Es wurde auch das Kraft-Weg-Diagramm während des Versuchs aufgenommen, um nach dem Verfahren von Chi [94] die Faserfestigkeitsverteilung einer Weibullverteilung anzupassen. Die Wahrscheinlichkeit $P(\epsilon)$, daß eine Faser bei einer Dehnung von weniger als ϵ bricht, ist:

$$P(\epsilon) = 1 - \exp[-(\epsilon/\epsilon_0)^m] \quad (55)$$

Dann ist die Zahl N der überlebenden Fasern von einem Bündel von ursprünglich N_0 Fasern gegeben durch:

$$N = N_0[1 - P(\epsilon)] = N_0 \exp[-(\epsilon/\epsilon_0)^m] \quad (56)$$

N kann daher mit der anliegenden Last F in Verbindung gebracht werden.

$$F = \sigma \cdot A \cdot N = A \cdot E_f \cdot \epsilon \cdot N_0 \exp[-(\epsilon/\epsilon_0)^m] \quad (57)$$

wo A die Querschnittsfläche einer Faser ist und σ die Spannung in einer Faser.

$$\frac{dF}{d\epsilon} = A \cdot E_f \cdot N_0 \left[1 - m \left(\frac{\epsilon}{\epsilon_0} \right)^m \right] \exp \left[- \left(\frac{\epsilon}{\epsilon_0} \right)^m \right] \quad (57a)$$

Bei $\epsilon = 0$ ist die Steigung S_0

$$\overline{S}_0 = A \cdot E_f \cdot N_0$$

Es wird angenommen, daß die Fasern ideal linear-elastisches Verhalten zeigen, so daß bis zum ersten Faserbruch das σ - ϵ Verhalten gegeben ist durch:

$$F^* = A \cdot E_f \cdot N_0 \cdot \epsilon \quad (58)$$

Danach ist aus Gl. 57 und 58

$$F/F^* = 1 - P(\epsilon) \text{ oder } \frac{F}{\overline{S}_0 \cdot \epsilon} = 1 - P(\epsilon) \quad (59)$$

Beim Kraftmaximum ist:

$$\frac{dF}{d\epsilon} = 0 \quad \text{oder} \quad 1 - m \left(\frac{\epsilon_{max}}{\epsilon_0} \right)^m = 0$$

oder

$$\epsilon_{max} = \epsilon_0 \left(\frac{1}{m} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (60)$$

und das Lastmaximum :

$$F_{max} = A \cdot N_0 \cdot E_f \cdot \epsilon_0 \left(\frac{1}{m} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (61)$$

Die Steigung der Gerade vom Ursprung zum Kraftmaximum S_A ist:

$$\overline{S}_A = \frac{F_{max}}{\epsilon_{max}} = \overline{S}_0 \left(\frac{1}{e} \right)^{\frac{1}{m}}$$

Der Weibullmodul m wird bestimmt durch:

$$m = \frac{1}{\ln \left(\frac{\epsilon_{max} \cdot A \cdot E_f \cdot N_0}{F_{max}} \right)} \quad (62)$$

Es wird folgendenmassen vorgegangen: F_{\max} , ϵ_{\max} und \overline{S}_0 werden von der experimentellen Kurve bestimmt. Dann kann aus Gl. 62 m berechnet werden. Die charakteristische Dehnung ϵ_0 wird aus Gl. 60 bestimmt und mit Kenntnis von E_f kann σ_0 gewonnen werden.

Für diese Versuche wurde hauptsächlich ein AET 5500 System der Firma Hartford Steam Boiler Co. benutzt. Ein Schaltbild des Systems ist in Abb. 30 dargestellt. Das vorhandene System kann auf bis zu vier Kanälen SE-Daten aufnehmen, d.h. es können bis zu vier Sensoren gleichzeitig benutzt werden. In der Regel wurden nur ein oder zwei Sensoren auf einer Probe eingesetzt. Bei der Benutzung von mehreren Sensoren wird bei rascher SE die maximale Datensammelrate pro Kanal deutlich herabgesetzt, ohne zusätzliche Informationen zu gewinnen.

Für diesen Versuch wurden insgesamt vier Sensortypen benutzt: ein Breitbandsensor, Typ FC 500, mit einem flachen Frequenzgang zwischen 100kHz und 2MHz bei einer Empfindlichkeit von ca. -90dB im Vergleich zu 1V pro microbar und folgende resonanten Sensoren:

AC 175 (Resonanz bei 175kHz, Empfindlichkeit -65dB) der kleinere MAC 175 (175kHz, -70dB) und MAC 300 (320kHz, -80dB). Die meisten Versuche wurden aus Platzgründen mit den beiden letzten Sensortypen gefahren.

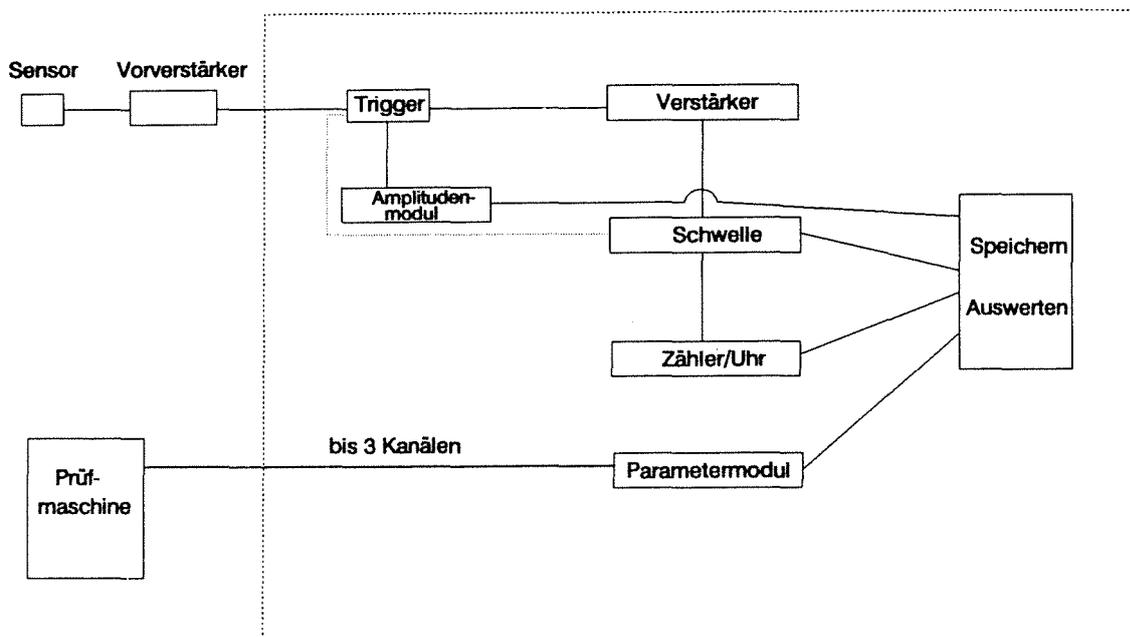


Abb. 30 : Schema des verwendeten Schallemissionsanalysegeräts

Das rechnergestützte AET 5500 System nimmt die folgenden Daten eines Ereignisses auf: die Ankunftszeit, die Ereignisdauer, die Zahl der Überschwingungen, die Spitzenamplituden, die Anstiegszeit (die Zeit, in der die Spitzenamplitude erreicht wird), die Energie und die Steigung (vgl. Kap. 2.3.5). Die Energie wird hier definiert als:

$$\text{Energie} = \text{Spitzenamplitude} + 10 \log (\text{Ereignisdauer} [\mu\text{s}])$$

Sie wird ohne Dimension angegeben.

5. Ergebnisse

5.1 Berechnung der thermischen Spannungen

Um die thermischen Spannungen zu berechnen, wurden zwei Verfahren angewendet: das von Poritsky (in Kap 2.1 beschrieben) und einen erweiterten Ansatz, der auf eine Arbeit von Hsueh und Becher [4] zurückgeht.

In diesem zweiten Fall wird das gleiche Modell zugrunde gelegt, d.h. eine Faser wird von einem Matrixzylinder umgeben. Die Faser hat den Radius r_f und der Matrixzylinder den Radius r_m . Das Verhältnis r_f^2/r_m^2 entspricht dem Faservolumenanteil V_f , r ist wieder die Laufkoordinate in radialer Richtung. Die Spannungen werden ermittelt, indem man die zwei Komponenten sich unabhängig voneinander ausdehnen läßt. Es werden dann eine radiale Spannung an der Grenzfläche σ_a und zwei axiale Spannungen, σ_1 und σ_2 , auf der Faser bzw. der Matrix angelegt, um die Kontinuität der Verschiebungen an der Grenzfläche wiederherzustellen. In der Faser sind die radialen Spannungen σ_r (für beliebige $r < r_f$) und die tangentialen Spannungen σ_θ gegeben durch [4]

$$\sigma_{r_f} = \sigma_{\theta_f} = \sigma_a \quad (63)$$

Bei einer Temperaturänderung ΔT sind die Gesamtdehnungen in tangentialer und axialer Richtung für die Faser, ϵ_{θ_f} und ϵ_{z_f}

$$\epsilon_{\theta_f} = [(1 - \nu_f)\sigma_a - \nu_f \cdot \sigma_1]E_{\perp}^f + \alpha_{\perp} \cdot \Delta T \quad (64)$$

$$\epsilon_{z_f} = [\sigma_1 - 2\nu_f \cdot \sigma_a]E_{\parallel}^f + \alpha_{\parallel} \cdot \Delta T$$

Die Gl.63 entsprechenden Spannungen in der Matrix sind :

$$\sigma_{r_m} = r_f^2(r_m^2 - r^2)\sigma_a/r^2(r_m^2 - r_f^2) \quad (65)$$

$$\sigma_{\theta_m} = -r_f^2(r_m^2 + r^2)\sigma_a/r^2(r_m^2 - r_f^2)$$

Für $r = r_f$ ist per Definition $\sigma_{r_m} = \sigma_a$

$$\text{und } \sigma_{\theta_m} = \frac{-(r_m^2 + r_f^2)}{r_m^2 - r_f^2} \sigma_a \quad (66)$$

$$\text{oder } \sigma_{\theta_m} = -\frac{(1 + V_f)}{V_m} \sigma_a$$

Die Dehnungen in der Matrix sind gegeben durch:

$$\begin{aligned}\epsilon_{\theta m} &= [\sigma_{\theta m} - \nu_m(\sigma_{rm} + \sigma_2)]/E_m + \alpha_m \cdot \Delta T \\ \epsilon_{zm} &= [\sigma_2 - \nu_m(\sigma_{rm} + \sigma_{\theta m})]/E_m + \alpha_m \cdot \Delta T\end{aligned}\quad (67)$$

Da keine externe Last auf das System wirkt, ist

$$\begin{aligned}\sigma_1 \cdot r_f^2 + \sigma_2(r_m^2 - r_f^2) &= 0 \\ \text{bzw. } \sigma_2 &= \frac{-V_f}{V_m} \cdot \sigma_1\end{aligned}\quad (68)$$

Die Dehnungen an der Grenzfläche in Faser und Matrix sind gleich, so daß

$$\begin{aligned}\left[(1 - \nu_f)\sigma_a + \nu_f \cdot \frac{V_m}{V_f} \cdot \sigma_2 \right] / E_{\perp}^f + \alpha_{\perp} \Delta T &= \left[-\frac{(1 + V_f)}{V_m} \cdot \sigma_a - \nu_m(\sigma_a + \sigma_2) \right] / E_m + \alpha_m \Delta T \\ \left[\frac{-V_m}{V_f} \cdot \sigma_2 - 2\nu_f \cdot \sigma_a \right] / E_{\parallel}^f + \alpha_{\parallel} \Delta T &= \left[\sigma_2 - \nu_m \left(\sigma_2 - \frac{(1 + V_f)}{V_m} \cdot \sigma_a \right) \right] / E_m + \alpha_m \Delta T\end{aligned}\quad (69)$$

bzw.

$$\begin{aligned}E_m \left[(1 - \nu_f)\sigma_a + \nu_f \cdot \frac{V_m}{V_f} \cdot \sigma_2 \right] + E_{\perp}^f \left[\frac{(1 + V_f)}{V_m} \cdot \sigma_a + \nu_m(\sigma_a + \sigma_2) \right] &= \\ E_m \cdot E_{\perp}(\alpha_m - \alpha_{\perp})\Delta T & \\ E_m \left[-\frac{V_m}{V_f} \cdot \sigma_2 - 2\nu_f \cdot \sigma_a \right] - E_{\parallel}^f \left[\sigma_2 - \nu_m \left(\sigma_2 - \frac{1 + V_f}{V_m} \cdot \sigma_a \right) \right] &= \\ E_m \cdot E_{\parallel}(\alpha_m - \alpha_{\parallel})\Delta T &\end{aligned}\quad (70)$$

Umformen ergibt:

$$\begin{aligned}\sigma_a \left[E_m(1 + \nu_f) + E_{\perp}^f \left(\frac{(1 + V_f)}{V_m} + \nu_m \right) \right] + \sigma_2 \left[E_m \cdot \nu_f \cdot \frac{V_m}{V_f} + E_{\perp}^f \cdot \nu_f \right] &= \\ E_{\perp} \cdot E_m(\alpha_m - \alpha_{\perp})\Delta T & \\ \sigma_a \left[-2E_m \cdot \nu_f - \frac{(1 + V_f)\nu_m}{V_m} \cdot E_{\parallel}^f \right] + \sigma_2 \left[-E_m \cdot \frac{V_m}{V_f} + E_{\parallel}^f(1 - \nu_m) \right] &= \\ E_m \cdot E_{\parallel}^f(\alpha_m - \alpha_{\parallel})\Delta T &\end{aligned}\quad (71)$$

Dieses Gleichungssystem läßt sich mit Hilfe der Kramer'schen Regel lösen.

$$\sigma_a = \frac{1}{\Pi} \begin{vmatrix} E_{\perp}^f \cdot E_m(\alpha_m - \alpha_{\perp})\Delta T & E_m \cdot \nu_f \cdot \frac{V_m}{V_f} + E_{\perp}^f \cdot \nu_m \\ E_{\parallel}^f \cdot E_m(\alpha_m - \alpha_{\parallel})\Delta T & -E_m \cdot \frac{V_m}{V_f} + E_{\parallel}(1 - \nu_m) \end{vmatrix} \quad (72)$$

$$\sigma_2 = \frac{1}{\Pi} \begin{vmatrix} E_m(1 + \nu_f) + E_{\perp}^f \left(\frac{(1 + V_f)}{V_m} + \nu_m \right) & E_{\perp}^f \cdot E_m(\alpha_m - \alpha_{\perp})\Delta T \\ -2E_m \cdot \nu_f - E_{\parallel}^f \cdot \nu_m \frac{(1 + V_f)}{V_m} & E_{\parallel}^f \cdot E_m(\alpha_m - \alpha_{\parallel})\Delta T \end{vmatrix} \quad (73)$$

$$\text{mit } \Pi = \begin{vmatrix} E_m(1 + \nu_f) + E_{\perp}^f \left(\frac{(1 + V_f)}{V_m} + \nu_m \right) & E_m \cdot \nu_f \cdot \frac{V_m}{V_f} + E_{\perp}^f \cdot \nu_m \\ -2E_m \cdot \nu_f - E_{\parallel}^f \cdot \nu_m \frac{(1 + V_f)}{V_m} & -E_m \cdot \frac{V_m}{V_f} + E_{\parallel}(1 - \nu_m) \end{vmatrix}$$

Für die Nicalon verstärkten Probenvarianten wurden, um zu vergleichen, beide Ansätze benutzt. Für C-faserverstärktes Duranglas konnte wegen der Anisotropie der C-Faser nur die modifizierte Methode nach Hsueh und Becher angewendet werden.

Für die Berechnungen der Spannungen in den Nicalon verstärkten Gläsern wurden die folgenden Daten eingesetzt:

$$\begin{aligned} V_f &= 40\% \\ \nu &= 0,19 \\ E_f &= 200 \text{ GPa} \\ r_f &= 7,5 \text{ } \mu\text{m} \\ r_m &= 11,8 \text{ } \mu\text{m} \end{aligned}$$

Als Temperaturdifferenz wurde das Interval zwischen T_g des Glases und 20°C genommen. Es wurde angenommen, daß die Fasern isotrop sind.

Die Daten für die Gläser sind in Tab. 6 aufgeführt ([25] und [88])

Tab. 6: Thermomechanische Eigenschaften der Glasmatrixes und der Nicalonfasern

	E [GPa]	T _g [°C]	α _{20/Tg} Glas [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	α _{20/Tg} Nicalon [10 ⁻⁶ K ⁻¹]
Duran	63	530	3,37	2,94
Supremax	90	730	4,60	3,26
A-Glas	73	624	2,30	3,09

Für die C-Fasern sind nur z.T. genaue Daten erhältlich. Wie in Kap. 3.1.1 erwähnt wurde, streuen die Angaben über die thermischen Ausdehnungskoeffizienten erheblich. Ähnlich ungenügend charakterisiert ist der E-Modul senkrecht zur Faserrichtung. Dieser ist wegen der kleinen Faserdurchmesser sehr schwierig zu messen. Für Graphit Einkristalle geben Blakslee et al. [89] einen Wert von 36,5 GPa an. Reynolds [90] berichtet für eine hochmodulige Faser von einem Wert von 29 GPa. Rogers et al. [91] wiederum geben für HF-Fasern 13 GPa an. Für die Berechnungen wurden Werte von 15 und 30 GPa eingesetzt, um den Effekt der unterschiedlichen Werte zu untersuchen. Insgesamt wurden folgende Daten eingesetzt:

$$\begin{aligned}
 d_f &= 2a = 5,5 \mu\text{m} \\
 b &= 4,1 \mu\text{m} \\
 V_f &= 0,45 \\
 E_f(\text{parallel}) &= 294 \text{ GPa} \\
 E_f(\text{senkrecht}) &= 15 \text{ bzw. } 30 \text{ GPa} \\
 \alpha_f(\text{parallel}) &= 0,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1} \\
 \alpha_f(\text{senkrecht}) &= 8,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1} \text{ bzw. } 25,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1} \\
 \nu &= 0,25
 \end{aligned}$$

Die Daten für Duranglas sind Tab. 6 zu entnehmen.

Nicalon faserverstärkte Gläser

Wie in Tab. 7 zu sehen ist, ergeben die zwei Rechenmethoden für die Nicalon verstärkten Gläsern fast gleiche Ergebnisse. Folgende Aussagen über die thermischen Spannungen in den drei Systemen können festgehalten werden. Für das Duransystem sind die Spannungen relativ gering. In der Matrix ist eine kleine Druckspannung in radialer Richtung zu

verzeichnen. Druckspannungen dieser Art sollen ein Festklammern der Faser durch die Matrix bewerkstelligen und, in Abwesenheit von chemischen Bindungen oder Verhakungen, der Grenzflächenfestigkeit proportional sein. In den axialen und tangentialen Richtungen sind Zugspannungen in der Matrix vorhanden. Diese dürften die Spannung, die angelegt werden muß, um Matrixrißbildung zu erzielen, erniedrigen.

Tab. 7: Ergebnisse der Berechnungen der thermischen Spannungen an der Grenzfläche in Nicalon verstärkten Gläsern (Alle Angaben in MPa)

	Matrix			Faser
	σ_r	σ_θ	σ_z	σ_z
Duran				
nach [1]	-5,8	13,6	10,9	-16,1
nach Gl. 73	-5,5	13,0	10,9	-16,0
Supremax				
nach [1]	-34,0	80,0	60,2	-88,8
nach Gl. 73	-33,8	79,6	60,2	-88,8
A-Glas				
nach [1]	14,3	-33,6	-26,3	38,8
nach Gl. 73	13,8	-32,6	-26,2	38,7

Beim Supremaxsystem, bei dem der Matrixausdehnungskoeffizient und die Glastransformationstemperatur viel höher liegen, sind die Spannungen entsprechend größer. Vor allem die Zugspannung in tangentialer Richtung liegt im Bereich der Glasfestigkeit (4-pkt Biegefestigkeit 90-100 MPa).

Bei einer A-Glas Matrix sind wegen des kleineren Ausdehnungskoeffizienten die Vorzeichen der Spannungen im Vergleich zu den anderen Systemen vertauscht; an der Grenzfläche ist eine radiale Zugspannung vorhanden. Aufgrund dieser Zugspannung sollte eine kleinere Grenzflächenfestigkeit zu erwarten sein.

Beim Betrachten des Gefüges eines solchen Verbundwerkstoffes stellt man fest, daß die Fasern nicht gleich verteilt sind. Es gibt Gebiete mit mehr und andere mit weniger Fasern. Der Abstand zwischen den Fasern ist nicht konstant. Um die Auswirkung auf die berechneten Spannungen zu untersuchen, wurde der Faserradius r_f bei konstantem Matrixschlauchradius ($r_m=11,8\mu\text{m}$) variiert. Der Effekt ist beispielhaft anhand der drei Spannungen, nach Chawla, als Funktion des Faserradius für die Supremax- und A-Glassysteme in Abb. 31 und 32 dargestellt.

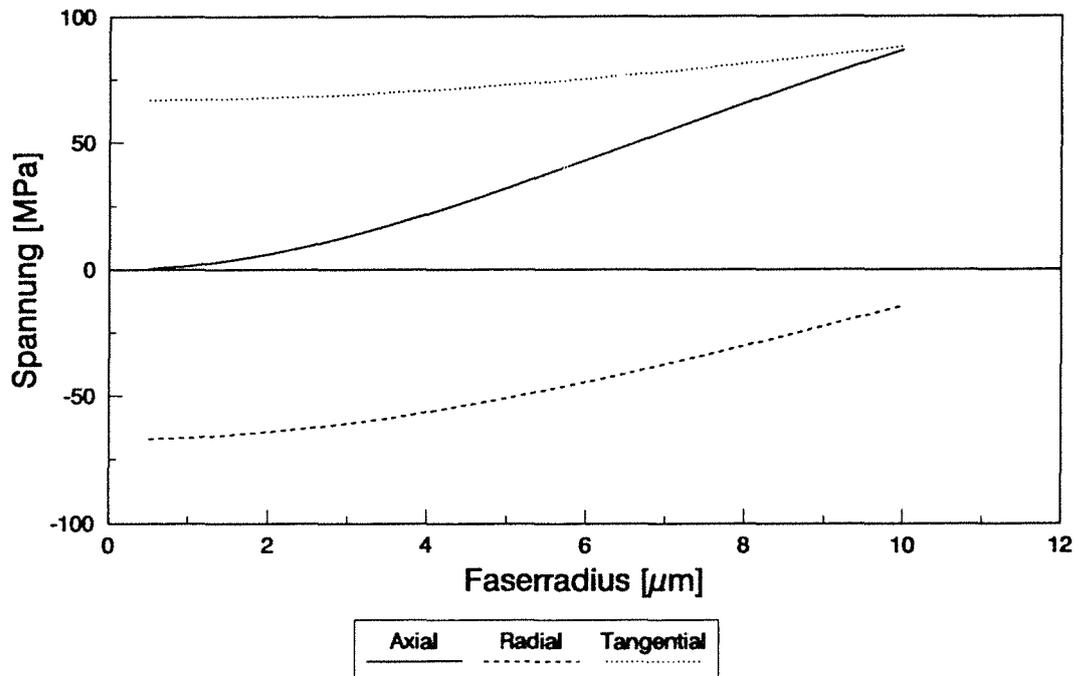


Abb. 31 : Thermische Spannungen der Matrix an der SiC-Faser/ Supremax Grenzfläche als Funktion des Faserradius.

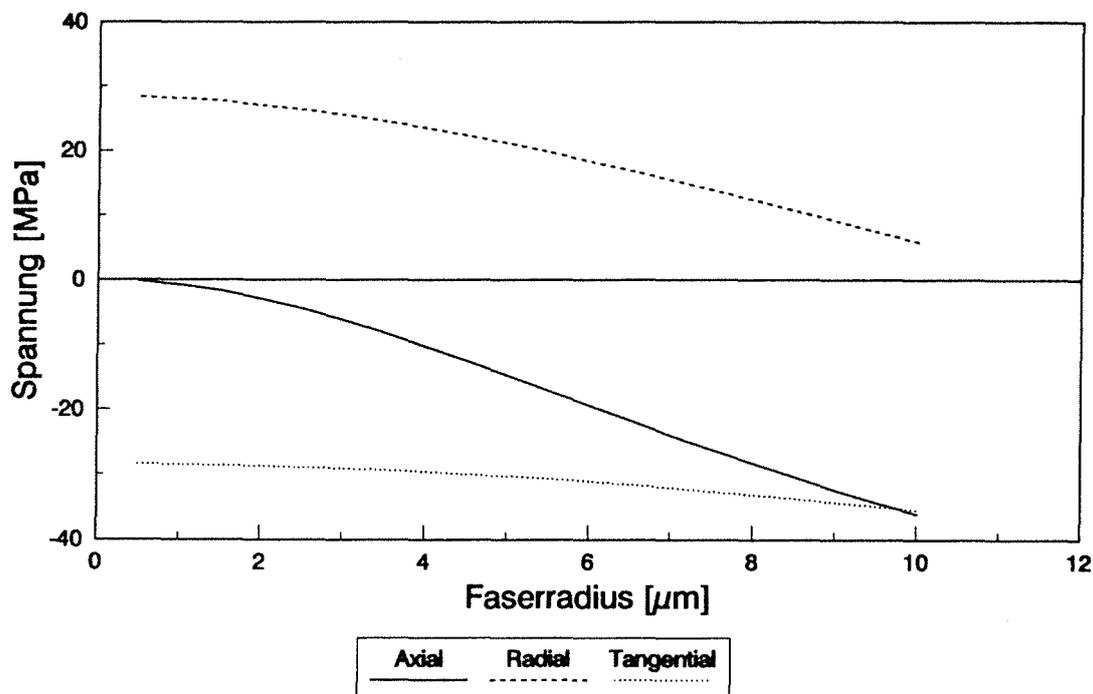


Abb. 32: Thermische Spannungen der Matrix an der SiC-Faser-A-Glas-Grenzfläche als Funktion des Faserradius.

Man sieht für Supremax, daß mit zunehmendem Faserradius die axialen und tangentialen Spannungen steigen. Bei Radien größer als der Durchschnittswert kann die Matrixfestigkeit überschritten werden. Bei der Berechnung nach Hsueh erfolgt der Anstieg der Zugspannungen nicht so rasch, so daß die Matrixfestigkeit innerhalb des betrachteten Bereichs nicht ganz erreicht wird. Bei der Untersuchung von Anschliffen dieser Werkstoffe sind Risse in der Matrix zu erkennen. Abb. 33 zeigt ein extremes Beispiel des Effekts der thermischen Spannungen.

Hier gehen von einer außergewöhnlich großen Faser (Durchmesser ca. $90 \mu\text{m}$) radiale Risse aus. Diese sind durch die hohen tangentialen thermischen Spannungen verursacht worden.

Beim A-Glas-System (Abb. 32) ist eigentlich das gleiche Verhalten wie bei Supremax zu sehen, jedoch mit umgekehrtem Vorzeichen. Der Betrag der axialen und tangentialen Spannungen steigt mit zunehmendem Faserradius, der der radialen Spannung wird kleiner.

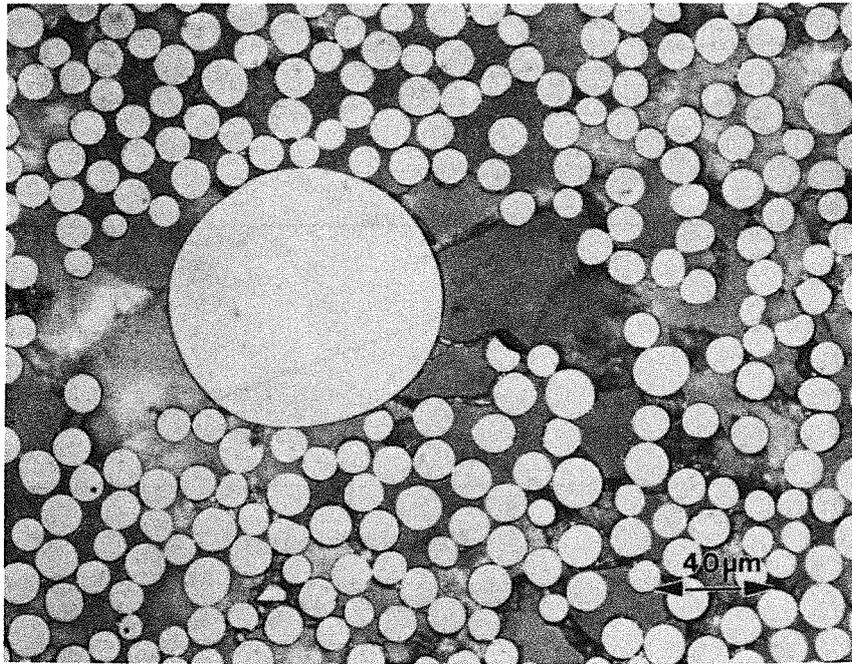


Abb. 33: Risse in einer Nicalon/Supremax-Probe im Bereich einer übergroßen Faser.

Die axiale Spannung in den Fasern liegt bei Supremax und Duran-Matrices im Druckbereich. Die Verbundfestigkeit wird, wenn die thermischen Spannungen während der Belastung nicht abgebaut werden, dadurch eher erhöht. Beim A-Glas ist das Gegenteil zu beobachten. Zugspannungen werden in der Faser induziert, die eher die Festigkeit vermindern.

Eine Änderung der Poissonzahl bei den Nicalon verstärkten Systemen hat wenig Auswirkung auf die thermischen Spannungen. Der größte Effekt ist bei den tangentialen Spannungen zu verzeichnen. Für Duran-Matrix bei $\nu = 0,19$ ($r_f = 7,5 \mu\text{m}$) liegt sie bei 14,2 MPa und bei einem extremen Wert von 0,5 bei 16,5 MPa. Eine Änderung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Fasern in radialer Richtung hat einen viel größeren Effekt. Wird dieser Wert von $2,94 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ auf $2,00 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ herabgesetzt, steigt die tangentielle Spannung auf 40,3 MPa. Die radiale Spannung erhöht sich von 6,0 MPa auf 17,1 MPa.

C-faserverstärktes Duran

Bei C-faserverstärktem Duran sind für Werte von E (senkrecht) = 30 GPa und α (senkrecht) = $8,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ Zugspannungen von 78,2 und 15,4 MPa in axialer bzw. radialer Richtung nach Gl. 73 und 66 berechnet worden. In tangentialer Richtung ist eine Druckspannung von 40,5 MPa vorhanden. Dieser

außergewöhnliche Spannungszustand ist durch die große Anisotropie der C-Faser zu erklären. Man dürfte nach diesen Rechnungen einen Werkstoff mit einer geringen Grenzflächenfestigkeit und einer geringen Matrixrißbildungsspannung erwarten.

Die Darstellung der thermischen Spannungen als Funktion des Faserradius (Abb. 34) zeigt einige Unterschiede im Vergleich zum eher isotropen Fall der Nicalon Fasern auf.

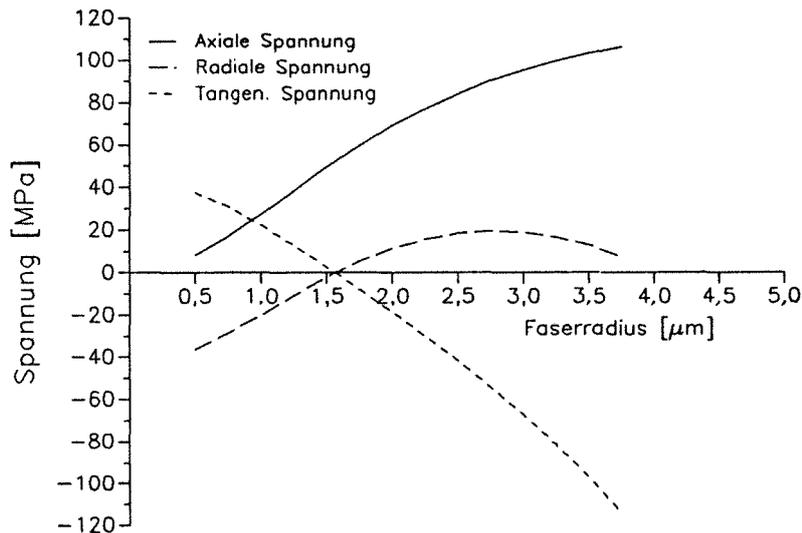


Abb 34: Thermische Spannungen der Matrix an der C-Faser/Duran-Grenzfläche als Funktion des Faserradius.

Die axiale Spannung steigt mit zunehmendem Faserradius. In tangentialer Richtung ist bei sehr kleinen Faserradien eine Zugspannung in der Matrix zu verzeichnen. Sie fällt mit wachsendem Faserradius stetig ab, bis sie bei ca. $1,6\mu\text{m}$ in einen Druckspannungsbereich kommt. Die radiale Spannung liegt bei kleinen Faserradien im Druckbereich, steigt mit zunehmendem Faserradius an, hat einen Nulldurchgang auch bei ca. $1,6\mu\text{m}$ und zeigt ein breites Maximum bei ca. $2,7\mu\text{m}$. Bei einem Faserradius von $4,0\mu\text{m}$ ($V_f=100\%$) wird sie wieder Null.

Diese Effekte lassen sich durch unterschiedliches Ausdehnungsverhalten in tangentialer und radialer Richtung erklären. Diese gehen eine Wechselwirkung miteinander ein,

so daß man sich zwei Komponenten für jede Spannung vorstellen kann: die Spannung, die durch die Ausdehnung in der betrachteten Richtung verursacht wird, und die, welche durch die Poissonkräfte in der dazu senkrechten Richtung hervorgerufen wird. Bei kleinen Faserradien überwiegt der axiale Einfluß und die Matrix wird durch die Poissonkräfte an die Faser gedrückt. Mit zunehmendem Faserradius steigt der Einfluß der radialen Ausdehnung, und Zugspannungen werden erzeugt. Bei sehr hohen Faseranteilen fällt dieser Faktor ab.

Bei einer Änderung des radialen E-Moduls der Fasern von 30 auf 15GPa ist ein erheblicher Effekt bei den radialen und tangentialen Spannungen zu registrieren. Bei den Durchschnittswerten von $r_f = 2,75 \mu\text{m}$ und $r_m = 4,00 \mu\text{m}$ sinkt σ_r von 15,4 auf 4,3 MPa und σ_θ von -40,5 MPa auf -12,0 MPa. Die Verläufe dieser Spannungen als Funktion des Faserradius werden auch verschoben. Bei kleinem r_f werden die Druckspannungen in radialer Richtung größer, der Nulldurchgang und das Maximum werden zu höheren Faserradien verschoben. Dementsprechend werden die tangentialen Spannungen bei niedrigerem r_f größer und der Nulldurchgang hat den gleichen Wert wie für die radialen Spannungen. Die axialen Spannungen bleiben erwartungsgemäß fast konstant.

Die Wahl des höheren, dem Graphit entsprechenden, radialen Ausdehnungskoeffizienten für die Fasern resultiert in sehr hohen radialen Zugspannungen, für die Durchschnittswerte von r_f und r_m , von 135MPa. Das Maximum liegt bei $r_f=1,5\mu\text{m}$ ($r_m=4,00\mu\text{m}$) und hat den Wert 200MPa. In tangentialer Richtung sind noch höhere Druckspannungen vorhanden. Die radialen Spannungen würden sicherlich zur Ablösung der Matrix von den Fasern führen, was aber nicht beobachtet wurde. Daher scheint der kleinere Wert für den E-Modul realistischer zu sein.

5.2 Gefüge der untersuchten Materialien

Nicalon/Duran (Probenbezeichnung SD)

Ein Beispiel für das Gefüge dieses Werkstoffes ist in Abb.35 zu sehen. Man erkennt eine statistische Verteilung der Faser in der Matrix. Die Schichtstruktur kommt von der Wickeltechnik und kann in allen Probenvarianten, mehr oder weniger ausgeprägt, beobachtet werden. Es gibt viele Faser-Faser Kontakte mit entsprechend großen faserfreien Räumen.

Deutlich ist auch die Variation des Faserdurchmessers zu erkennen. Die Matrix selbst ist gut verdichtet mit nur vereinzelt Poren, die hauptsächlich an den Tripelpunkten zwischen den Fasern zu finden sind. Im Schliff parallel zur Faserrichtung (Abb.36) kann die Ausrichtung der Faser beurteilt werden. Einzelne Fasern sind fehlorientiert, wobei der Winkel zwischen der Längsrichtung und der fehlorientierten Faser selten mehr als 10° beträgt.

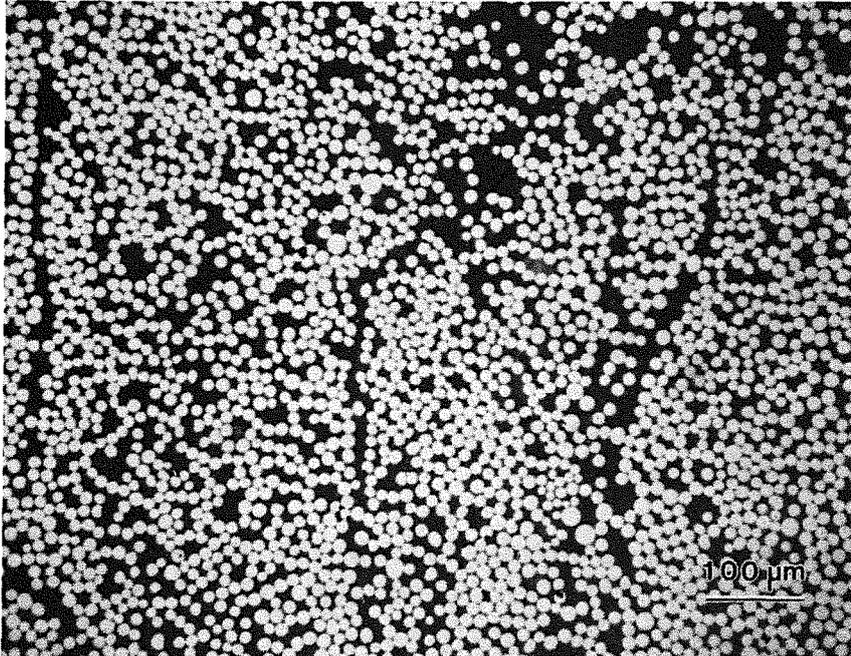


Abb. 35: Schliff senkrecht zur Faserrichtung einer Probe der Platte SD4EF

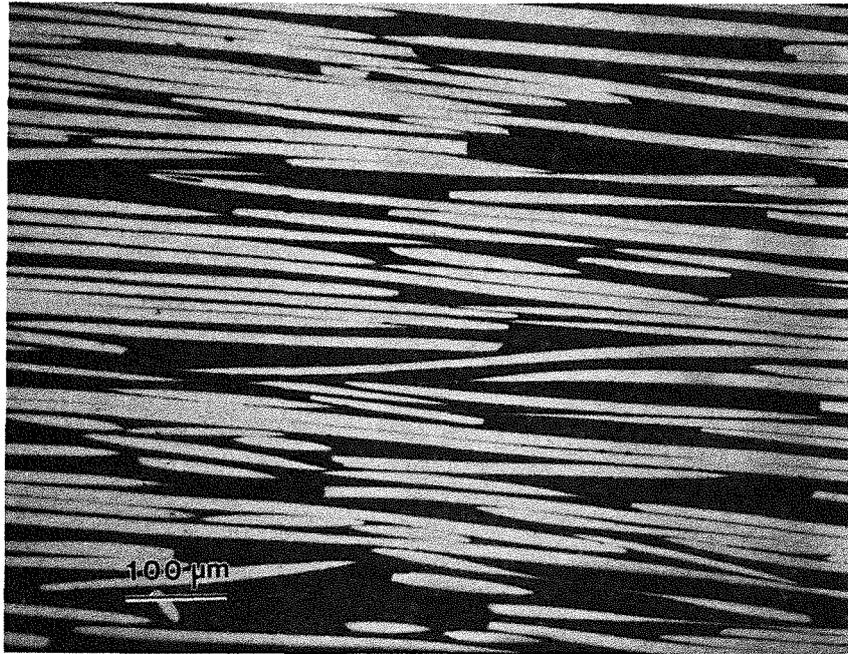


Abb. 36: Schliff parallel zur Faserrichtung einer Probe der Platte SD4EF

Bei Proben der Platte SD27AB waren die Fasern in ihrer Form ungewöhnlich (Abb. 37). Sie sind z.T. nicht mehr rund, sondern elliptisch oder nierenförmig.

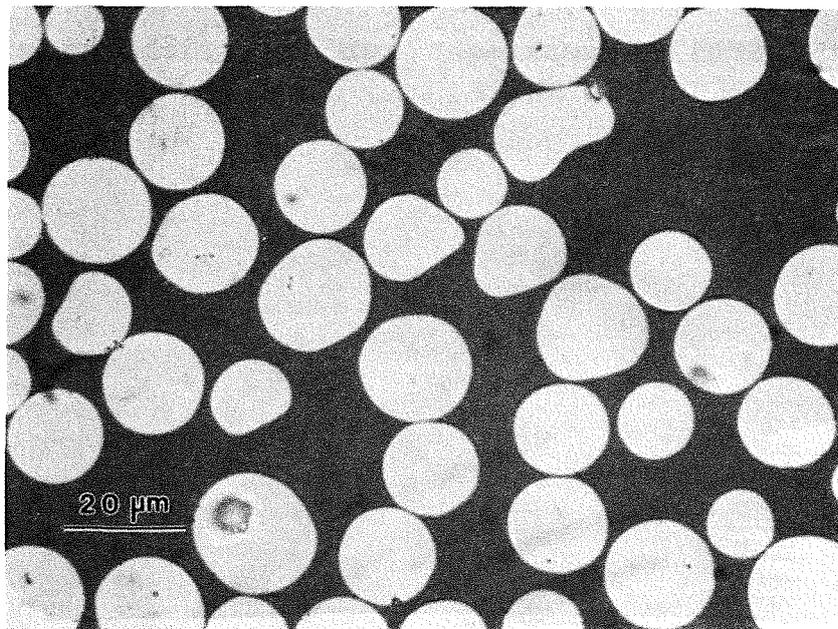


Abb. 37: Schliff senkrecht zur Faserrichtung einer Probe der Platte SD27AB

C/Duran (Probenbezeichnung CD)

Der Schliff quer zur Faserrichtung einer Probe der Platte CD8 (Abb. 38), aufgenommen bei der gleichen Vergrößerung wie in Abb. 34, zeigt eine inhomogenere Faserverteilung. Die Schichtstruktur ist noch deutlicher zu sehen. Der Größenunterschied der zwei Faserarten und die engere Durchmesser- und Porenverteilung werden deutlich.

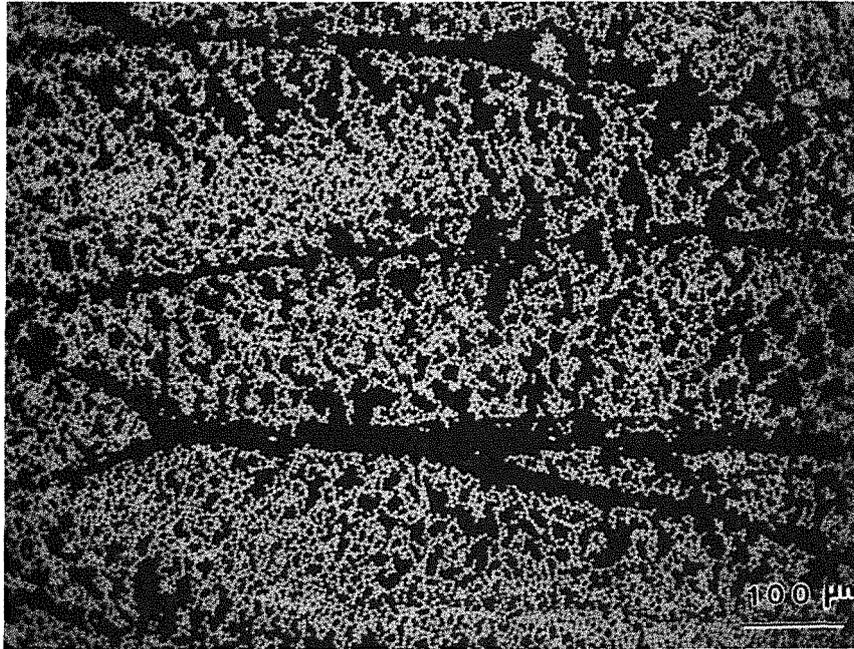


Abb. 38: Schliff senkrecht zur Faserrichtung einer Probe der Platte CD8

Vor allem im Längsschliff (Abb. 39) sind Poren zu sehen, die den gleichen Durchmesser wie die Fasern haben. Dies deutet darauf hin, daß die Preßbedingungen nicht optimal gewählt wurden.



Abb. 39: Schliff parallel zur Faserrichtung der gleichen Probe wie in Abb. 38

SiC/Supremax (Probenbezeichnung SSu bzw. NSW)

Die Faserverteilungen in den Proben dieses Systems sind denen des SiC/Duran-Systems ähnlich, wobei die Schichtstruktur nicht so ausgeprägt ist. Hierbei muß man jedoch die Proben der Platte NSW130 als Ausnahme erwähnen. Es wurden einzelne Proben gefunden, die eine sehr ausgeprägte Schichtstruktur aufwiesen. Wie man in Abb. 40 sehen kann, ist der Faservolumenanteil in der einen Hälfte der Probe erheblich geringer als in der anderen. Dies wurde aber nicht in allen Proben der Platte beobachtet.

Bei fast allen Proben wurden Risse und andere Fehler in der Matrix gefunden. Im Querschliff (Abb. 41) sind zwei Arten Risse zu beobachten, zum einen Risse senkrecht zur Bildebene zwischen zwei Fasern, und zum anderen Risse, die parallel zur Bildebene laufen. Letztere zeigen sich in Abb. 41 entweder als dunkle Flächen, wo sich die Matrix während der Präparation abgelöst hat, oder als schimmernde Matrixfläche, die von der Reflexion an den gekrümmten Riβflächen herrührt.

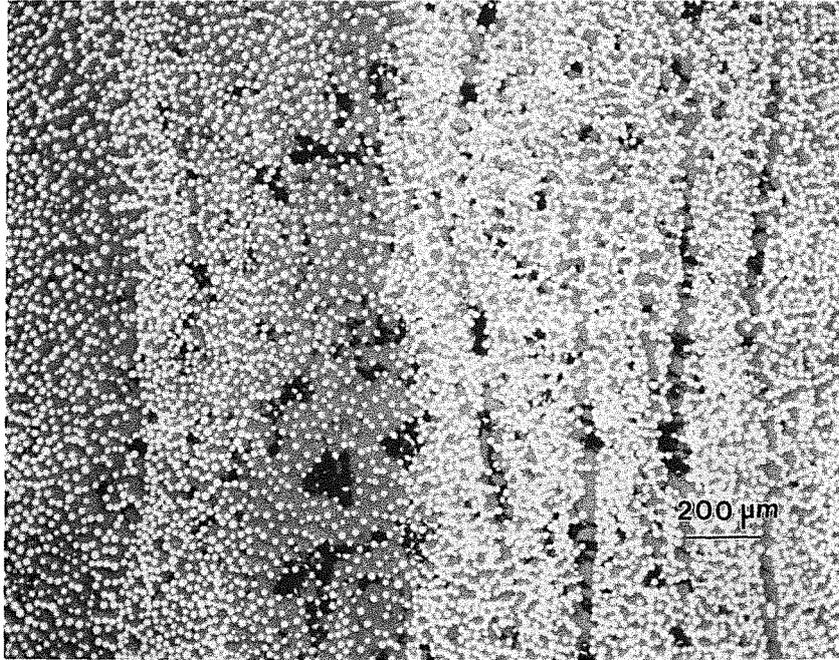


Abb. 40 : Faserverteilung in einer Probe der Platte NSW 130.

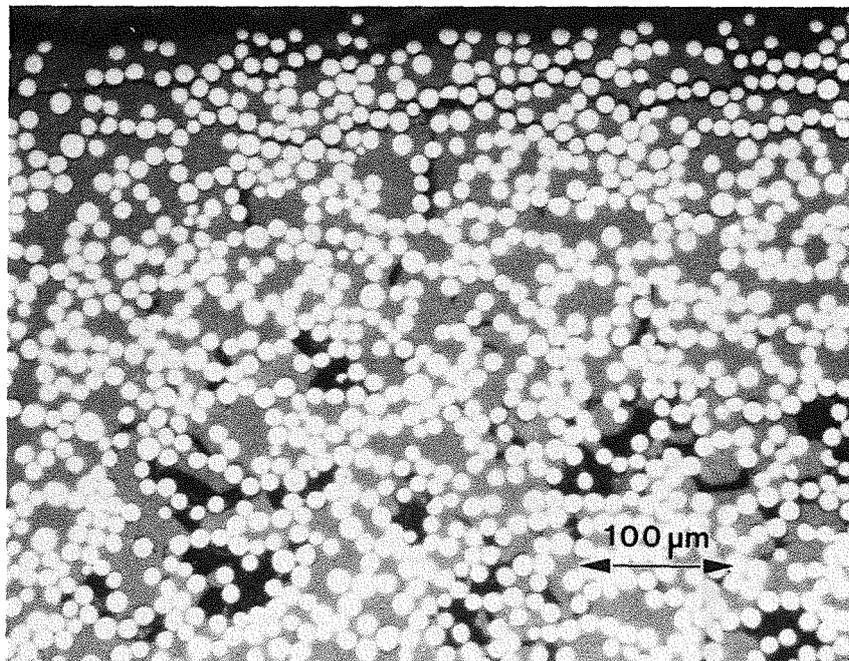


Abb. 41 : Risse in einer Probe der Platte SSu3EF.

In der Matrix selbst wurden bei allen Proben, aus der Platte und einzelnen Proben, Ausscheidungen gefunden. Bei den Proben Su1A und Su1B, die bei niedrigeren Temperaturen als die restlichen Proben gepreßt wurden, wurden Cristobalit-Ausscheidungen gefunden. Diese wurden durch energiedispersive Röntgen-Analyse (EDX) im REM und röntgenographische Untersuchungen identifiziert. Bei diesen zwei Proben wurden die Ausscheidungen hauptsächlich an der

Probenoberfläche gefunden [76]. Im optischen Mikroskop besteht wenig Kontrast zwischen ihnen und der Matrix. Die Ausscheidungen sind geringfügig dunkler als die Matrix. Hingegen wurden bei den Proben aus der Platte helle Ausscheidungen beobachtet (Abb. 42). Die EDX-Analyse (Abb. 43) zeigt einen hohen Anteil an Phosphor, zusammen mit Mangan, Eisen und Titan, wobei die drei Übergangsmetalle bei der naß-chemischen Integralanalyse nicht gefunden wurden.

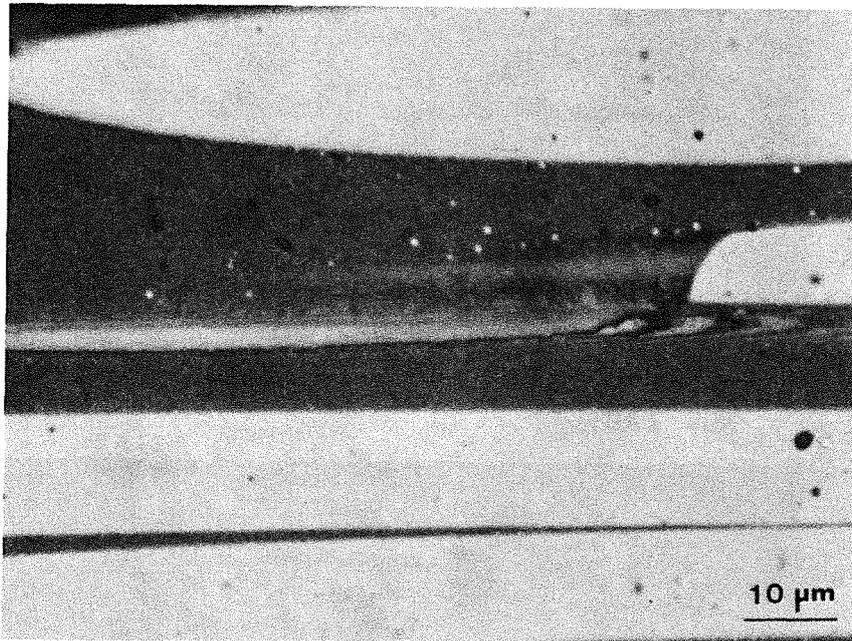


Abb. 42: Ausscheidungen in einer Probe der Platte SSu3EF

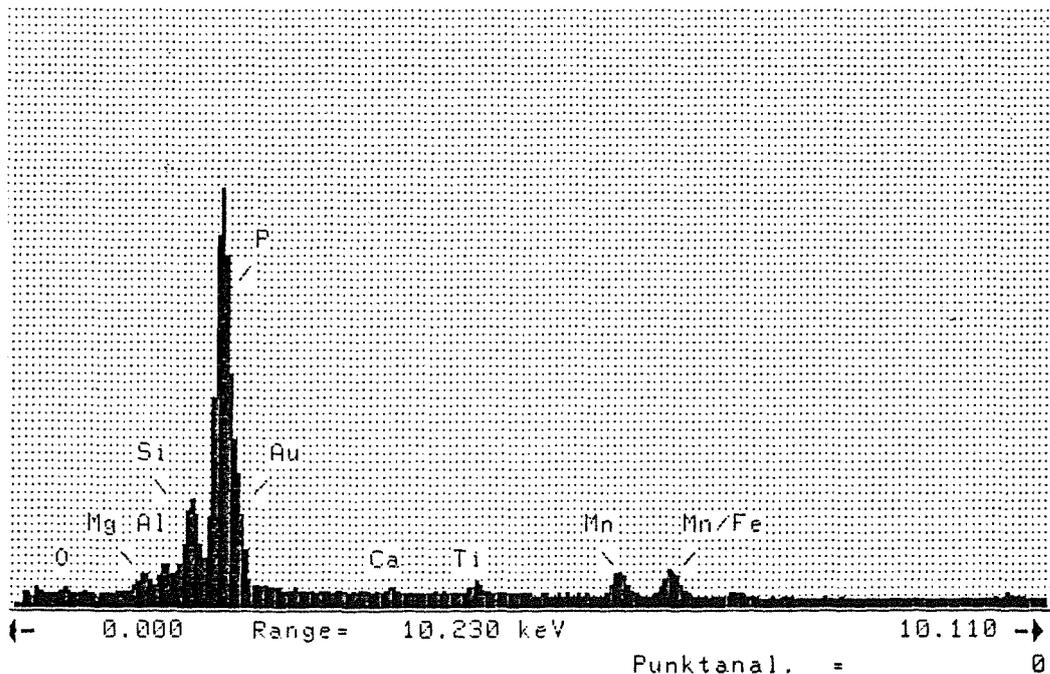


Abb. 43: EDX-Analyse einer der Ausscheidungen in Abb. 42

Bei NSW 130 wurden mehrere Arten von Ausscheidungen gefunden. Ein hoher Anteil an Cristobalit ist durch die ganze Probe verteilt (Abb. 44). Die helle Phase, die oben beschrieben wurde, ist ebenfalls vorhanden. Eine dunkel erscheinende Phase (Abb. 45) weist in ihrem EDX-Spektrum einen sehr hohen Anteil an Phosphor auf, hier fehlen jedoch die Übergangsmetalle. Eine vierte Phase ist in einigen Poren zu sehen. Hier ist aber das EDX-Spektrum nicht wesentlich anders als das der Matrix.

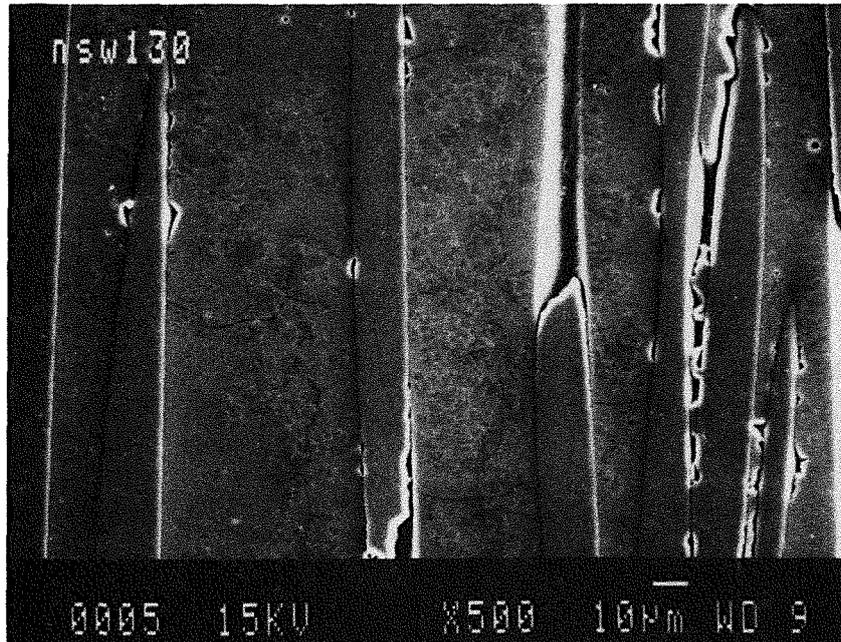


Abb. 44: Cristobalitausscheidungen in einer Probe der Platte NSW 130

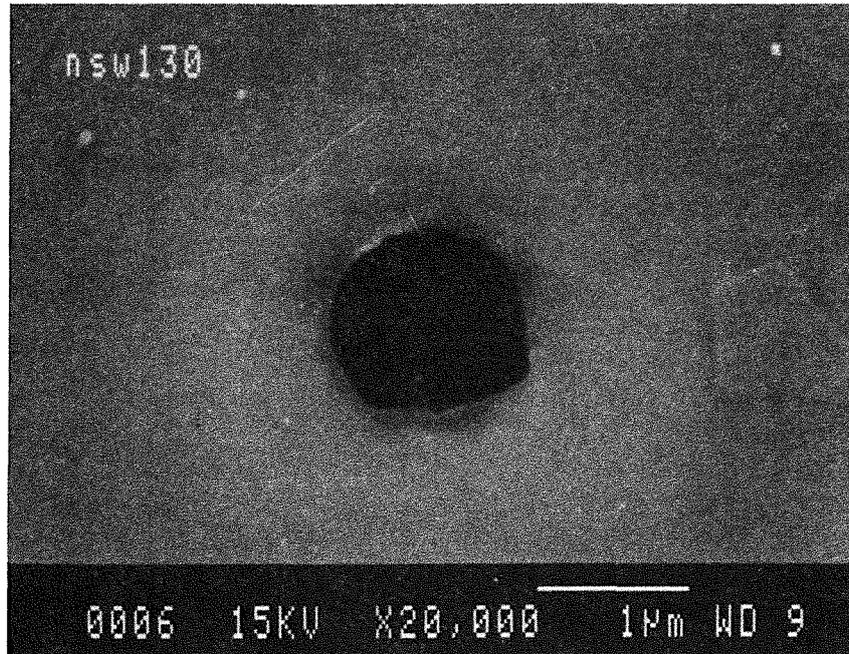


Abb. 45a: Dunkle Ausscheidung in der gleichen Probe wie oben

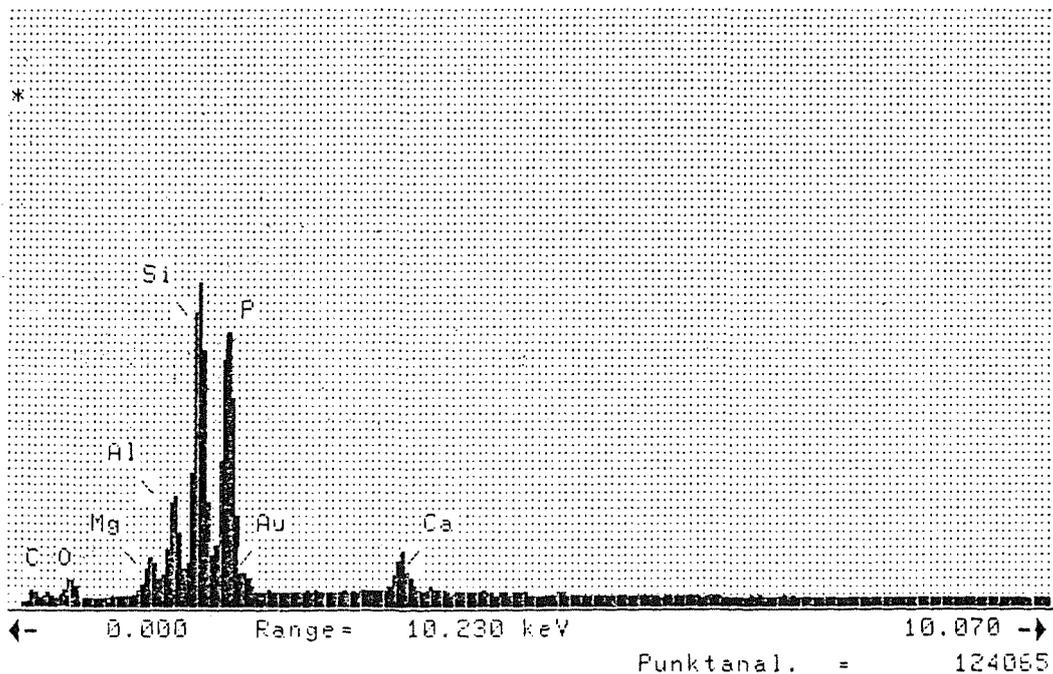


Abb 45b: EDX-Spektrum der Ausscheidung von Abb. 45a

Bei NSW 130 Proben sind im Vergleich zu den anderen Proben viele gebrochene Fasern zu sehen. Da zwei zusammenpassende Bruchteile durch einen Matrixanteil getrennt sind, läßt sich deuten, daß die Fasern während des Heißpressens gebrochen wurden. Dies wiederum bedeutet, daß die Preßtemperatur niedriger als angegeben war. Eine Cristobalitbildung wird dadurch begünstigt.

SiC/A-Glas (Probenbezeichnung SA)

Die Faserverteilung in diesen Proben entspricht denen der anderen SiC-faserverstärkten Varianten. Es sind wieder Ausscheidungen in der Matrix zu verzeichnen. Es sind auch Poren, vor allem in den Faser-Matrixgrenzflächen zu beobachten. Dieses Verhalten war besonders bei der Probe SA1C zu sehen (Abb. 46).

Die EDX-Analyse zeigt, daß die Ausscheidungen aus den Übergangsmetallen, hauptsächlich Cu und Sb, die im Glas 8 Massen % ausmachen, bestehen. In der Matrix liegen die Gehalte von Cu und Sb unterhalb der Nachweisgrenze. Es ist bekannt, daß diese Elemente im Glas als Schaumbildner wirken können [92].

Bei Proben der Platte SA1EF hat die Matrix kein glasiges Aussehen wie bei den anderen Proben. Vielmehr weist sie eine Mikrostruktur auf, die im Lichtmikroskop nicht aufzulösen ist. Im REM zeigt sich, daß diese Struktur durch sehr feine Ausscheidungen verursacht wird.

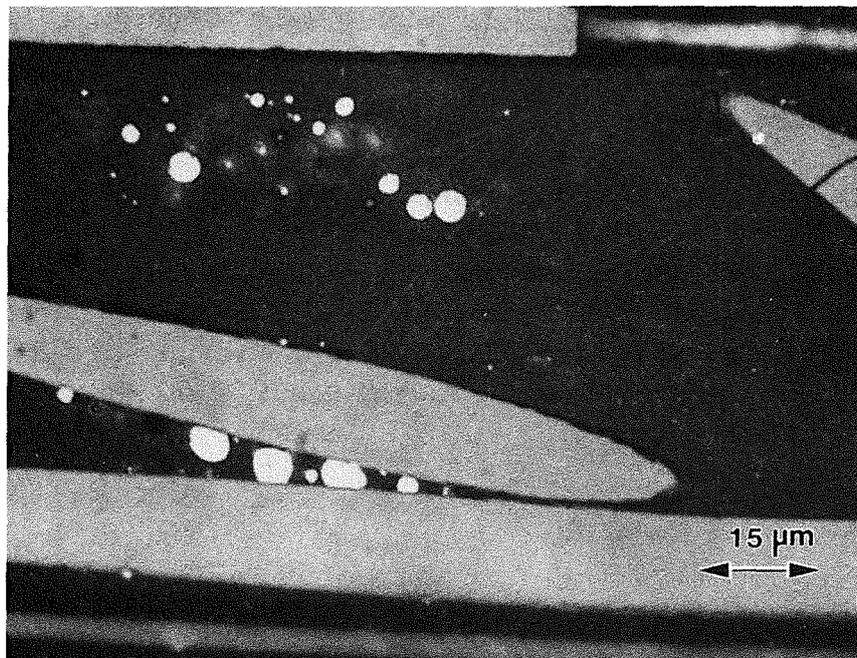


Abb. 46 a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Probe SA1C

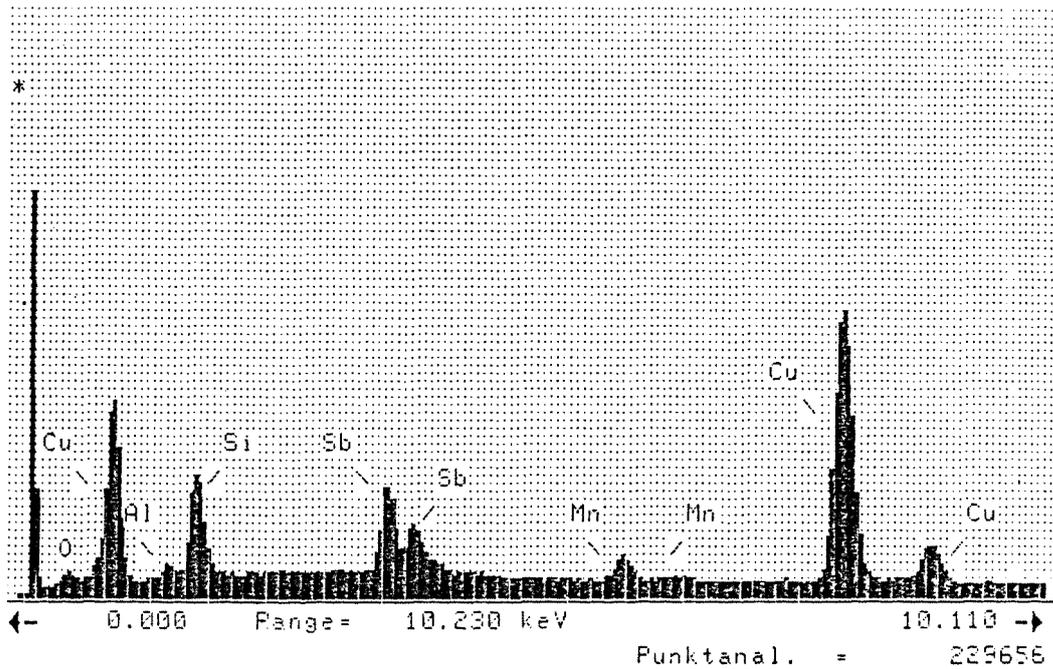


Abb.46 b) EDX-Spektrum einer Ausscheidung

5.3 Biegeversuche

5.3.1 Raumtemperaturversuche

5.3.1.1 Duranglasmatrices

a): Nicalon verstärkte Duranglasmatrices

Die erzielten Ergebnisse sind in Tab.8 und 9 aufgeführt. Außer SD22CD, das 55% Fasern enthält, sind alle Proben, die in Tabelle 8 aufgeführt sind, annähernd gleich in der Zusammensetzung (40-42% Fasern) und den Preßbedingungen (1260°C, 10 MPa).

Tabelle 8: Ergebnisse der Biegeversuche an SiC-faserverstärkten Duranproben

Probe	σ_B [MPa]	σ_K [MPa]	τ_B [MPa]	E-Modul [GPa]	ϵ_{Cu} [10^{-3}]	WOF [kJ/m ²]
SD4EF/15	640	632,5	12,3	120,6	5,1	28,2
/16	662,6	594,8	12,7	120,6	5,4	26,8
/17	617,4	587,3	11,9	120,6	5,1	14,6
SD16BC	791,6 ±35,5		15,1 ±0,7	129,2 ± 1,5	6,4 ±0,4	21,6 ±0,6
SD16E/1	775,4	700,9	14,4	127,2	6,7	26,3
/2	795,6	700,0	14,0	124,4	6,4	23,5
SD27AB/15	697,9	609,1	13,3	125,6	5,6	23,5
SD17D2/1	790,7	750,2	15,2	143,5	5,7	30,8
/2	795,8	745	15,3	142,5	5,7	
/3	779	694	15,0	134,5		
SD22CD/1	655,3	649,1	11,8	132,3	5,1	15,3
/2	689,4	-	12,5	144,9	4,9	20,4

Die Platte SD17D2 wurde statt mit einem SiO₂-haltigen Sol als Binder mit einem Sol mit der Duran Zusammensetzung hergestellt.

Tabelle 9: Ergebnisse der Biegeversuche an einzelnen faserverstärkten Duranproben

	Preß- temperatur [°C]	σ_B [MPa]	σ_K [MPa]	τ_B [MPa]	E [GPa]	ϵ_{Cu} [10^{-3}]	WOF [kJ/m ²]
SD3D	1260	861,6	851,5	19,7	113,4	7	22,0
SD4B	1165	364,5	-	7,8	120,3	3	5,6
SD4C	1360	410,5	405,7	8,5	110,1	4	10,0
SD4E	1450	748,6	-	15,2	136,6	6	17,3
SD5A	1060	227,1	-	3,4	117,0	2	1,4

Die Biegefestigkeiten (σ_B) der optimierten Proben liegen zwischen 600 und 800 MPa bei einer Bruchdehnung ϵ_B von 0,5-0,6 %, die hier als die Dehnung bei der höchsten Last definiert ist. Hierbei ist eine leichte Verbesserung von der zuerst hergestellten Platte SD4EF zu den anderen zu verzeichnen. Die angegebenen Scherspannungen (τ_B) sind die berechneten Scherspannungen an der neutralen Achse bei der höchsten Last. Sie werden angegeben, da die Proben immer Scheranteile in ihrem Versagen zeigen, sind aber nicht mit der Scherfestigkeit (ILS) zu verwechseln. Die Bruchenergie (WOF) wird definiert als die Fläche unter der Last-Durchbiegungskurve geteilt durch die Probenquerschnittsfläche, wobei die Integration abgebrochen wird wenn die Last bis 50% der maximalen Last abgefallen ist.

In allen Fällen sind die σ - ϵ Kurven annähernd linear bis zum Bruch (Abb. 47). Bei manchen Proben ist ein deutlicher Knick (σ_K) in der Kurve zu sehen, bei anderen Proben der gleichen Qualität weicht die Kurve bei hohen Lasten nur allmählich vom linearen Verlauf ab (in diesen Fällen werden keine Werte für σ_K angegeben). Nach der Theorie soll dieser Knick durch Matrixrißbildung verursacht werden. Es wurde aber beobachtet, daß er mit Delaminationsvorgängen zusammenhängt.

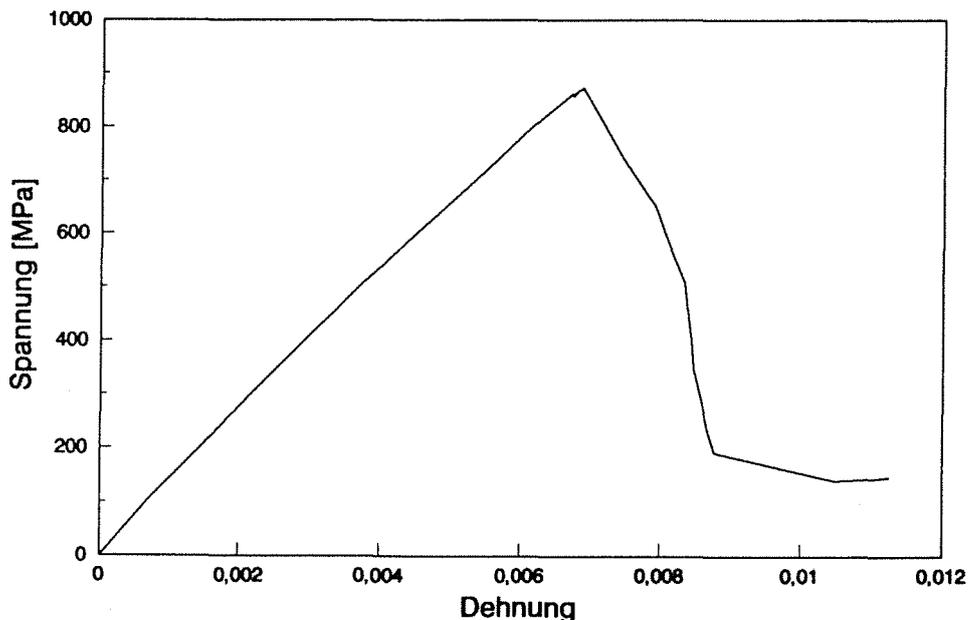


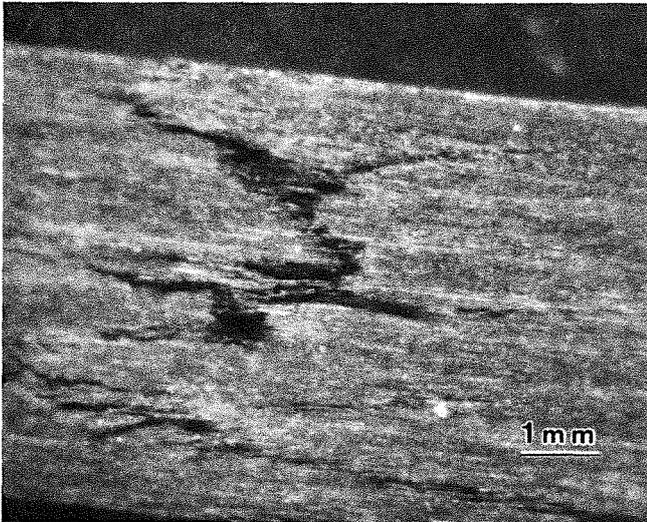
Abb. 47: Spannungs-Dehnungskurve einer SD-Probe

Nach der Höchstlast versagen die Proben zuerst unkontrolliert mit einem großen Krafteinbruch. Die Kurven fangen sich jedoch bei ca. 1/3 der Bruchlast. Danach biegen sich

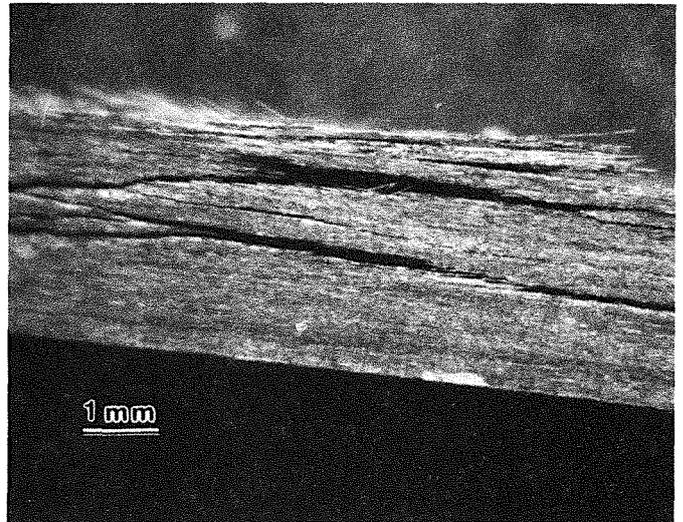
die Proben weiter durch mit kleinen Krafteinbrüchen, wobei sie aber nicht vollständig gebrochen werden .

Bei 3-Pkt Biegeversuchen an reinem Duranglas wurden Festigkeiten von 70 bis 110 MPa bei einer Bruchdehnung von 0,1-0,2% gemessen. Der E-Modul betrug ca. 61 GPa. Im Gegensatz zum faserverstärkten Glas sind hier die Proben sehr kerbempfindlich und zeigen daher eine große Streuung.

Stereo- und rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen zeigen, daß der Bruch nicht wie bei monolithischen Gläsern gerade durch die Probe verläuft, sondern daß der Ri nach kurzem Weg entlang der Fasern in die beiden Richtungen senkrecht zur ursprünglichen Richtung abgelenkt wird (Abb.48).



a)



b)

Abb. 48: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Bruchverlaufs der Probe SD3D a) Zugfläche , b) Seitenansicht

Der Ri läuft so lange in dieser neuen Richtung, bis die kritische Spannung für Rifortschritt in der ursprünglichen Richtung überschritten wird, so daß sich der Ri wieder verzweigt. Makroskopisch äußert sich dies in einem unstetigen Verlauf der Spannungs-Dehnungskurve. REM-Untersuchungen an "gebrochenen" Proben zeigen, daß Mikroribildung stattgefunden hat (Abb. 49).

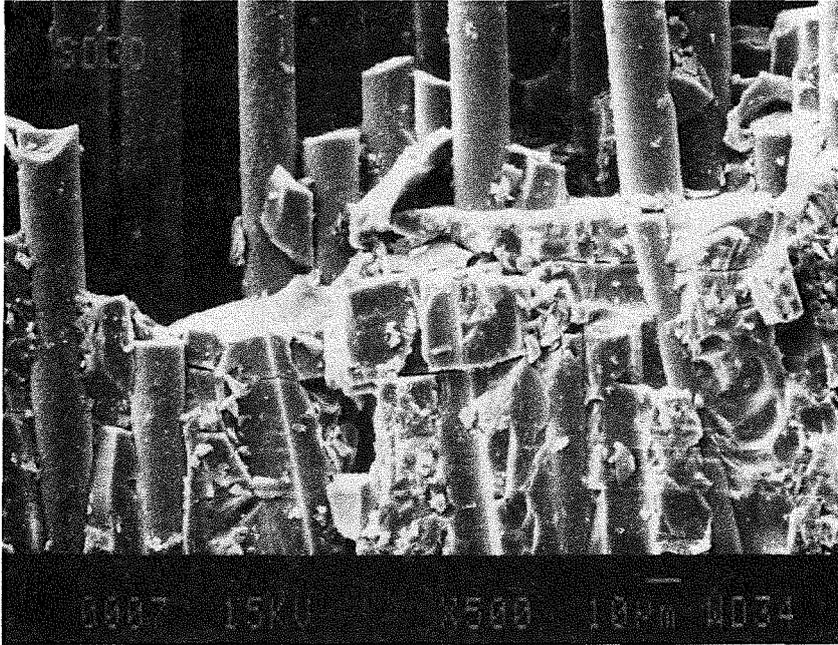


Abb. 49: Bruchfläche der SiC/Duranprobe SD3D (REM-Aufnahme)

Bei den einzelnen SiC-verstärkten Proben ist deutlich an den Ergebnissen in Tab.8 zu sehen, daß die Preßtemperatur eine wesentliche Rolle in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften spielt. Das Optimum bezüglich der Festigkeit liegt bei 1260°C. Dies wurde durch Messungen von Hegeler zur Optimierung der Preßparameter bestätigt [24]. Eine Abweichung von 100°C in beiden Richtungen resultiert in einer Halbierung der Biegefestigkeit. Unklarheit aber herrscht über den relativ hohen Wert bei 1450°C. Bei zu niedrigen Preßtemperaturen wird das Glas nicht vollkommen verdichtet. Es zeigt dann ein körniges Aussehen. Es kommt keine Bindung mit den Fasern zu Stande. Die Bruchfläche dieser Probe hat ein pinselartiges Aussehen (Abb.50). Die Enden der Fasern weisen ein rundes angegriffenes Aussehen vor. Es ist möglich, daß die Fasern wegen der fehlenden Glasmatrix oxidiert und geschwächt werden.

Um abzuschätzen, ob unterkritisches Rißwachstum bei diesen Werkstoffen eine Rolle spielt, wurden bei drei verschiedenen Durchbiebungsgeschwindigkeiten Biegeversuche (0,0005, 0,01 und 0,2 mm/s) an 10 Proben der Platte SD16BC durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tab. 10 dargestellt.

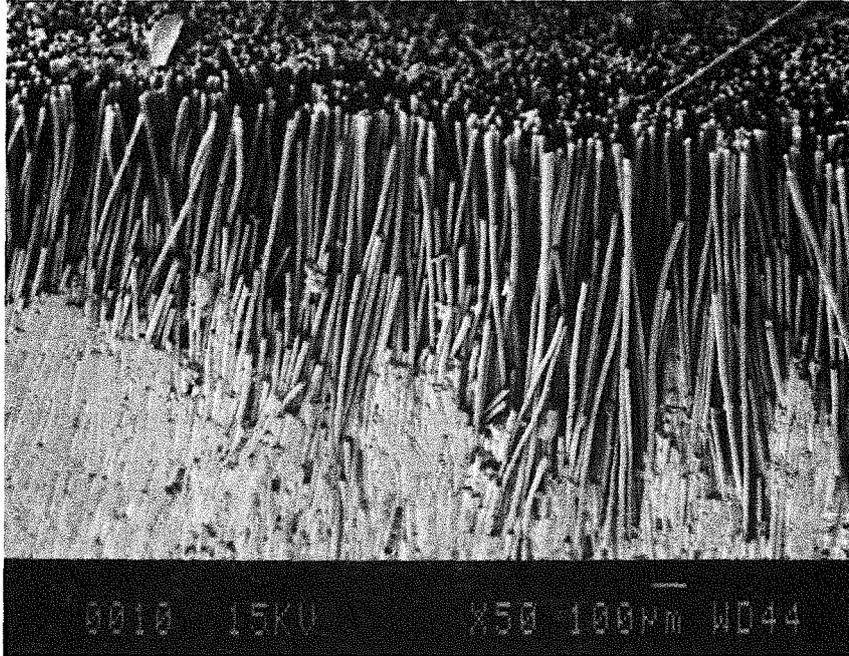


Abb. 50: Bruchfläche der Probe SD 5A, die bei zu niedriger Temperatur hergestellt wurde

Tab. 10: Ergebnisse der Biegeversuche an Proben der Platte SD 16BC bei verschiedenen Belastungsgeschwindigkeiten

Belastungs- geschwindigkeit [mm/s]	σ_B [MPa]	τ_B [MPa]	E-Modul [GPa]	ϵ_{cu} [o/oo]
0,2	791,6 $\pm 35,5$	15,1 $\pm 0,7$	129,2 $\pm 1,5$	6,4 $\pm 0,4$
0,01	755,5 $\pm 12,2$	14,4 $\pm 0,2$	127,8 $\pm 0,7$	6,2 $\pm 0,2$
0,0005	734,1 $\pm 4,2$	14,0 $\pm 0,1$	125,2 $\pm 0,8$	5,95 $\pm 0,005$

Es zeigte sich eine Differenz zwischen der schnellsten und der langsamsten Geschwindigkeit in der Festigkeit von ca. 60 MPa. Die E-Moduln zeigten eine ähnliche, aber nicht so ausgeprägte Tendenz. Am Verlauf der σ - ϵ Kurven waren sonst keine Unterschiede festzustellen. Es scheint, als ob unterkritisches Rißwachstum, das bei Gläsern bekannt ist, nicht auszuschließen ist.

Um dies nachzuprüfen, wurden einige Proben einer anderen Platte (SD 109) mit konstanter Kraft belastet und die Zeit bis zum Bruch aufgenommen. Es konnte kein signifikanter Effekt festgestellt werden. Die angelegten Spannungen, die zu einem Bruch innerhalb von ca. 200 h führten, waren nicht deutlich unterschieden von denen, die zu spontanem Versagen führten.

Um die Verformungs- und Bruchvorgänge näher zu untersuchen, wurden einige Proben aus verschiedenen Chargen an der Zugseite und einer Querseite geschliffen und poliert. Sie wurden vor der Belastung untersucht und charakteristische Merkmale photographiert. Die Proben wurden anschließend stufenweise belastet und nach jedem Schritt im Mikroskop untersucht.

Es zeigte sich, daß die erste Schädigung an der Druckseite der Probe bei Spannungen ab ca. 150MPa eintritt. In Abb. 51 sieht man, daß Mikrorisse von einem Fehler an der Faser-Matrix Grenzfläche ausgehen. Die Riβform deutet auf einen komplexen Spannungszustand in der Matrix hin. Diese Risse wachsen mit zunehmender Spannung, aber nur lokal, so daß die Tragfähigkeit der Probe kaum beeinflußt wird.

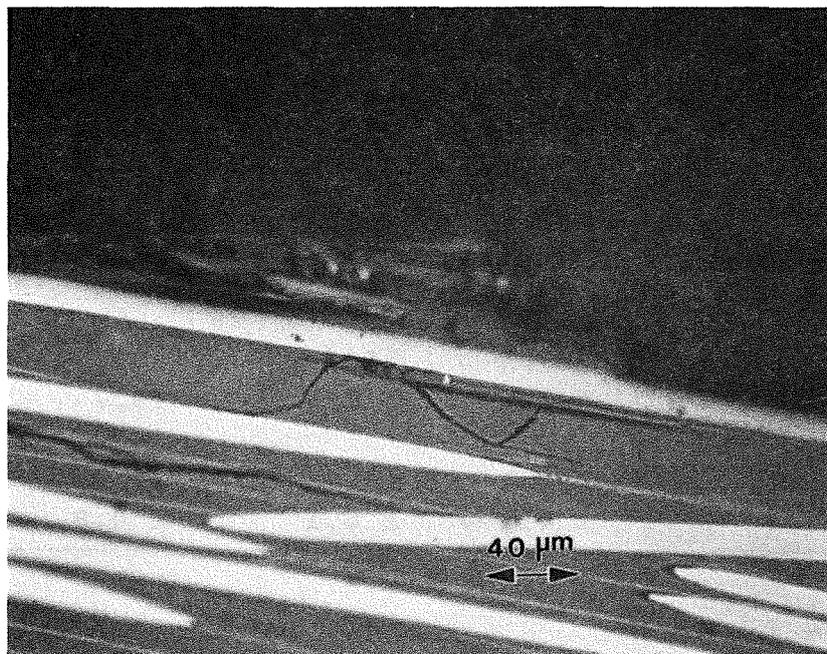


Abb. 51: Mikrorisse an der Druckseite einer SiC/Duran-Probe (angelegte Spannung 150 MPa)

Erst bei Spannungen von über 500 MPa erscheinen an der Zugseite der Proben die ersten Mikrorisse. Zuerst treten diese

vereinzelt auf. Ab ca. 600 MPa können Reihen von Mikrorissen beobachtet werden (Abb. 52). Im Gegensatz zu den Modellvorstellungen sind sie lokal zu sehen und dehnen sich selten über mehr als zwei Faserabstände aus.

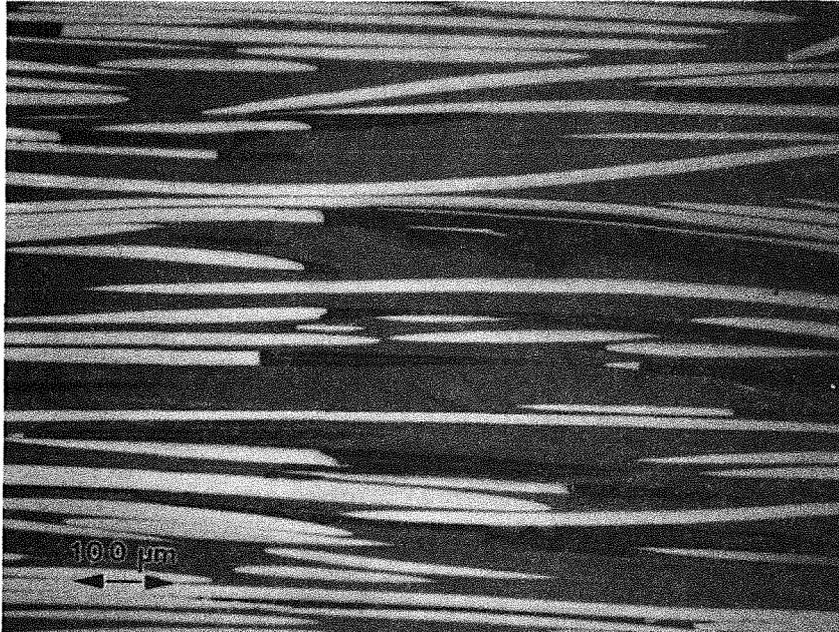


Abb. 52 : Mikrorisse an der Zugseite einer SiC/Duran-Probe (angelegte Spannung 600 MPa)

Gleichzeitig sind in manchen Proben bei dieser Spannung die ersten vereinzelt Faserbrüche und auch makroskopische Risse zu sehen (Abb. 53).

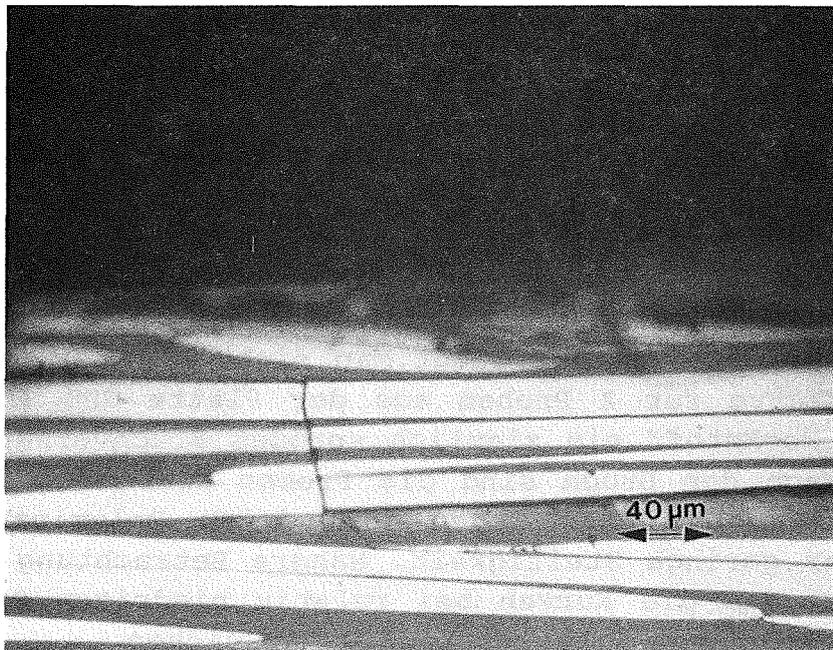


Abb. 53: Faserbrüche in der gleichen Probe wie oben (Abb. 52)

Ab ca. 650 MPa laufen die Mikrorisse zunehmend schräg zu den Fasern. Durch das Zusammentreffen mehrerer Mikrorisse kommt es zu makroskopischer Rißbildung. Diese Risse sind noch nicht kritisch und wachsen mit zunehmender Spannung, bis die Proben zwischen 750 und 800 MPa versagen.

b) C-faserverstärktes Duranglas

Wegen der höheren Festigkeit und wegen des höheren E-Moduls der T-800 Fasern, sowie wegen des z.T. höheren Faservolumenanteils liegen die Festigkeiten dieser Werkstoffe deutlich oberhalb der mit Nicalon verstärkten Varianten. In Tab.11 sind die Ergebnisse für Proben der Platte CD8 und einzelner Proben, die zur Optimierung der Preßbedingungen hergestellt wurden, dargestellt.

Tab. 11: Ergebnisse der Biegeversuche an C-faserverstärktem Duranglas

	Preß- temperatur [°C]	V_f	σ_B [MPa]	τ_B [MPa]	E-Modul [GPa]	ϵ_{cu} [10^{-3}]	WOF [kJ/m ²]
CD1B	1160	42 %	471,0	10,2	142,8	3	8,0
CD1C	1355		512,3	10,7	166,2	3	12,8
CD1D	1255		1336,6	25,8	163,6	9	60,0
CD1F	1350		898,0	18,5	182,0	6	44,1
	30 min						
CD8	1240	45 %	1176,5 ±59,4	23,1 ±1,2	137,2 ±1,6	10,3 ±0,8	58,0 ±5,7

Hierbei ist deutlich zu erkennen, daß die optimale Preßtemperatur bei 1240-1255°C liegt. Man sieht bei der Spannungs-Dehnungskurve für 2 Proben aus der Platte CD8 (Abb. 54), daß der Werkstoff ein ziemlich sprödes Bruchverhalten vorweist. Nach dem Bruch sind die Proben zwar noch zusammenhängend, haben aber wegen der vielen Delaminationrisse eine sehr geringe Steifigkeit. Nähere Betrachtung der Kurven zeigt, daß die Kurven bei relativ niedrigen Spannungen (ca. 400 MPa) vom linearen Verlauf abweichen.

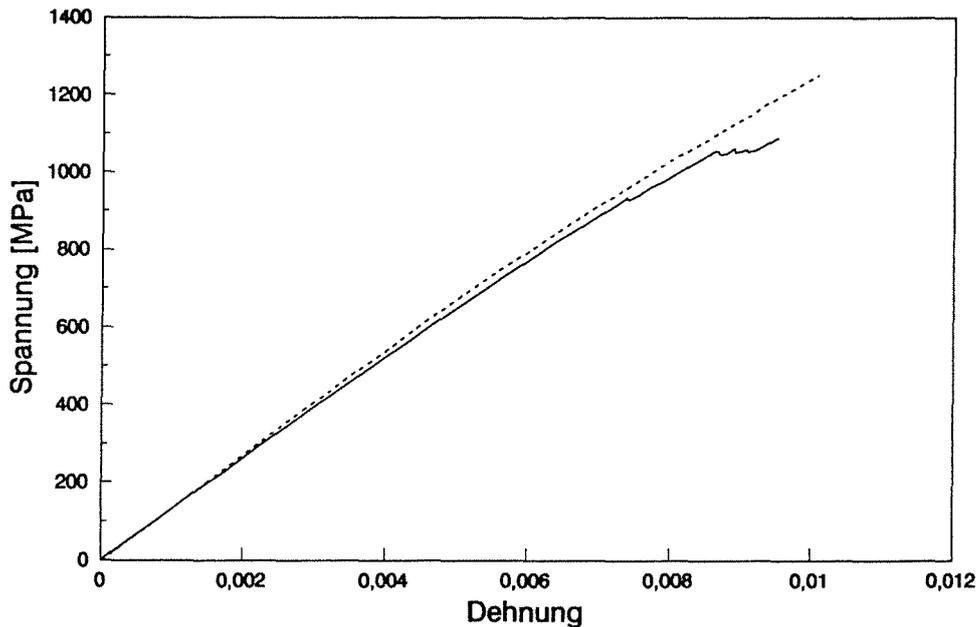


Abb. 54: Spannungs-Dehnungskurven für 2 Proben aus der Platte CD8

Wie bei den Nicalon verstärkten Durangläsern wurden auch unterbrochene Versuche durchgeführt. Die ersten Mikrorisse an der Zugseite erscheinen bei 300 MPa. Diese Risse haben, im Vergleich zu den SD Proben, ein unterschiedliches Aussehen (Abb. 55). Sie erstrecken sich über mehrere Faserabstände und sind weitgehend gerade. Die Umgehung einer Faser bringt nur eine kleine Auslenkung des Risses aus seiner Ebene mit sich.

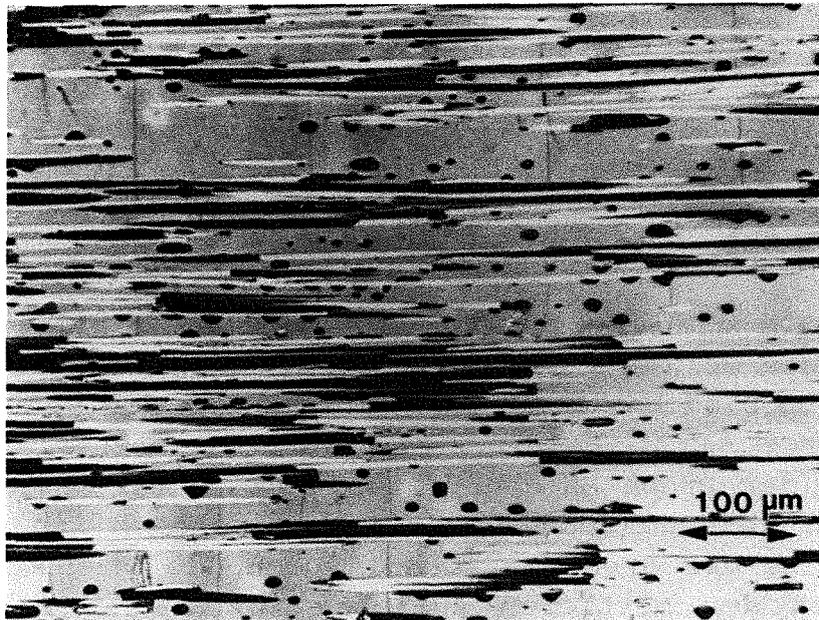


Abb. 55: Mikrorisse in einer CD8 Biegeprobe bei einer Belastung von 300 MPa

Mit zunehmender Belastung nimmt die Anzahl der Risse durch Ausdehnung des geschädigten Bereichs zu, der Abstand ändert sich aber wenig. Zwischen 560 und 600MPa wird die Schallemission heftiger. (Obwohl die Schallemissionsanalyse getrennt in Kap. 5.5 behandelt wird, werden manche Beobachtungen, vorwiegend die Schallemissionsrate, in Zusammenhang mit den Biege- und Zugversuchen vorher erwähnt.) Die Form der Mikrorisse ändert sich, und entspricht der der SD-Proben. Der Rißabstand wird lokal viel kleiner, die Risse laufen schräg (Abb.56) zu den Fasern und selten weiter als bis zur nächsten Faser. Hierbei werden Matrixteile aus dem Verbund gelöst. Dieses Verhalten wird um so ausgeprägter, je höher die Spannung steigt.



Abb. 56: Mikrorisse in der gleichen Probe wie oben (Abb. 55), bei einer Belastung von 600MPa

Bei 750MPa sind die ersten Faserbrüche deutlich zu erkennen. Erste Delamination am äußersten Rand wurde bei 850 MPa entdeckt. Dies hat aber kaum Einfluß auf die Spannungs-Dehnungskurve. Erst bei 950MPa, wenn die Delamination sich entlang der Probe ausdehnt, kommt es zu einem Knick in der Kurve. In diesem Spannungsbereich sind auch Schäden an der Druckseite der Probe zu sehen. Durch die Druckkräfte kommt es neben der mittleren Auflager zu lokaler Ablösung der Fasern. Hieraus ergibt sich eine Delamination.

Bei 1050MPa ist die Matrixschädigung noch weiter fortgeschritten. Abgelöste Fasern, die z.T. noch nicht gebrochen sind, stehen als Bogen aus der Oberfläche heraus. Dies ist vermutlich durch die hohen Druckspannungen in den Fasern im Verbund zu erklären. Durch das Fehlen der Haftung zur Matrix können sie ihre ursprüngliche Länge wieder annehmen und biegen sich entsprechend. Mit zunehmender Spannung werden die Matrixausbrüche noch größer. Es kommt bei 1200MPa zu spontanem Versagen durch mehrere großflächige Delaminationen, die von der Zugseite ausgehen.

5.3.1.2. Nicalon verstärktes Supremaxglas

Die Ergebnisse der Biegeversuche an Proben dieses Systems sind in Tab. 12, und Tab. 13 dargestellt. Bei den einzelnen Proben der Reihe SSu1 A-C, handelt es sich um Vorversuche mit kleiner Stützweite (40mm), die relativ hohe Scherspannungen zur Folge hat.

Tabelle 12: Ergebnisse der Biegeversuche an Proben aus drei Platten (Nicalon/Supremax)

Platte	σ_B [MPa]	σ_K [MPa]	τ_B [MPa]	E-Modul [GPa]	ϵ_{Cu_3} [10^{-3}]	WOF [kJ/m ²]
SSuS	684,9 ±31,5	644,1 ±24,9	12,2 ±0,7	133,5 ±4,7	6,0 ±0,5	24,0 ±3,2
NSW130	702,6 ±106,6	-	13,4 ±2,0	130,8 ±2,3	6,6 ±1,0	30,3 ±7,8
ohne Ausreißer	650,9 ±27,1	-	12,4 ±0,5	130,4 ±2,4	6,1 ±0,2	26,5) ±4,8
SSu3EF	708,0 ±128,4	-	13,0 ±2,4	138,1 ±3,3	5,4 ±0,9	

Tab. 13: Ergebnisse der Biegeversuche an einzelnen Proben

Probe	Preßtemp.	σ_B [MPa]	σ_K [MPa]	τ_B [MPa]	E [GPa]	ϵ_{Cu_3} [10^{-3}]	WOF [kJ/m ²]
SSu1A	1100	750		44,4	85,7	17	
SSu1B	1200 5MPa	609	-	37,6	105,5	9	
SSu1C	1300	594	-	27,9	109,9	0,6	
SSu3A	1365	613	546	12,6	136,8	5	15,6
SSu3B	1260 10 MPa	701	610	14,0	136,7	6	19,6
SSu3C	1170	665	-	15,9	133,6	5	22,2

Hierbei ist zu erwähnen, daß die Proben SSu1A-1C aus einem frühen Stadium der Werkstoffentwicklung stammen. Die Proben hatten die Dimensionen 45 x 4,5 x 3,5 mm. Wegen des hierdurch bedingten niedrigen l/h Verhältnisses war der Scheranteil am Versagen größer. Dies kommt zum Ausdruck in Tab.13 durch die höheren τ_B Werte. Aus diesem Grund wurde die Bruchenergie nicht bestimmt.

Bei den Proben aus den Platten SSu3EF und NSW130 ist eine hohe Streuung der Ergebnisse, vor allem der Festigkeit festzustellen. Dies bezieht sich in beiden Fällen auf eine Probe mit besonders hohen Werten. Bei NSW130 konnte eine ungleichmäßige Faserverteilung, verursacht durch die Wickeltechnik, festgestellt werden (Abb.30, Kap. 3.4). Der Grad dieser Inhomogenität ändert sich von Probe zu Probe in der Platte. Es ist wahrscheinlich, daß die Zugseite des Ausreißers einen erhöhten Fasergehalt aufgewiesen hat.

Im allgemeinen sind die Werte vergleichbar mit denen der Nicalon-verstärkten Duranproben, wobei der E-Modul, wegen des höheren E-Moduls der Matrix, ca. 10% höher liegt. Die σ - ϵ Kurven zeigen z.B. in Abb. 57 jedoch einen weniger ausgeprägten Knickpunkt. Dafür weichen die Kurven bei niedrigeren Spannungen vom linearen Verlauf ab. Vor allem bei den Proben der Reihe NSW130 und SSuS liegt diese Spannung bei besonders niedrigen Werten, für NSW130 bei 265 ± 13 MPa und für SSuS bei 276 ± 33 MPa, bei jeweils ca. 40% der Festigkeit. Für SSu3EF liegt der Wert deutlich höher, streut aber zwischen 412 und 642MPa. Bei SiC/Duran-Proben liegt diese Spannung bei ca. 80% der Bruchspannung.

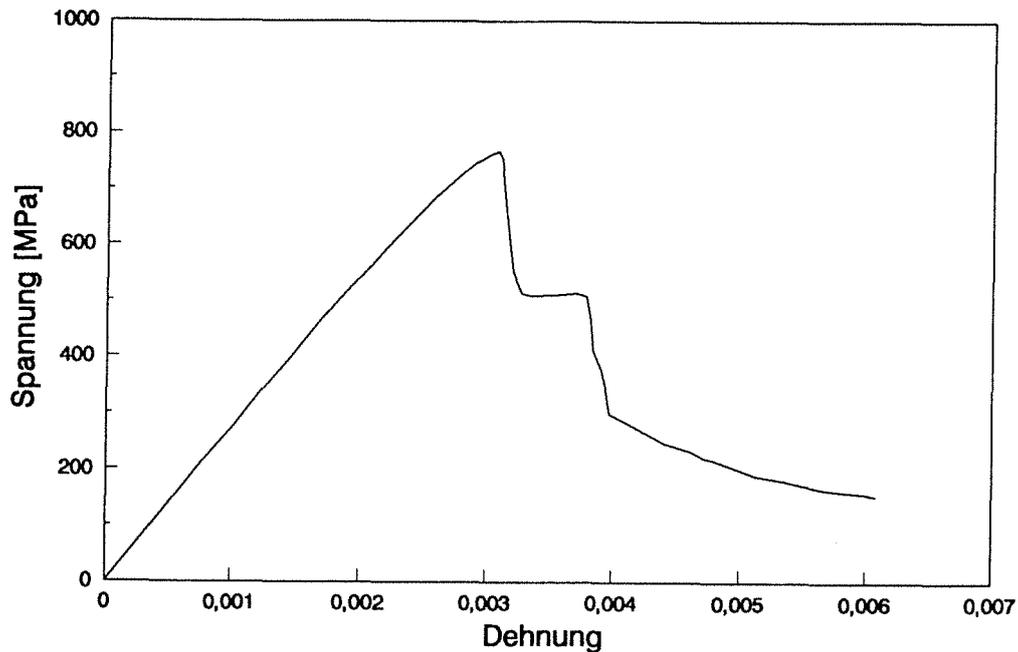


Abb. 57: Spannungs-Dehnungsdiagramm für eine Nicalon-Supremax Probe

Fraktographische Untersuchungen zeigen einen Bruchverlauf ähnlich dem der Duranproben, wobei jedoch die Auslenkung des Risses von seiner ursprünglichen Richtung schwächer ausgeprägt ist. Dafür sind mehr Mikrorisse z.T. parallel zueinander zu erkennen (Abb. 58). Die Entfernung der Mikrorisse voneinander liegt in der Größenordnung von $20\mu\text{m}$.

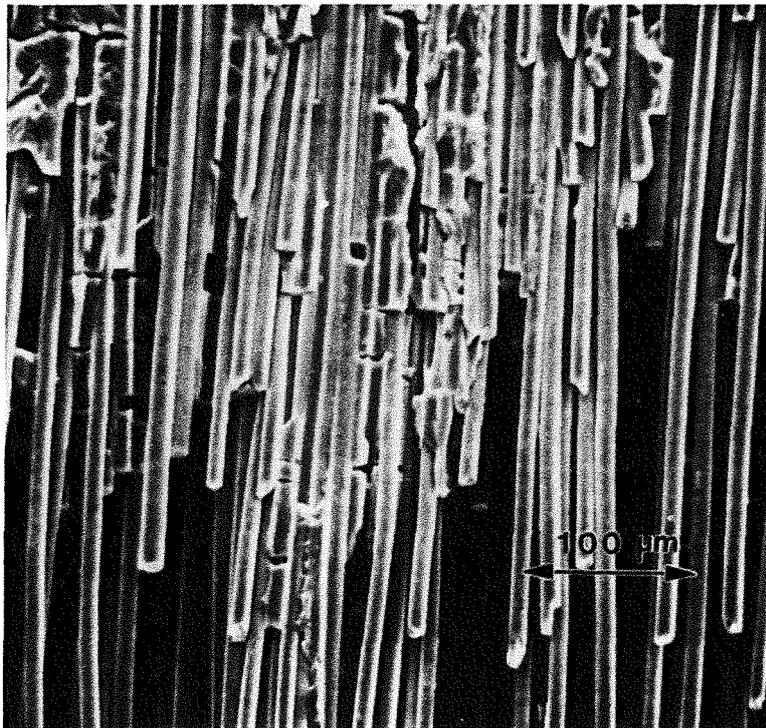


Abb. 58: Mikrorisse in der Bruchfläche einer Nicalon-Supremaxprobe

Bei Proben der Platte NSW130 laufen die Risse ca. 1mm von der Zugfläche gerade in die Probe hinein (Abb. 59). Danach kommt es zu Delaminationsrissen parallel zu den Fasern.

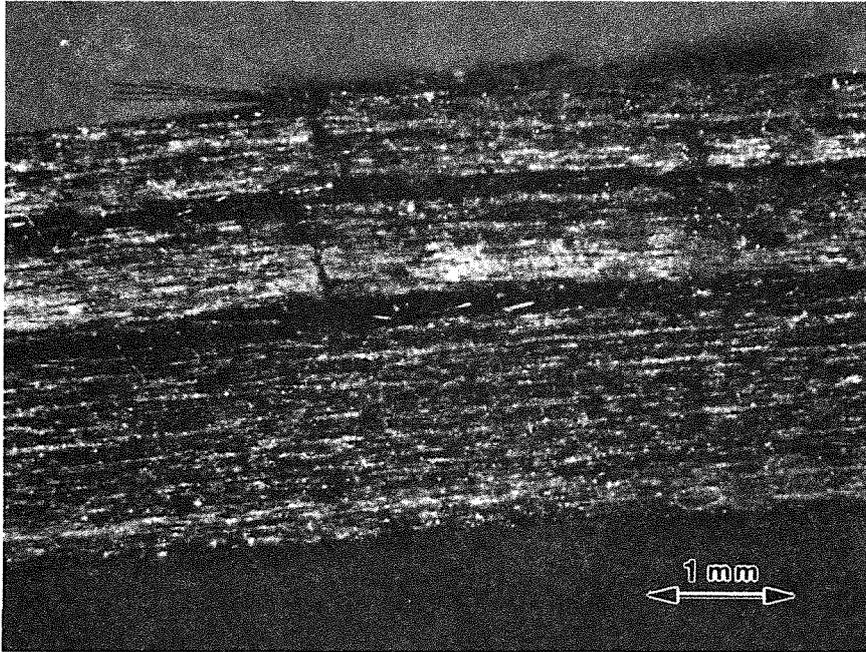


Abb. 59: Makroskopisches Bruchaussehen einer NSW130 Probe

Wie bei den Versuchen mit den Duranproben, wurden auch mit diesem Werkstoff unterbrochene Versuche durchgeführt. Bei der ersten Belastung war bis zur ersten Schallemission bei 295 MPa außer einigen Faserrissen, die wahrscheinlich durch die Herstellung bedingt waren, keine Schädigung der Probe zu erkennen. Bei 350 MPa waren einige sehr feine Mikrorisse in der Matrix zu sehen, die eindeutig von der Belastung herstammten. Mit zunehmender Spannung nimmt die Schädigung zu. Sie bleibt meist lokalisiert, wobei sich ein Rißsystem über mehrere Faserabstände erstreckt. Sowohl Faser-als auch Matrixrisse sind zu beobachten (Abb. 60). Bei 550 MPa ist dieses Verhalten sehr intensiv geworden. Es kommt sogar zu mehrfacher Rißbildung in den Fasern. Man sieht aber auch, daß es Matrixgebiete gibt, in denen keine Schädigungen vorhanden sind. Mit noch steigender Spannung nimmt der Schaden zu. Bei 700 MPa ist die mehrfache Rißbildung nicht mehr zu übersehen (Abb. 61). Die Schädigung der Probe reicht bis etwa zur neutralen Achse.

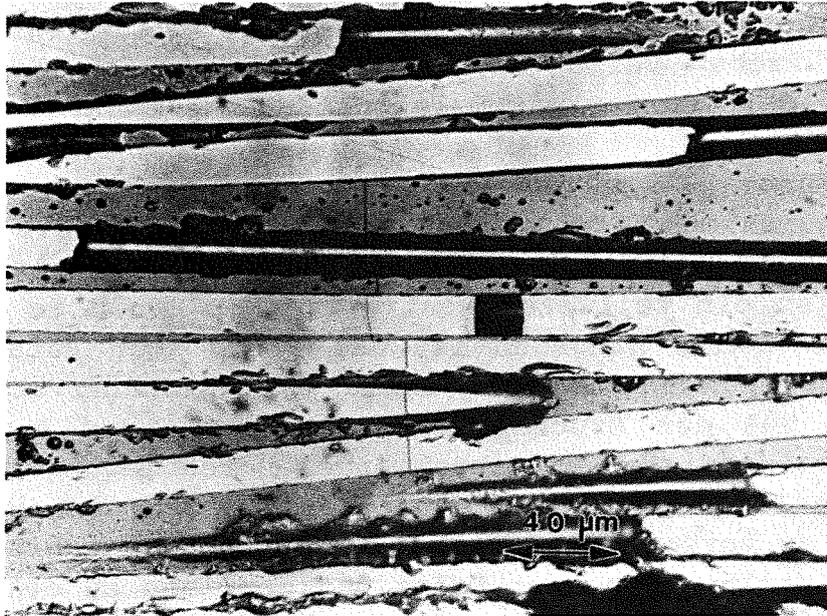


Abb. 60 : Faser- und Matrixrisse in einer NSW130 Probe bei 500 MPa

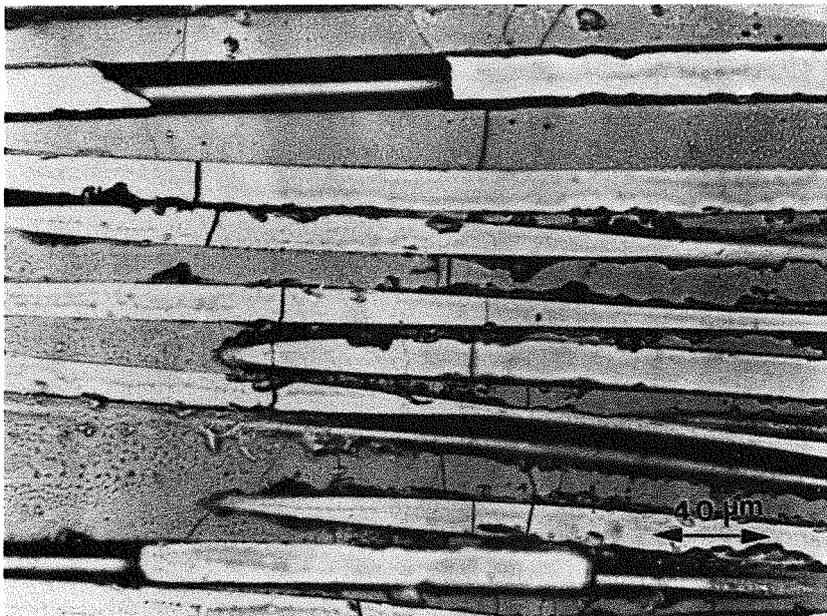


Abb. 61: Mehrfache Riβbildung in den Fasern einer NSW130 Probe bei 700 MPa

Bei ca. 750MPa werden Teile der Matrix aus dem Verbund herausgeworfen. Die Riβstruktur ist mit vielen Riβverzweigungen noch feiner geworden. Bei 800MPa kommt es zu der

ersten Delamination auf der Zugseite der Probe. Dies führt aber nicht zu spontanem Versagen. Bei der weiteren Belastung kommen erhebliche Schäden an der Druckseite der Proben zustande und die σ - ϵ Kurve (Abb. 62) bricht deutlich ab. Die Proben versagen dann an der Zugseite durch einen kurzen Riß verbunden mit Delamination bei 810MPa.

Wie in Abb. 57 zu erkennen ist, ist nach Erreichen des Spannungsmaximums der Abfall weniger steil als bei den Duranproben. Vor allem bei Proben aus den Platten SSuS und SSu3EF ist ein teilweise kontrollierter Bruch zu verzeichnen. Bei NSW130 hingegen ist der Bruch eher katastrophal. Nach dem Spannungsmaximum fällt die Spannung schlagartig bis auf 50% der Bruchspannung ab. Es bilden sich einige Delaminationsrisse. Mit zunehmender Durchbiegung steigt die Spannung langsam. Danach sind keine Änderungen im Kurvenverlauf zu verzeichnen. Dieses Verhalten ist wahrscheinlich mit der Verlängerung der Delaminationsrisse zu erklären. Da in 3-Pkt.-Biegeversuchen die maximale Zug- als auch die Scherspannung unter dem mittleren Auflager liegt und die Risse sich weg vom Auflager bewegen, muß, um die gleiche Spannung an der Rißfront zu erreichen, die Last mit zunehmender Rißlänge ansteigen.

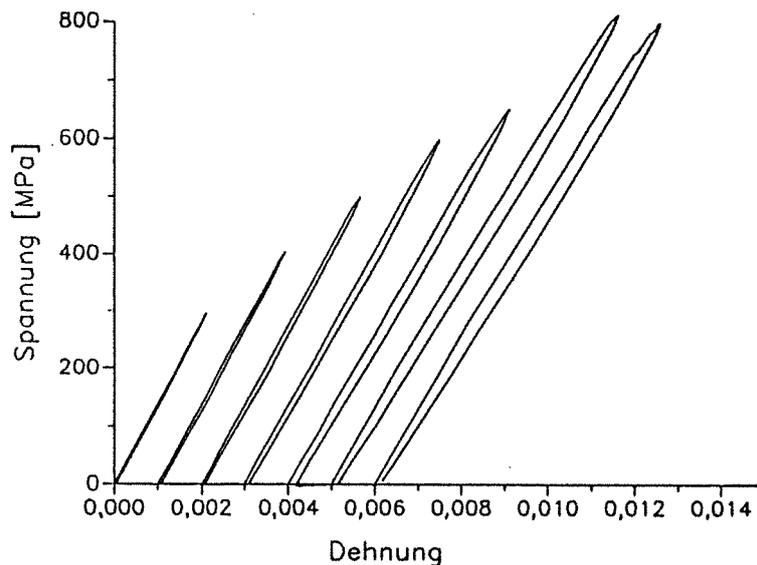


Abb. 62: Spannungs-Dehnungskurven eines unterbrochenen Versuchs an NSW130

5.3.1.3 Nicalon/"A"-Glas

Es wurden nur Proben einer Platte und einzelne Biegestäbchen dieses Matrixmaterials geprüft. Die Ergebnisse sind in den Tabellen 14 und 15 aufgeführt.

Tabelle 14: Ergebnisse der Biegeversuche an einzelnen SiC/"A"-Glasproben mit Angabe der Bruchenergie

	Preß- temperatur [°C]	σ_B [MPa]	σ_K [MPa]	τ_B [MPa]	E [GPa]	ϵ_{cu} [10 ⁻³]	WOF [kJ/m ²]
SA1A	1310	556	31,0	11,3	128,1	4	15,1
SA1C	1430	342	19,6	6,3	118,2	3	8,6

Tabelle 15: Ergebnisse der Biegeversuche an SiC/"A"-Glasproben (SA1EF) bei verschiedenen Belastungsgeschwindigkeiten

Belastungs- geschwind. [mm/s]	σ_B [MPa]	σ_K [MPa]	τ_B [MPa]	E [GPa]	ϵ_{cu} [10 ⁻³]
0,01	409,0 ± 27,0	351,7 ± 22,6	7,8 ± 0,5	124,2 ± 3,4	3,8 ± 0,4
0,2	446,0 ± 19,7	424,7 ± 68,0	8,5 ± 0,4	125,5 ± 1,6	3,7 ± 0,1
0,0005	461,7 ± 45,2	415,0 ± 31,0	8,8 ± 0,8	127,9 ± 0,1	4,0 ± 0,4

Die Biegefestigkeiten dieser Werkstoffqualität liegen deutlich unterhalb der der anderen untersuchten Qualitäten. Dies zeigt sich auch in den Bruchdehnungen. An Proben, die aus einem Block von unverstärktem "A"-Glas herausgeschnitten wurden, wurden 4-Pkt-Biegeversuche durchgeführt. Es ergab sich eine Biegefestigkeit von $112,6 \pm 7,3$ MPa, ein E-Modul von $67,7 \pm 1,2$ GPa und eine Bruchdehnung von $0,163 \pm 0,010$ %. Bei der gleichen Stützweite liegen im allgemeinen die Festigkeitswerte aus 4-Pkt-Biegeversuchen niedriger als

aus 3-Pkt-Versuchen , so daß man festhalten kann, daß die Festigkeit des "A"-Glases höher als die der Duran- bzw. Supremaxmatrices ist.

Der Verlauf der σ - ϵ Kurven ist von besonderem Interesse. Die zwei einzelnen Proben, die bei höheren Temperaturen hergestellt wurden, zeigen einen linearen Verlauf fast bis zur Höchstlast. Danach aber ist ein allmählicher Abfall der σ - ϵ -Kurve zu verzeichnen (Abb. 63).

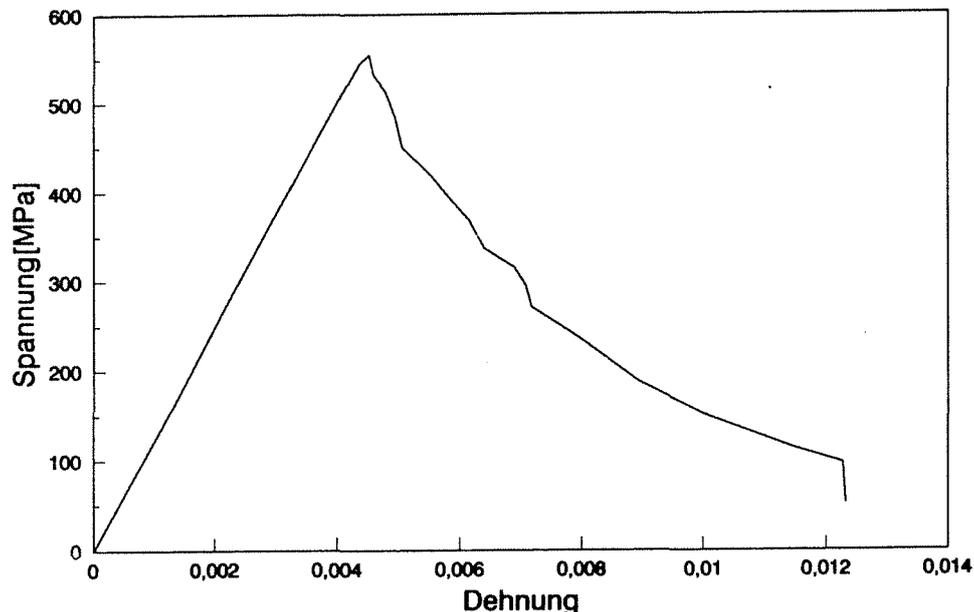


Abb. 63: Spannungs-Dehnungskurve der Probe SA 1 A

Dieses Verhalten kommt auch zum Ausdruck in der - im Verhältnis zur Biegefestigkeit - relativ hohen Bruchenergie. Die Proben der Platte SA1EF, die bei ähnlichen Preßbedingungen wie die anderen Varianten hergestellt wurde, zeigen den gewohnten Verlauf mit einem linear-elastischen Anstieg bis zu einem deutlichen Knick. Abweichungen vom linearen Verlauf vor diesem Knick sind minimal.

Die fraktographischen Untersuchungen an den zwei einzelnen Proben zeigen, daß im Zugspannungsbereich der Riß ziemlich gerade verläuft (Abb. 64). In der Probentiefe laufen Risse parallel zur Faserrichtung wie bei den anderen Varianten. Deutlich im REM zu sehen ist Faserpullout mit Pulloutlängen zwischen 0 und 200 μm .

Bei SA1A sind vereinzelt Mikrorisse zu sehen. Der Abstand zwischen den einzelnen Rissen beträgt ca. 50 μm . Die Bruchflächen der SA 1EF Proben zeigen ein eher verzweigtes Riß-

system, das nicht so ausgeprägt wie bei den Duran- und Supremaxproben ist.

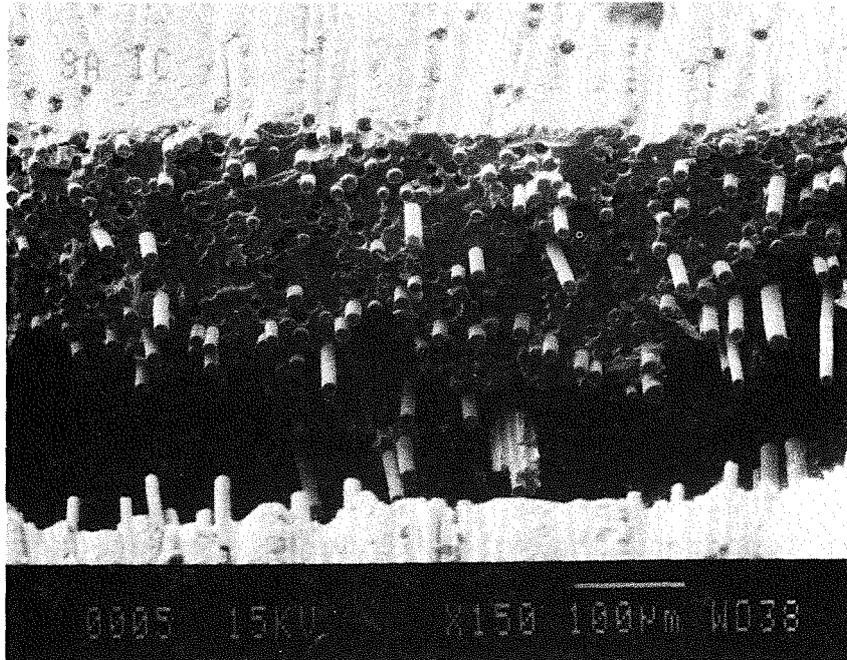


Abb. 64: REM-Aufnahme der Bruchfläche der Probe SA1C

5.3.2 Hochtemperatureigenschaften

Es wurden hauptsächlich Proben mit Duran bzw. Supremax Matrices untersucht. Die Temperaturbereiche wurden nach den Transformationsbereichen (nach Herstellerangaben) der jeweiligen Gläser ausgewählt.

Nicalon/Duran

Die Abhängigkeit der Biegefestigkeit von der Temperatur für die Duranproben ist in Abb.65 und Tab. 16 dargestellt.

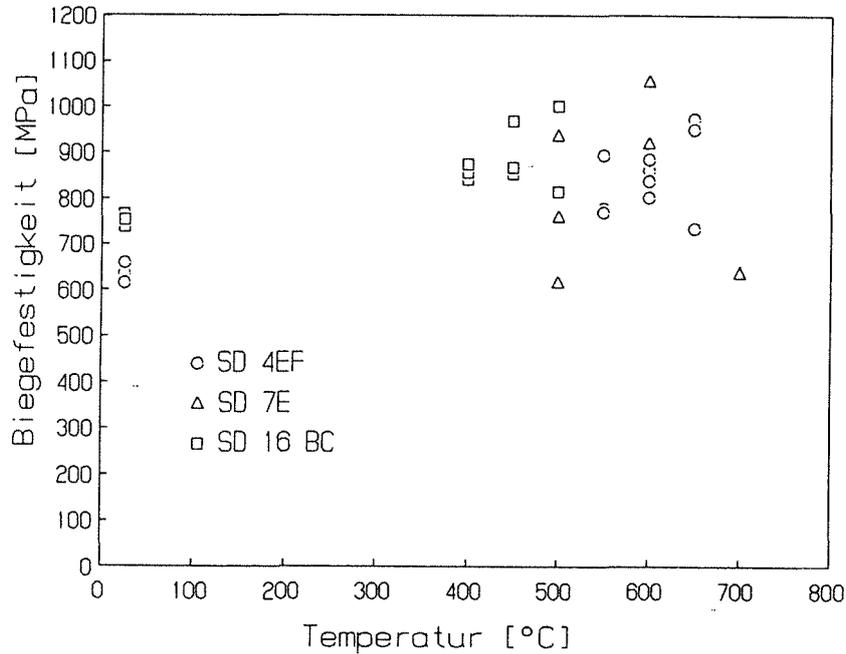


Abb. 65: Temperaturabhängigkeit der Biegefestigkeit für SiC verstärktes Duranglas (vgl. Tab. 8).

Tabelle 16: Ergebnisse der Hochtemperaturbiegeversuche an SiC/Duranproben

Probe	Prüf- temperatur [°C]	σ_B [MPa]	τ_B [MPa]	E [GPa]	ϵ_{cu} [10^{-3}]
SD7E	500	722,2 $\pm 130,9$	14,5 $\pm 2,5$	115,5 $\pm 4,2$	7,0 $\pm 0,7$
	600	990,8	18,5	106,6	9,2
	700	640,5	12,6	83,8	9,3
SD4E	(25)	640,0 $\pm 18,5$	12,3 $\pm 0,3$	120,6 $\pm 2,3$	5,2 $\pm 0,1$
	550	818,0 $\pm 56,6$	16,5 $\pm 1,3$	112,8 $\pm 2,7$	6,8 $\pm 0,6$
	600	846,6 $\pm 29,3$	17,0 $\pm 0,6$	110,0 $\pm 3,9$	7,8 $\pm 0,2$
	650	889,3 $\pm 107,0$	18,1 $\pm 1,9$	89,1 $\pm 5,3$	9,7 $\pm 0,8$
SD16BC	400	861,0 $\pm 13,5$	17,2 $\pm 0,2$	125,0 $\pm 2,1$	6,8 $\pm 0,1$
	450	899,7 $\pm 51,5$	-	123,0 $\pm 3,0$	7,3 $\pm 0,6$
	500	816,0	-	120,9	8,6

Ein Maximum ist bei 600°C zu beobachten. Um die Zeitabhängigkeit der Eigenschaften zu untersuchen, wurde eine Probe bei 600°C und einer Belastungsgeschwindigkeit von 0,0005 mm/s belastet. Die Biegefestigkeit von 803,3 MPa, wegen der großen Streuung der Werte nicht statistisch signifikant, ist kleiner als die Festigkeit bei einer Belastungsgeschwindigkeit von 0,2 mm/s.

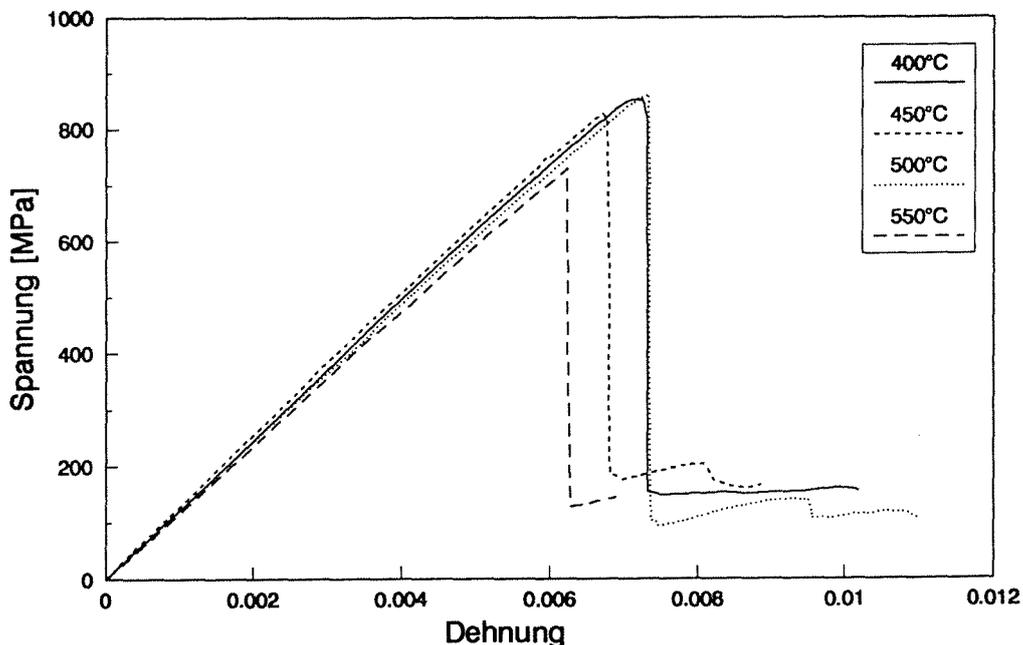


Abb. 66: Spannungs-Dehnungskurven bei verschiedenen Temperaturen für SiC verstärktes Duran

Mit zunehmender Temperatur weichen die σ - ϵ Kurven (Abb. 66) vom linearen Verlauf bis einschließlich 550°C minimal, bei 600°C deutlich ab. Der E-Modul, z.B. der Charge SD4E/F, geht allmählich von 120 GPa bei Raumtemperatur auf 110 GPa bei 600°C zurück. Bei 650°C sinkt er drastisch auf 89 GPa, was mit dem Einsetzen von viskosem Fließen zu erklären ist. Hierzu ist zu bemerken, daß die Glastransformationstemperatur T_g von reinem Duranglas bei 530°C liegt, d.h. oberhalb dieser Temperatur ist mit viskosem Fließen zu rechnen. Daher sollte dieser Effekt bereits bei 550°C spürbar werden. Daß dies erst bei 600°C der Fall ist, deutet auf eine Verschiebung von T_g hin. Die Zugabe eines SiO_2 reichen Sols bei der Herstellung, die eine Erhöhung des SiO_2 -Gehalts des Glases bedeutet, kann eine Erhöhung bewirken. Bei allen Temperaturen ist das Versagen ähnlich dem bei Raumtemperatur mit einem großen Krafteinbruch nach Erreichen der Höchstlast. Das Aussehen der Bruchfläche ist ebenfalls dem der Raumtemperaturproben ähnlich. Untersuchungen von Manns [95] an monolithischem Duranglas ergaben, daß die Biege-

festigkeit von unbehandelten Proben von 124 MPa bei Raumtemperatur auf 145 MPa bei T_g ansteigt. Oberhalb T_g steigt sie weiter an, ist aber von der Belastungsgeschwindigkeit stark abhängig. Danach scheint T_g im vorliegenden Fall bei 600°C zu liegen.

Nicalon/Supremax

Die Ergebnisse an Proben mit Supremaxmatrix sind in den Tabellen 17 und 18 wiedergegeben.

Tabelle 17 : Ergebnisse der Hochtemperaturbiegeversuche an SiC/Supremax-Proben

Probe	Prüftemperatur [°C]	σ_B [MPa]	τ_B [MPa]	E [GPa]	ϵ_{cu} [10 ⁻³]	WOF [kJ/m ²]
SSu3EF	RT	708,0 ±128,1	13,0 ±2,4	138,1 ±3,3	5,4 ±0,9	13,9 ±3,9
	500	558,9 ± 13,8	11,1 ± 0,3	137,8 ± 3,1	4,4 ± 0,4	17,2 ±3,9
	600	629,2 ± 172,9	12,6 ± 3,5	132,9 ± 9,4	4,8 ± 1,3	28,8 ±12,6
	700	524,0	10,5	117,6	4,5	25,2

Bei diesen Proben war bereits bei 500°C (wegen der höheren T_g die niedrigste gewählte Prüftemperatur) ein halb-kontrollierter Bruchverlauf zu sehen. Bei dieser Temperatur sind die σ - ϵ -Kurven bis zum Knick linear, so daß viskoses Fließen ausgeschlossen werden kann. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Abweichung vom linearen Verlauf zu. (Abb. 67).

Bei 600°C hat die Biegefestigkeit ihr Maximum. Bei 700°C fällt der E-Modul drastisch ab, obwohl die Bruchdehnung nicht größer ist als bei 500°C. Es scheint, im Gegensatz zu den Duranproben, daß eine signifikante Reduzierung von T_g durch die Herstellung des Verbundkörpers stattgefunden hat. Vermutlich liegt T_g statt bei 730°C für massives Supremaxglas eher bei 600°C nach Einbau der Fasern. Bei Gefügeuntersuchungen an einer Probe, die bei 700°C geprüft wurde, konnten Mikrorisse in den Fasern beobachtet werden (Abb. 68).

Tabelle 18: Ergebnisse der Hochtemperaturbiegeversuche an einzelnen SiC/Supremax-Proben (Stützweite = 36mm).

Probe	Prüf- temperatur [°C]	σ_B [MPa]	τ_B [MPa]	E [GPa]	Bruchart
SSu 1A/1	20	750	44,4	85,7	Misch
SSu 1B/1		669	37,0	105,5	
SSu 1C/1		594	27,9	109,9	
1A/2	400	612	35,8	113,9	Misch
1B/2		652	37,6	99,5	Scher
1C/2		563	26,3	107,6	
1A/3	500	682	39,7	97,9	Scher
1B/3		668	38,9	94,9	Misch
1C/3		618	29,1	114,8	Scher
1A/4	600	933	54,6	91,1	Misch
1B/4		795	43,2	104,8	
1C/4		581	27,3	94,8	
1A/5	700	618	36,1	83,1	Misch
1B/5		835	45,9	98,6	
1C/5		619	28,9	108,4	

Preßtemperaturen: SSu1A 1100°C
 SSu1B 1200°C
 SSu1C 1300°C

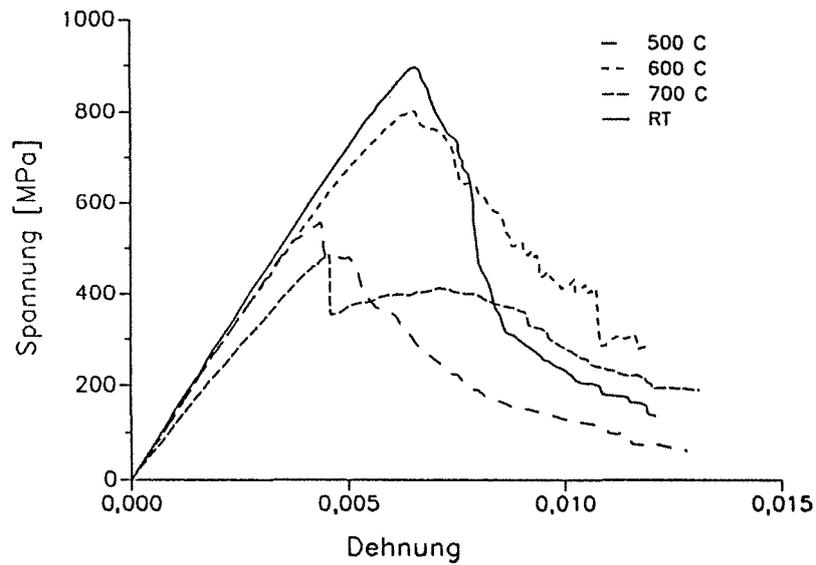


Abb 67: Spannung-Dehnungskurve für SiC/Supremax-Proben bei verschiedenen Temperaturen

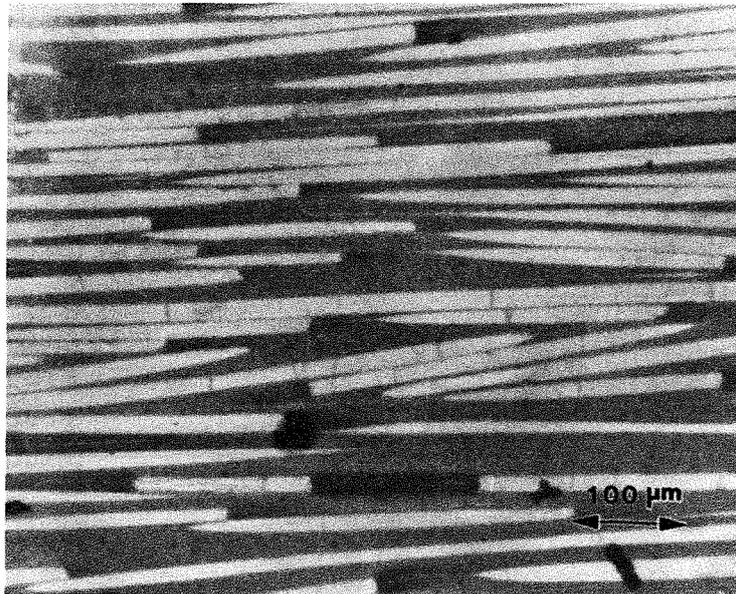


Abb. 68: Gefügeaufnahme einer SiC/Supremax-Probe nach der Belastung bei 700°C

Nach der Theorie von Aveston, Cooper und Kelly [7] kann dies nur geschehen, wenn die Bruchdehnung der Fasern kleiner als die der Matrix ist. Hierfür kann es zwei Ursachen geben: 1) die Bruchdehnung der Matrix ist entsprechend der abnehmenden Viskosität größer geworden, 2) die Bruchdehnung der Fasern ist durch chemischen Angriff reduziert.

Die Bruchflächen der Proben, die bei den höheren Temperaturen geprüft wurden, zeigten im Vergleich zu den Raumtemperaturuntersuchungen keine wesentlichen Änderungen des Bruchaussehens. Bei allen Temperaturen sind Mikrorisse in der Matrix zu erkennen, wobei keine qualitativen Unterschiede in der Rißdichte festzustellen waren. Vereinzelt ist in den Bruchflächen Faserpullout mit geringen Pulloutlängen (10-20 μm) zu sehen (Probe bei 600 °C belastet); in der gleichen Probe sind auch Blasen in der Matrix, direkt an der freigelegten Grenzfläche zu einer Faser zu erkennen (Abb. 69). Diese weisen auf Reaktionen an der Grenzfläche hin, bei denen Gase freigesetzt wurden.

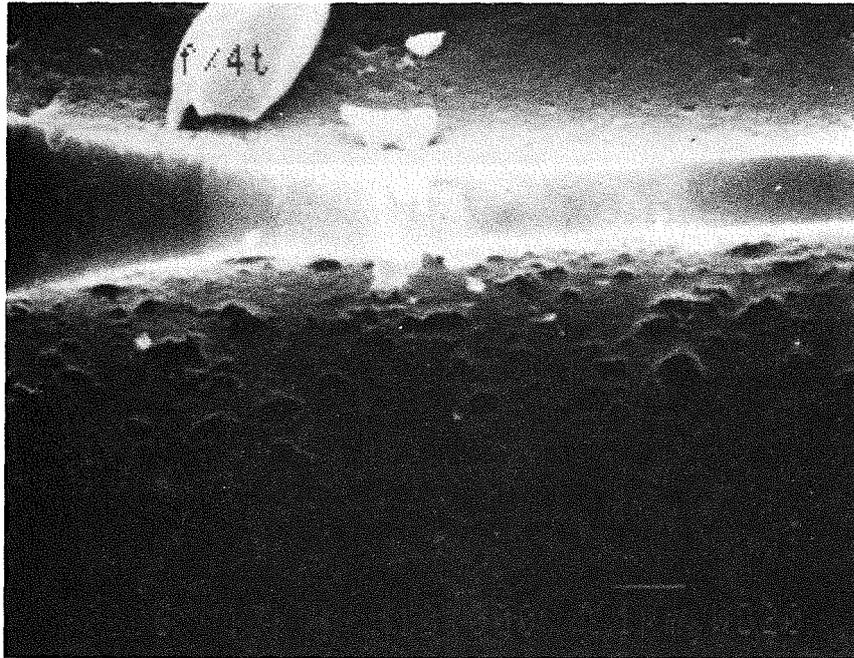


Abb 69: REM-Aufnahme der Faser/Matrixgrenzfläche einer SiC/Supremax-Probe, die bei 600°C belastet wurde

In Voruntersuchungen wurden bei einer Stützweite von 36 mm die Hochtemperaturbiegefestigkeit von drei Chargen mit Supremaxmatrix, die bei unterschiedlichen Preßtemperaturen hergestellt wurden, gemessen (Tab. 16). Da hier nur eine Probe pro Meßpunkt untersucht werden konnte, ist die Aussagekraft der Messungen begrenzt. Festzuhalten ist, daß bei niedrigeren Preßtemperaturen eine Erhöhung der Festigkeit bei 600 °C eintritt. REM-Untersuchungen an der bei 1100 °C hergestellten Probe zeigen einen einzelnen Riß und Pull-out von ca. 10 μm Länge (Abb. 70).

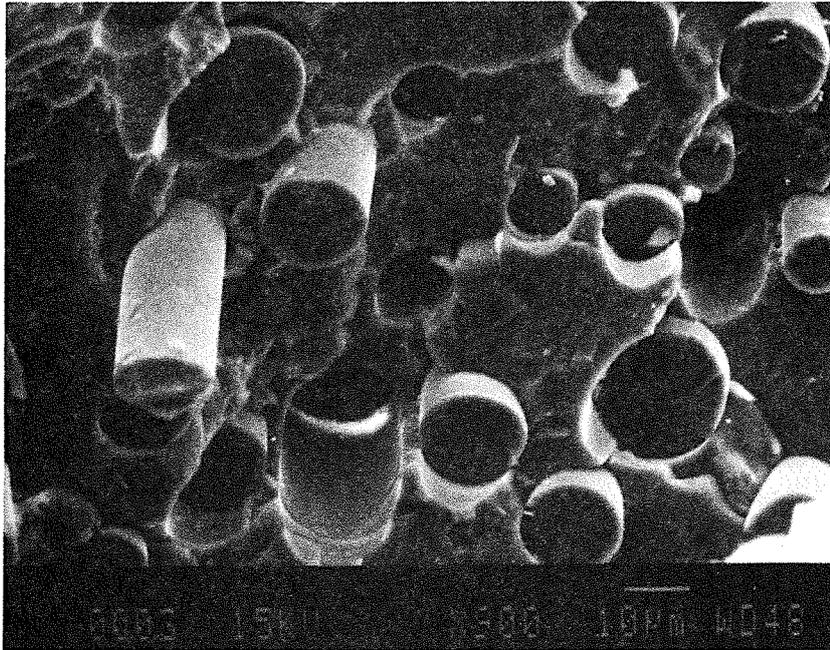


Abb.70: Bruchfläche der Probe SSu1A/4 (Prüftemperatur 600 °C)

Die Bruchenergie nimmt mit zunehmender Temperatur bis 600 °C zu. Hierbei kommt ein wesentlicher Anteil der Zunahme vom σ - ϵ (Abb. 67) Verlauf nach Überschreiten der maximalen Spannung und ist charakteristisch für einen kontrollierten Bruch, der mit Pull-out verbunden ist. Bei 700 °C verzehrt dieser Teil des Bruchs den größten Energieanteil.

Nicalon/"A"-Glas

Die Festigkeit der SiC/"A"-Glas-Proben steigt von ca. 450 MPa bei Raumtemperatur auf ein Plateau zwischen 500 und 600 °C mit Festigkeitswerten von ca 520 MPa. Die Ergebnisse sind in Tabelle 19 aufgeführt. Weder der E-Modul noch die Bruchdehnung zeigen wesentliche Änderungen bis zu der höchsten Prüftemperatur von 600 °C. Die σ - ϵ -Kurven zeigen bei allen Temperaturen das gleiche Verhalten. Die Kurven weichen bei relativ niedrigen Spannungen vom linearen Verlauf ab, zeigen z.T. einen Knick und fallen nach Erreichen der Biegefestigkeit rasch ab. Hier sind keine Anzeichen von kontrolliertem Bruchverlauf zu erkennen. Die Abweichung vom linearen Verlauf ist bei 600 °C nicht wesentlich stärker als bei 400 °C. Es ist anzunehmen, daß bei dieser Prüfreihe T_g nicht überschritten wurde.

Tabelle 19: Ergebnisse der HT-Biegeversuche an SiC/"A"-Glas

Probe	Prüf- temperatur [°C]	σ_B [MPa]	τ_B [MPa]	E [GPa]	ϵ_{cu} [10 ⁻³]
SA1EF	400	481,9	9,6	127,6	4,25
	500	527,9 ± 22,7	10,5 ± 0,5	124,0 ± 2,8	5,0 ± 0,5
	600	517,4	10,7	120,7	4,9

Die REM-Aufnahmen (Abb. 71) zeigen, daß die Rißöffnungen größer sind als bei den anderen Matrices. Die Risse sind weniger verzweigt, so daß zusammenhängende Teile des Verbunds zu sehen sind. Zum Teil ist wieder Pull-out zu sehen (Abb. 72), wobei die Pullout-Längen, wegen fehlender Matrixteile, nicht bestimmt werden können.

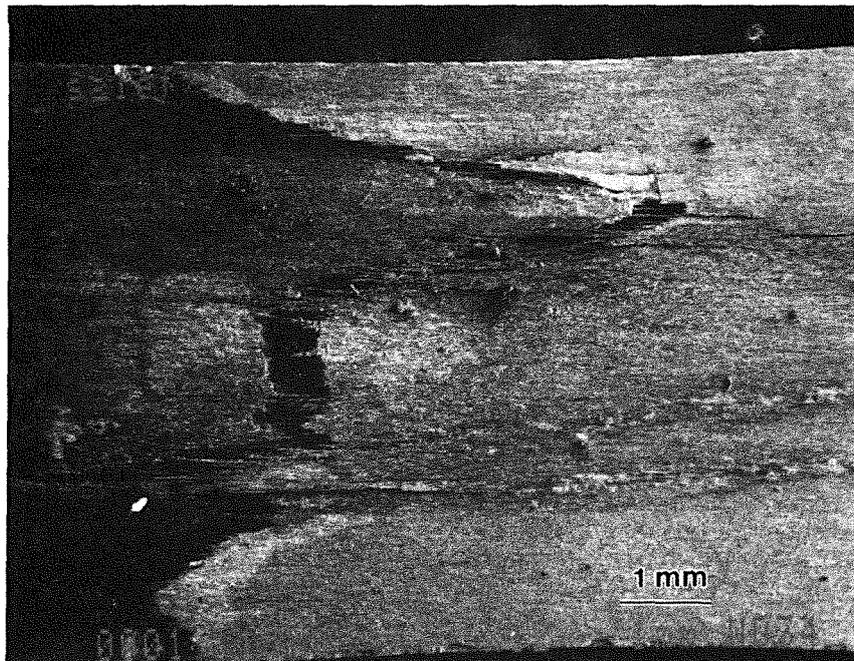


Abb. 71: Bruchfläche der SiC/"A"-Glas-Probe SA 1 EF
(Prüf-temperatur 400°C)

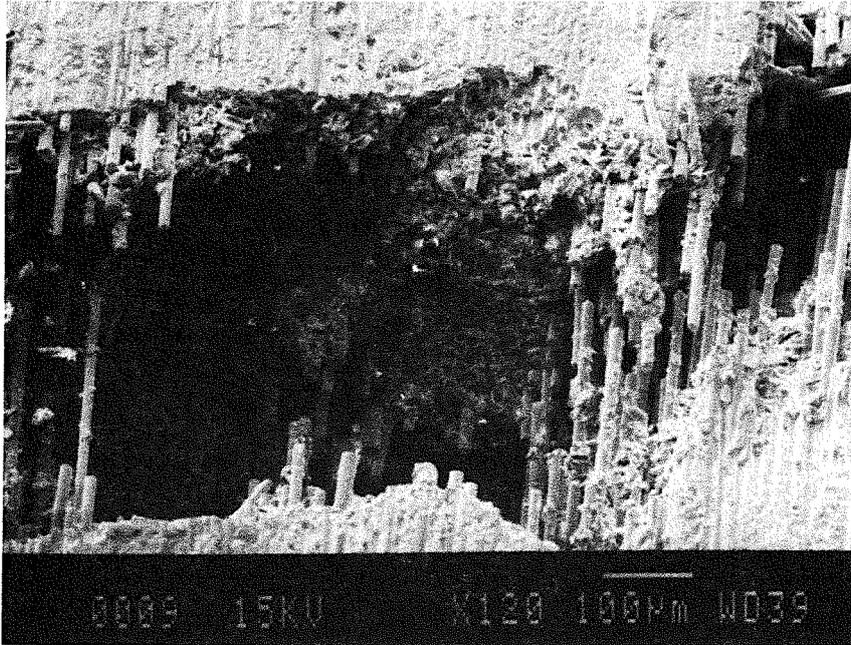


Abb.72: Bruchfläche einer SiC/A-Glas-Probe, die bei 500°C geprüft wurde

5.3.3. Kriechuntersuchungen

Für die Kriechuntersuchungen wurde Nicalon verstärktes Duranglas (SD27AB) ausgewählt. Um das Verhalten der Verbundproben besser zu verstehen, wurden 4-Pkt-Versuche mit sog. Normproben an unverstärktem Glas durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tab. 20 und Tab. 21 sowie Abb. 73 und 74 dargestellt.

Tab.20 : Ergebnisse der Kriechversuche an Nicalon verstärktem Duranglas

Temperatur [°C]	angelegte Spannung [MPa]	Dauer [h]	ϵ_{ges} [10^{-3}]	ϵ_{50} [10^{-3}]	$(d\epsilon/dt)_{\text{min}}$ [1/h]
400	150	53	1,16	1,15	ca. 0
500	150	96	1,47	1,40	$7,5 \cdot 10^{-7}$
600	150	72	2,62	2,48	$5,1 \cdot 10^{-6}$
400	300	117	2,38	2,33	$1,2 \cdot 10^{-7}$
500	300	48	2,83	-	$2,0 \cdot 10^{-6}$
600	300	94	9,27	6,37	$3,1 \cdot 10^{-5}$
600	350	42	16,5	-	$1,3 \cdot 10^{-4}$

Tab. 21: Ergebnisse der Kriechuntersuchungen an unverstärktem Duranglas

Temperatur [°C]	angelegte Spannung [MPa]	Dauer [h]	ϵ_{ges} [10^{-3}]	ϵ_{50} [10^{-3}]	$(d\epsilon/dt)_{\text{min}}$ [1/h]
400	20	66,4	0,80	0,76	$1,5 \cdot 10^{-6}$
	40	71,7	1,88	1,75	$6 \cdot 10^{-6}$
	60	64,4	2,54	2,44	ca. $1 \cdot 10^{-5}$
	80	0,006B	1,3	-	0,218
500	20	66,2	21,21	18,36	$1,9 \cdot 10^{-4}$
	40	32	30	--	$5 \cdot 10^{-4}$
	50	26,4	27,19	--	$7,5 \cdot 10^{-4}$
	60	17,9	30,4	--	$1,2 \cdot 10^{-3}$
550	20	2,95	23,6		$6 \cdot 10^{-3}$
	30	1,51	26,95		$1,3 \cdot 10^{-2}$
	40	1,06	25,25		$1,4 \cdot 10^{-2}$

B - Probenbruch
 ϵ_{ges} - Gesamtdehnung
 ϵ_{50} - Dehnung nach 50h

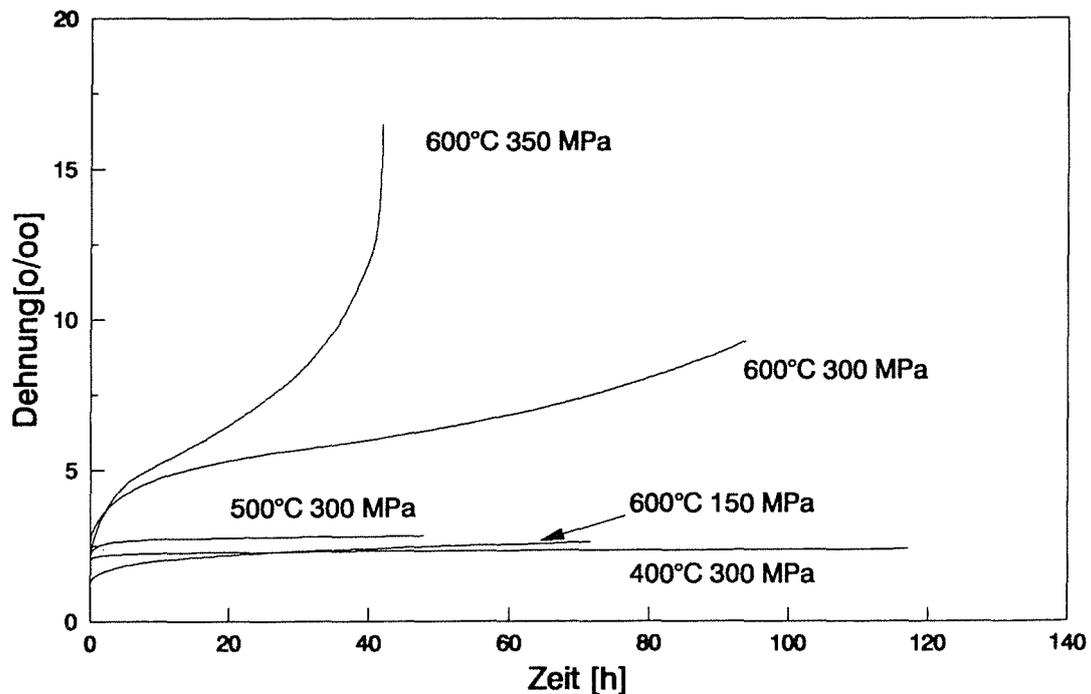


Abb.73: Kriechkurven der Nicalon verstärkten Duranproben

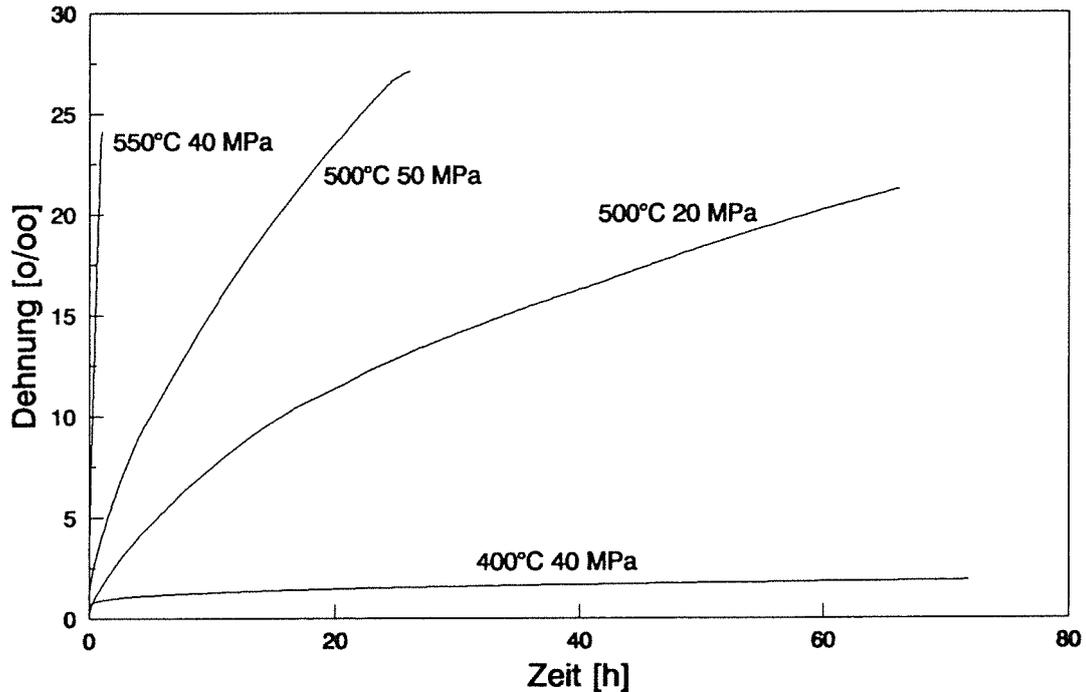


Abb. 74: Kriechkurven der unverstärkten Glasproben

Bei 500 und 550°C wurde die Dehnung der Glasproben durch die Auflager begrenzt, so daß die maximale Dehnung ca. 30 o/oo betrug.

Die Ergebnisse wurden nach verschiedenen Verfahren ausgewertet. Das Verfahren von Cohrt [96] ergab meistens eine gute Anpassung. Hierbei ist die Kriechdehnung gegeben durch :

$$\epsilon = \epsilon_0 + \beta t^M + \dot{\epsilon}_s t \quad (74)$$

wobei ϵ_0 die spontane Dehnung, βt^M das transiente Kriechen und $\dot{\epsilon}_s t$ das stationäre Kriechen charakterisieren.

Für reines Duranglas sind die Ergebnisse einer Anpassung, die mit Hilfe des PC-Programmes SAS erstellt wurden, nach der Gauß-Newton Methode im Anhang Tab.A1 wiedergegeben.

Obwohl bei einigen Kurven die Anpassung negative Parameter ergab, die physikalisch nicht möglich sind, sind einige Schlüsse aus den Ergebnissen zu ziehen. Mit zunehmender Temperatur steigt der Anteil des stationären Kriechens. Bei 550°C deuten die negativen Werte für β darauf hin, daß der Ansatz bei dieser Temperatur nicht gültig ist.

Da hier M nahe 1 ist, scheint ein Ansatz für stationäres Kriechen angebracht. Bei 400°C dagegen ist $\dot{\epsilon}_s$ sehr klein, so daß das Verhalten als reines Übergangskriechen beschrieben werden kann. Bei 500°C sind beide Anteile vorhanden.

Die Probe, die bei 80MPa belastet wurde, zeigte einen fast linearen Verlauf und brach nach kurzer Zeit. Wegen der hohen Spannung kann man davon ausgehen, daß der Dehnungsverlauf durch den Rißfortschritt stark beeinflußt wurde, und daß Verformungsvorgänge nur eine geringe Rolle spielen.

Diese Ergebnisse wurden mit dem folgenden Ansatz für Übergangskriechen ausgewertet :

$$\dot{\epsilon} = A' (t/t_0)^{-C'} \quad (75)$$

$t_0 = \text{Normalisierungsfaktor} = 1\text{h}$

Für die Temperaturen 500 und 550°C wurde auch die "stationäre" Kriechgeschwindigkeit bestimmt.

$$\epsilon = a + \dot{\epsilon}t \quad (76)$$

Die Ergebnisse sind in Tab. A2 dargestellt. Hier wie in den anderen Tabellen sind t_a und t_e die Anfangs- bzw. Endzeit über die die Anpassung vorgenommen wurde.

Hier ist zu erkennen, daß der Exponent C' bei 500 und 550°C annähernd konstant bei $0,3$ bleibt. Bei 400°C hat er seinen größten Wert. Da C' charakteristisch für einzelne Kriechmechanismen ist, weist dies darauf hin, daß zwei Mechanismen bei diesen Temperaturen für die Verformung verantwortlich sind. Beim Vorfaktor A' ist eine deutliche Abhängigkeit, sowohl von der Temperatur als auch der angelegten Spannung zu sehen.

Bei den faserverstärkten Gläsern ist die Kriechdehnung und -geschwindigkeit viel geringer, obwohl die Belastung erheblich höher ist. Dies kann in den Abb.73 und 74 gesehen werden. Die Fehler bei der Anpassung sind größer geworden. Die Anpassung nach Cohrt (Tab.A3) gilt auch nur bedingt. Die Ergebnisse der Auswertung nach Gl. 75 und 76 sind in Tab. A4 wiedergegeben. Für die Prüftemperaturen 400 und 500°C sind die stationären Kriechgeschwindigkeiten gleich Null. Bei allen Temperaturen ist der Exponent M klein. Ein Wert von Null ist charakteristisch für sog. logarithmisches

Kriechen, d.h. die Kriechdehnung kann in folgender Form angegeben werden :

$$\epsilon(t) = A \ln(t/t_0) + B \quad (77)$$

Die Darstellung der Ergebnisse in dieser Form zeigt Abb.75, vor allem bei niedrigen Temperaturen ergibt sich eine gute Anpassung (Tab. A5)

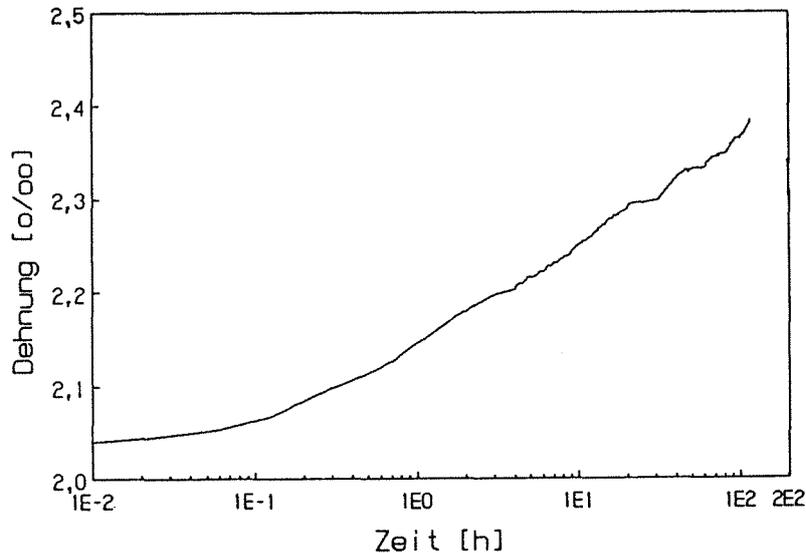


Abb.75: Darstellung der Kriechkurve in Form von ϵ gegen $\ln(t/t_0)$ am Beispiel einer verstärkten Probe, die bei 400°C und 300 MPa belastet wurde

Man sieht, daß der Faktor A von der Temperatur und der Spannung abhängig ist. Der Faktor B ist nicht gleich der spontanen Dehnung, da bei $t < t_0$ $\ln(t/t_0)$ negativ ist. Er gibt die Dehnung bei $t = t_0 = 1h$ an und wird bei den kleinen Kriechgeschwindigkeiten hauptsächlich von der spontanen Dehnung bestimmt. Dies sieht man daran, daß bei konstanter Spannung B nur wenig mit zunehmender Temperatur steigt. Da der E-Modul mit zunehmender Temperatur abnimmt, ist dies zu erwarten. Da bei $t=0$ die Funktion undefiniert ist, kann sie nicht bei kleinen Kriechdauern ($t \ll t_0$) angewendet werden.

Fraktographische Untersuchungen

An der Oberfläche der Probe, die fast bis zum Bruch bei 600°C und 350 MPa belastet wurde, sind sowohl Faser- als auch Matrixrisse zu erkennen (Abb. 76). Die Oberfläche hat ein viel rauheres Aussehen als bei den nur kurzzeitig bei höherer Temperatur belasteten Proben. Man sieht auch eine helle Schicht auf der Probe nach dem Versuch. Sie wird möglicherweise durch Oxidation der Fasern verursacht. Zu beobachten sind auch Matrixrisse, die parallel zu den Fasern verlaufen.

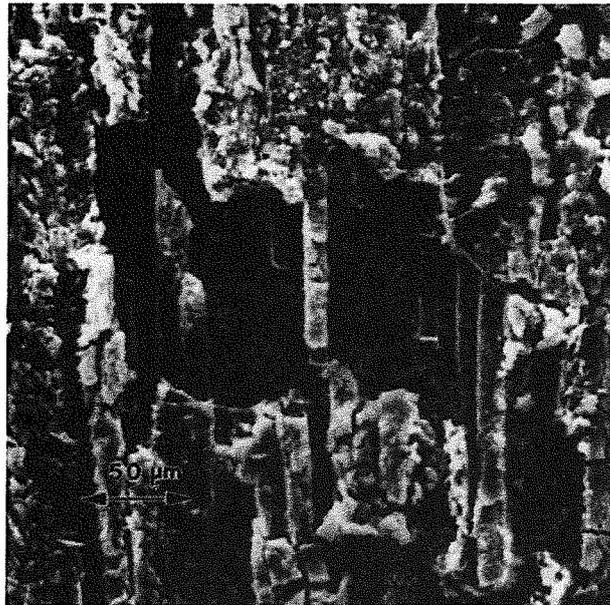


Abb. 76: REM-Aufnahme der Oberfläche der Probe SD27AB17 nach Kriechen bei 600°C und 350MPa

Die Fasern, die nicht direkt an der Oberfläche liegen, zeigen einen glasartigen Überzug (Abb. 77). Bei der Probe, die bei 400°C und 300MPa belastet wurde, konnte die Bildung eines solchen Überzugs beobachtet werden. Durch hochauflösende Augerelektrovenspektroskopie (HRAES) konnte gezeigt werden, daß der Überzug aus den Matrixelementen besteht [97]. Es liegt nahe zu vermuten, daß die Grenzflächenfestigkeit durch chemische Reaktionen steigt. Nach der Methode von Marshall wurde τ für eine unbelastete Probe zu $35,5 \pm 10,0$ MPa, nach Kriechversuchen bei 400°C und 150 MPa zu $57,4 \pm 32,0$ MPa und bei 600°C/150 MPa zu $42,0 \pm 12,5$ MPa bestimmt. Dies bedeutet, daß ein Effekt am ehesten bei der niedrigeren Kriechtemperatur vorhanden ist.

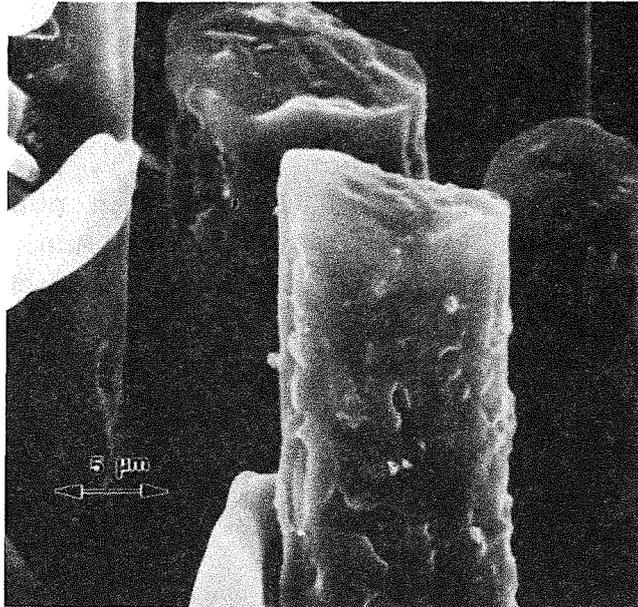


Abb.77: Faseroberflächen nach Kriechen in der gleichen Probe wie Abb.76

5.4. Zugversuche

Versuche wurden an verschiedenen Chargen aus SiC/Duran und an Proben der Platte NSW130 (SiC/Supremax) durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tab.22 wiedergegeben.

Tab.22 : Ergebnisse der Zugversuche

Probe	σ_t [MPa]	σ_K [MPa]	E [GPa]	ϵ_{Cu} [o/oo]
SD17D2	491±52	-	139,2±2,9	3,59±0,32
SD27AB	418±23	-	129,7±9,2	3,30±0,17
	455±12	-	117,5±5,1	3,8±0,33
SD109	333±20	297,3±34	120,4±4,4	2,93±0,33
NSW130	427±36	-	141,0±23,8	4,99±1,06

Die Zugfestigkeit liegt unterhalb der Biegefestigkeit. Bei den Duranproben wird die Reihenfolge der Festigkeiten auch im Zugversuch beibehalten. NSW130 und SD27AB, die fast die gleichen Festigkeiten aufweisen, haben auch sehr ähnliche Biegefestigkeiten. Die E-Moduln sind den in den Biegeversuchen gemessenen ähnlich.

Im Gegensatz zu den Biegeversuchen zeigen alle Qualitäten ein ziemlich sprödes Bruchverhalten. Die Spannungs-Dehnungsverläufe (Abb. 78) der Duranproben sind fast immer linear bis zum Bruch. In manchen Fällen (vor allem SD109) ist ein Knick in der Kurve festzustellen, bei anderen ist dies nur als Abweichung von linearem Verhalten zu beobachten. Bei NSW130 ist das Spannungs-Dehnungsverhalten ganz anders. Wie in Abb. 78 ersichtlich, ist ein größerer linearer Bereich nicht vorhanden. Da dieser Bereich sehr klein ist, ist die Bestimmung des E-Moduls mit geringerer Genauigkeit verbunden als bei den Duranproben. Dies ist ein Grund für die hohe Abweichung der Werte. Der zweite Grund dürfte die große Inhomogenität der Faserverteilung in dieser Probenvariante sein. (vgl. Kap 3.4.).

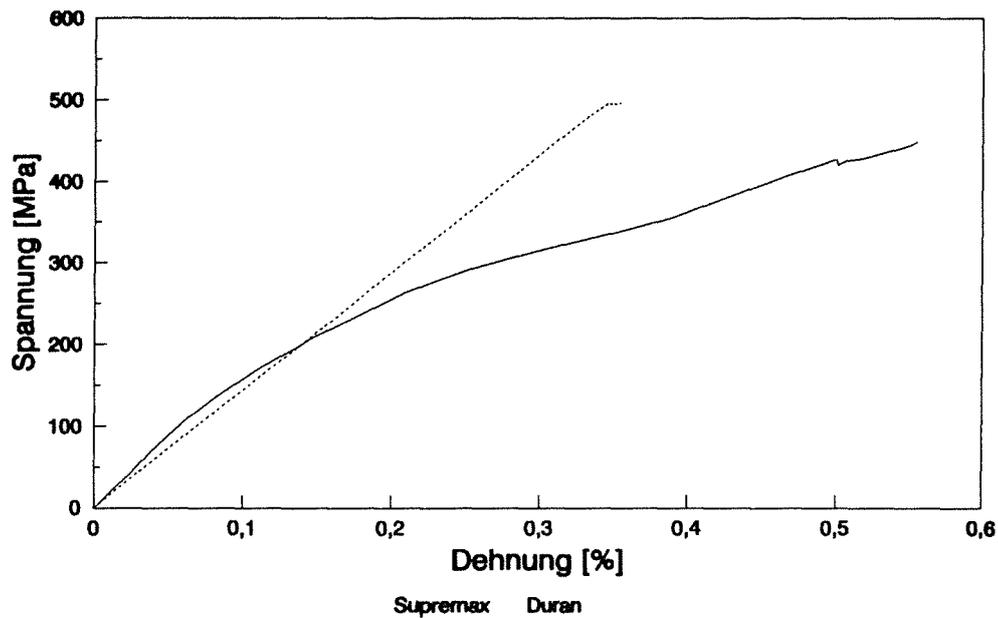


Abb. 78: Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Kurve von Nicalon-Duran und Nicalon-Supremax im Zugversuch

Versagen der Nicalon/Duran-Zugproben

Die Bruchart der Proben SD17D2 und SD27AB ist, wie in Kap 4.1. beschrieben, durch Längsrisse in Faserrichtung bestimmt. Wie in Abb. 39, Kap. 4 zu sehen ist, gehen diese Risse von zwei Stellen in der Mitte der Proben aus. Sie laufen durch die ganze Länge der Proben bis in den Einspannbereich. Da sie durch die ganze Tiefe der Proben laufen, kann ein Versagen wegen erhöhten Scherspannungen durch die Einspannung ausgeschlossen werden. Die noch intakten Stränge brechen dann in und nahe den Einspannbereichen.

Bei SD109 wurde dieses Verhalten nur vereinzelt beobachtet. Die Proben brachen oft in der Ebene, in der die Aufleimer endeten. An den Proben, die durch Delamination brachen, konnte vor allem an den Probenrändern mit dem REM begrenzt Pullout festgestellt werden (Abb. 79).

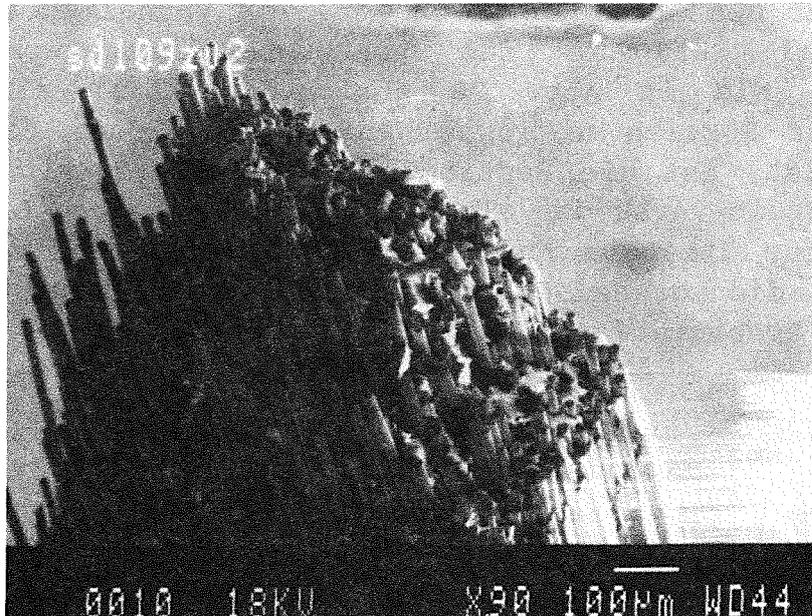


Abb. 79 : Pullout bei einer SD109-Zugprobe

Versagen der Nicalon/Supremax-Zugproben

Bei NSW 130 ist Pullout über die ganze Bruchfläche zu sehen (Abb. 80). Man sieht Fasern, die direkt an der Matrixrißebene gebrochen sind, und andere, die ca. 100 μm aus der Ebene heraus ragen. Im REM sieht man auch die Ansätze von Delaminationsrissen, die der Bruchfläche ein leicht stufenartiges Aussehen geben (Abb.81).

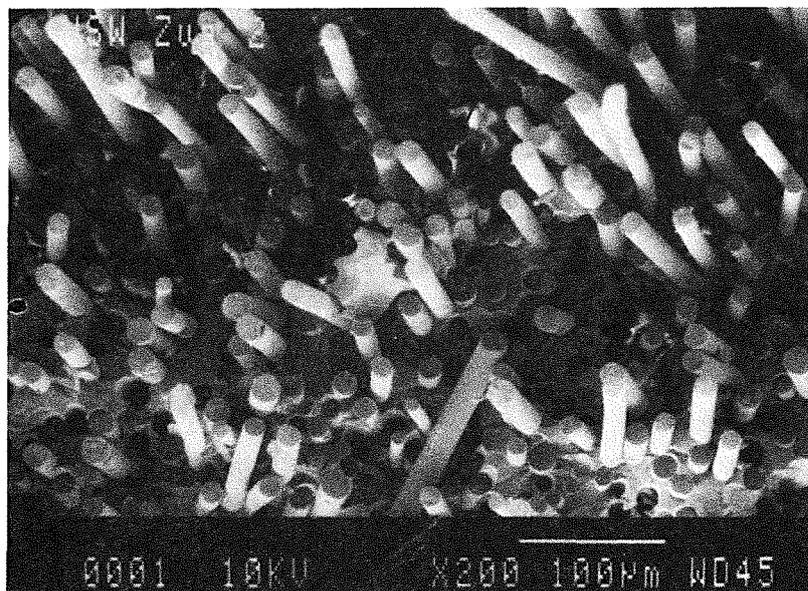


Abb. 80: Pullout bei einer NSW130-Zugprobe

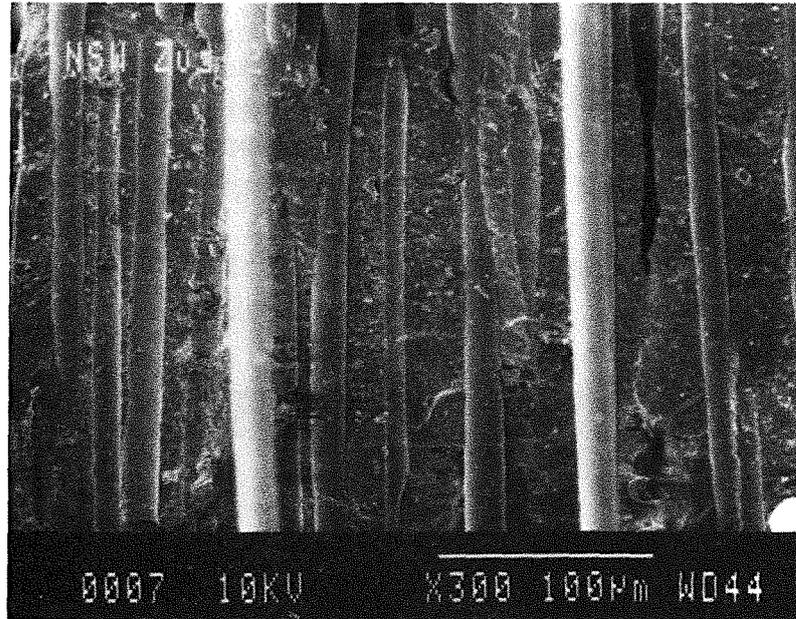


Abb. 81: Delaminationsrißfläche in der NSW 130 Probe

Hier ist zu erkennen, daß der Riß ziemlich eben verläuft. Man kann zwischen den glatten Faserabdrücken und dem rauheren Verlauf durch die Matrix unterscheiden.

Unterbrochene Versuche

a) Nicalon/Duran

Ähnlich wie bei den Biegeversuchen wurden auch unterbrochene Zugversuche an Proben der Platten SD17D2, SD109 und NSW130 durchgeführt. Bei den verstärkten Duranproben war, im Vergleich zu den Biegeproben, wenig Schädigung vor dem Bruch festzustellen. Dies wird durch die niedrige Summe der Schallemissionsereignisse (siehe Kap. 5.4.) bestätigt. Bei SD17D2 wurde die erste Schallemission bei 325 MPa festgestellt, es wurde aber keine sichtbare Schädigung bis 450 MPa beobachtet. Wenn Schädigung auftrat, war sie mit erhöhter Schallemission verbunden. Hierbei konnten vereinzelt Mikrorisse in der Matrix gesehen werden, die manchmal mehrfach auftraten. Bis 550 MPa ist die Mikrorißdichte nur geringfügig angestiegen. Einige Faserrisse waren aber zu sehen. Nach Belastung um weitere 10 MPa, konnte vereinzelt Faserablösung beobachtet werden. In einem neuen Belastungszyklus brachen die Proben durch Delamination bereits bei 403 MPa. Hinter der Bruchfläche auf der polierten Seite konnten lokal viele Matrixrisse gesehen werden, die entweder durch lokale Spannungsüberhöhungen während des Versagens oder durch dynamische Effekte verursacht wurden.

Eine SD109-Probe wurde in kleineren Schritten belastet. Die erste SE wurde bei 150 MPa aufgenommen. Der erste sichtbare Schaden, ausgehend von Fehlern, die durch das Schleifen eingebracht wurden, konnte bei 250 MPa festgestellt werden. Bei 290 MPa stieg der Schädigungsgrad erheblich. Es sind mehrfach Ribbildung in der Matrix zu erkennen, die z.T. regelmäßig, siehe Abb. 82, und z.T. unregelmäßig verlaufen, d.h. schräg zu den Fasern mit Ribverzweigung (Abb. 83).

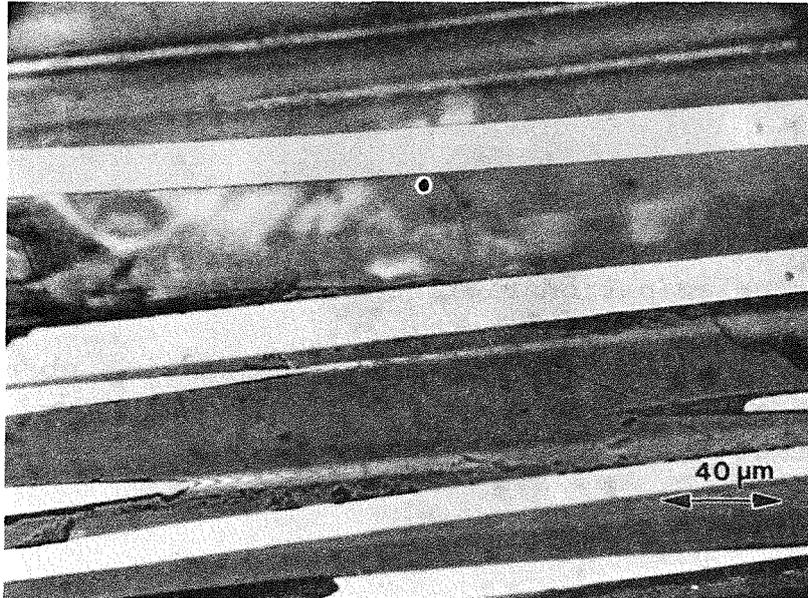


Abb. 82 : Regelmäßige Mikrorißbildung bei SD109 - 292 MPa

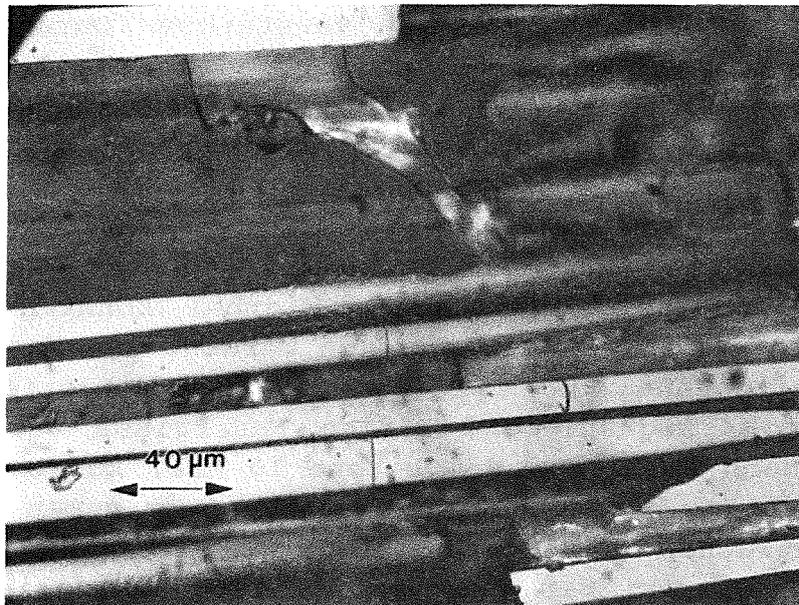


Abb. 83 : Schräge, verzweigte Mikrorisse in der gleichen Probe bei der gleichen Spannung

Zusätzlich dazu sind Risse parallel zu den Fasern zu sehen, die oft von einer Faser ausgehen, die nach unten aus dem Oberflächenbereich verläuft. Deutlich erkennbar sind auch Faserbruch und Ablösung der gebrochenen Faser aus der Oberfläche heraus. Dieses Verhalten setzt sich mit zunehmender Belastung fort. Bei 330MPa werden größere Stücke Matrix aus dem Verbund gebrochen. Die geschädigten Zonen nehmen in ihrer Ausdehnung zu. Bei noch höheren Spannungen ergeben sich keine neuen Schädigungsmechanismen. Der Anteil an longitudinalen Rissen wird allmählich größer. Der Bruch durch Delaminations- und Normalrisse geschah bei 374 MPa, ca. 10 MPa weniger als bei der vorhergehenden Belastung. Weit hinter der Bruchfläche ist die Schädigung noch sehr lokal. Der makroskopische Riß bildet sich durch transversale, longitudinale Risse in der Matrix und Faserbrüche

Erst jetzt sieht man in großen Gebieten die weitläufige Bildung von Mikrorißreihen (Abb. 84).

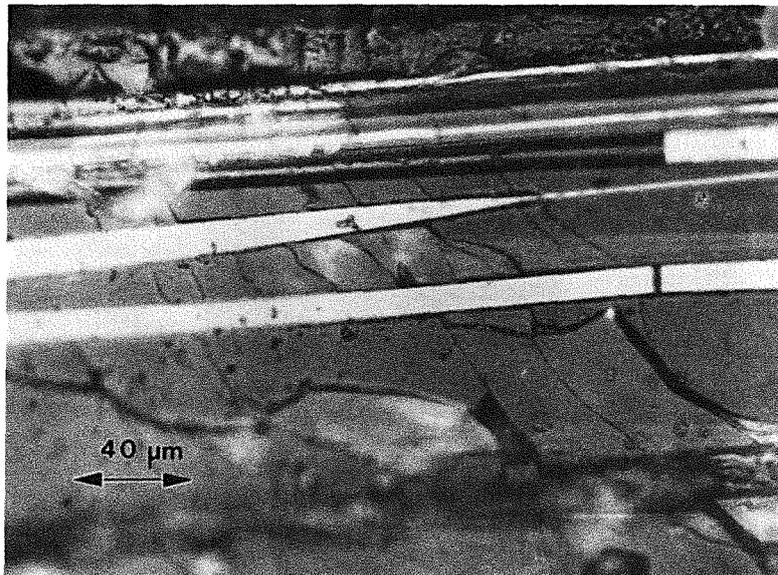


Abb. 84: Matrixrisse in gebrochener SD109-Probe

b) Nicalon/Supremax

Bei Nicalon verstärktem Supremaxglas (NSW130) ist, wie aus dem Spannungs-Dehnungsverhalten zu erwarten, der Schädigungsverlauf deutlich anders. Die erste Schädigung war bei 135 MPa zu beobachten. Hier waren vereinzelt Matrixmikrorisse und Faserbrüche zu sehen. Bei 180 MPa haben sich die Matrixmikrorisse ausgeweitet. Die einzelnen Risse laufen über mehrere Faserabstände, normal zur angelegten Kraft.

Die Fasern bewirken z.T. eine Ablenkung der Risse aus ihrer ursprünglichen Ebene. Hiermit verbunden sind auch einzelne Faserbrüche (Abb. 85).

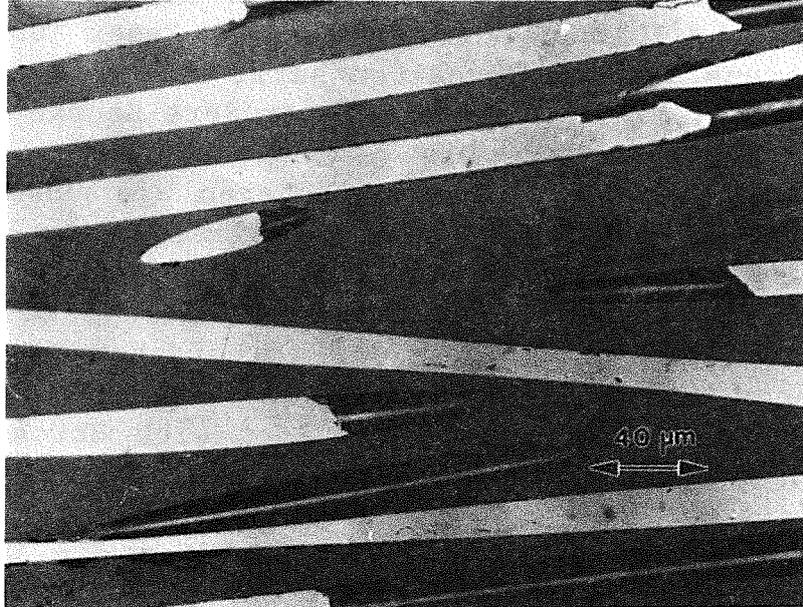


Abb. 85: Matrixrisse und Faserbrüche bei einer Belastung von 180 MPa in einer NSW130 Probe

Bei 220 MPa sind Reihen von solchen Matrixrissen zu erkennen (Abb. 86).



Abb. 86: Reihe von Matrixrissen in der gleichen Probe wie Abb. 85 bei 220 MPa

Unter weiterer Belastung bis 245 MPa haben sich diese Reihen von Mikrorissen über die ganze Probe ausgebreitet.

Es kommt auch zum ersten Ausbrechen von Matrixstücken. Bei 305 MPa ist die Anzahl von Faserbrüchen gestiegen. Man sieht Matrixrisse, deren Abstände deutlich unterhalb der Durchschnittswerte liegen. Bei einer Belastung von 336 MPa ist dieses Verhalten stärker ausgeprägt. Außer diesen Rissen mit kleinem Abstand sind auch Rißverzweigungen festzustellen (Abb.87). Man sieht auch deutlich die Ablösung der gebrochenen Fasern aus dem Verbund. Hierbei ist zu bemerken, daß die Bruchflächen z.T. nicht gerade sondern stufenartig verlaufen.

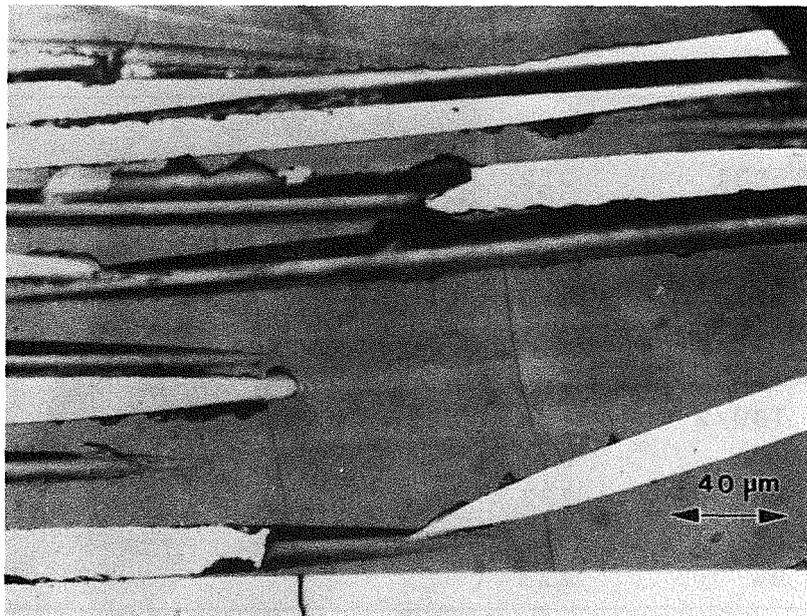


Abb. 87: Rißverzweigung und Faserablösung in der obigen Probe bei Belastung mit 336 MPa

Bei der maximalen Spannung von 336 MPa ist diese Rißstruktur weiterentwickelt. Bei einer weiteren Belastung versagen die Proben schon bei 320 MPa.

5.5 Schallemissionsanalyse

Der erste Parameter, der von der SEA gewonnen werden kann, ist die Spannung, bei der die SE beginnt. Die ermittelten Spannungen sind in Tab. 23 dargestellt.

Tab. 23: Spannung beim Einsetzen der Schallemission für verschiedene Proben

<u>Biegeversuch</u>		<u>Zugversuch</u>	
Probe	σ_{SE} [MPa]	Probe	σ_{SE} [MPa]
SD16E31	312	SD17-Z1	332
SD17B2A	253	Z3	181
B1	233	Z4	188
B2	212	ZU1	255
B4	229	ZU2	347
NSW130/1	120	SD109ZU1	130
130/2	170	NSW130	168
CD8BU1	298		
BU2	123		
B2	212		
B4	229		

Bei der Probe CD8BU2 ($\sigma_{SE}=123\text{MPa}$) im unterbrochenen Biegeversuch tritt bei der zweiten und dritten Belastung SE sehr früh auf. Nach einer Spitze im Diagramm Ereignisrate über Zeit bleibt die Schallemissionsrate klein bis zum Ende des Versuchs, wo sie wieder deutlich zunimmt. Dieses Verhalten ist charakteristisch für Proben, die schon beschädigt sind, und wird meistens in Proben beobachtet, die bei höheren Spannungsniveaus im Bereich der Knickspannung σ_K Delaminationen vorweisen, so daß ein Wert von 220-230MPa für σ_{SE} für CD8 im Biegeversuch realistisch zu sein scheint.

Zugversuche an Faserbündeln

Bei den Zugversuchen an Nicalonfasern (600 Einzelfilamente pro Bündel) und den T-800 C-Faserbündeln (6000 Einzelfilamente/Bündel) konnten in den Amplituden- und Energieverteilungen zwei Bereiche festgestellt werden (Abb. 88).

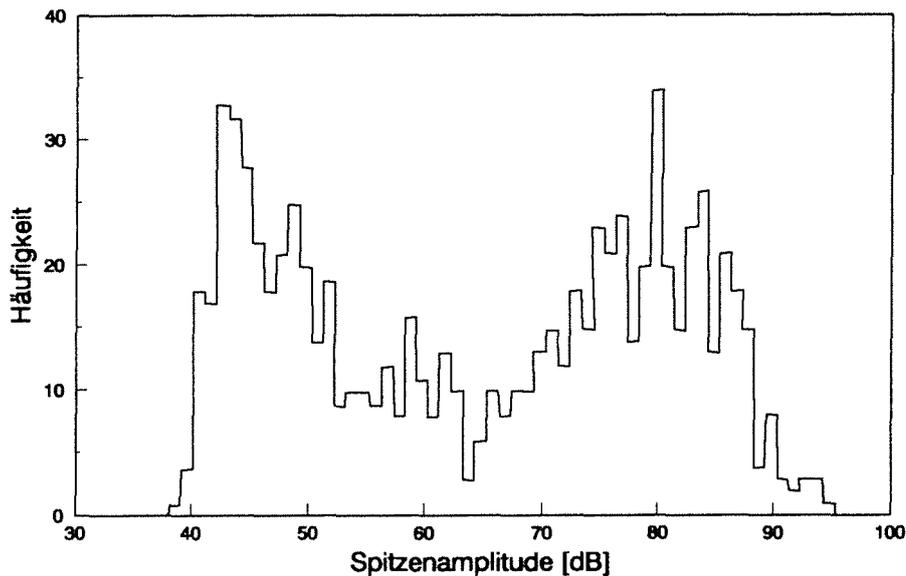


Abb. 88: SE-Amplitudenverteilung für Nicalonfasern

Hier sind zwei Bereiche zu erkennen. Die Ereignisse mit einer Amplitude von über 63dB können dem Faserbruch zugeordnet werden. Die Ereignisse mit kleineren Amplituden entstehen wahrscheinlich an der Klebestelle, an der die Faserbündel in einen Kontaktrahmen geklebt wurden. Nach dem Versuch war bei beiden Fasertypen zu erkennen, daß zahlreiche Fasern aus der Klebestelle herausgezogen wurden. Zusätzlich kann die Reflektion von Schallwellen an den Klebestellen nicht ausgeschlossen werden. Die logarithmisch aufgetragene Kurve der Summenhäufigkeit ist stark gekrümmt (Abb. 89). Dies zeigt, daß die Verteilung dem Potenzgesetz (Gl. 53) von Pollock [70] nicht entspricht.

Im allgemeinen sind die SE-Charakteristiken der zwei Fasertypen sehr ähnlich. Die C-Fasern haben geringfügig höhere Amplitudenwerte bis maximal 95dB als die Nicalonfasern (bis 88dB). Dies ist zu erwarten, da die C-Fasern die höhere Festigkeit haben. Die Anzahl der Ereignisse, die sich Faserbrüchen zuordnen lassen, ist bei allen Versuchen geringer als die Faserzahl. Dies wird durch zeitliche Überlagerung der Schallemission mehrerer Faserbrüche, bedingt durch die bei diesen hohen Amplituden sehr lange Ereignisdauer von $200\mu\text{s}$ bis $2000\mu\text{s}$, verursacht. Dieser Effekt ist bei den C-Fasern sehr viel stärker ausgeprägt, da dort durch die im Gegensatz zu den Nicalon-Faserbündeln größere Faserzahl die Wahrscheinlichkeit einer Überlagerung einzelner Ereignisse größer wird.

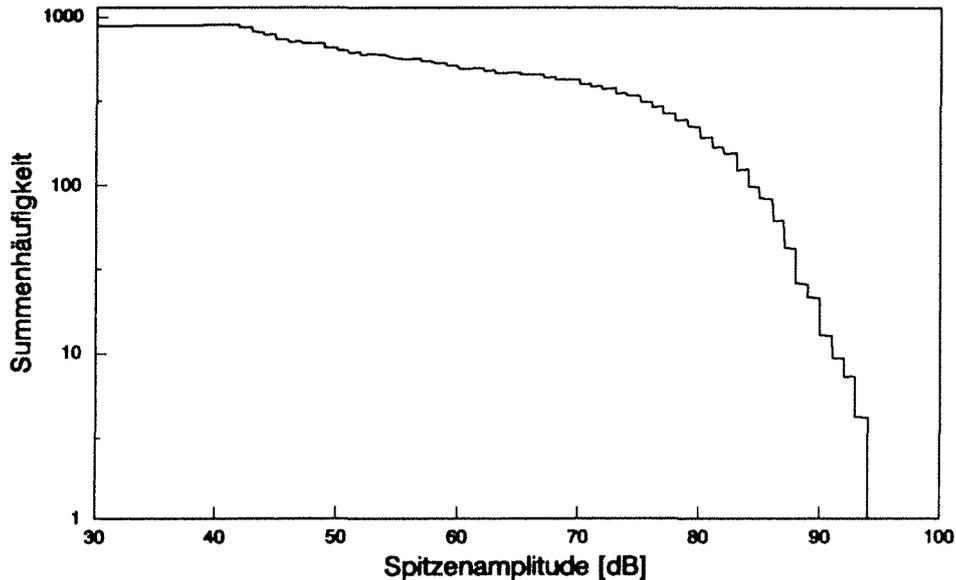


Abb. 89: Summenhäufigkeitsverteilung der Amplitude für einen Zugversuch an einem Nicalonfaserbündel

Bei diesen Versuchen wurden auch Last-Weg Diagramme aufgenommen. Aus diesen Kurven kann nach Chi [94] die Weibullverteilung der Fasern und daraus der Skalierungsfaktor σ_0 und der Weibullmodul m wie in Kap. 4 (Gl. 59 und 61) gewonnen werden. Die Ergebnisse sind in Tab. 24 wiedergegeben.

Tab. 24: Weibullparameter der untersuchten Fasern

Fasertyp	σ_0 [MPa]	m
T-800	3750	3,6
Nicalon	2300	3,3

Die Werte stimmen für die Nicalon-Faser mit den in der Literatur berichteten Werten überein (s. Kap. 2.2). Die gemessene Festigkeit der C-Faser liegt aber deutlich unterhalb der von dem Hersteller angegebenen Wert von 5490 MPa.

Kleinlasthärteeindrücke

Diese Methode wurde gewählt, um in Duranglasstäbchen Risse zu erzeugen und somit Matrixrißbildung zu simulieren. Das Glas wurde mit einem Vickersdiamant bei Lasten von 2, 3, 5 und 10 N belastet.

Obwohl einzelne SE-Ereignisse sich mit der Bildung einzelner Risse nicht korrelieren lassen, konnte eine Abhängigkeit der Amplitude von der Rißlänge festgestellt werden. Bei Amplituden von weniger als 50 dB lag die Rißlänge zwischen 1 und 5 μm , zwischen 50 und 60 dB bei 5 bis 20 μm und über 60 dB bei über 20 μm . Daher ist bei Matrixrißbildung in den Verbundwerkstoffen mit kleinen bis mittleren Amplituden zu rechnen.

Wegen der unterschiedlichen Übertragung der Schallwellen im massivem Glas und im Verbund ergibt eine weitergehende Analyse der Daten im Fall der Kleinlasthärtemessungen keine weiteren Aufschlüsse.

Arcanversuche an Nicalon/Duran (SD17)

Wie in Kap. 3.2 berichtet, tritt fast ausschließlich Scherversagen in Form von Delaminationen bei dieser Versuchsart auf. Daher sollte die SE-Charakteristik dieser Versagensart mit diesem Versuch gut festzustellen sein. Bei zwei gültigen Versuchen und einem, bei dem die Probe an der Klebefläche versagte, wurde die SE aufgenommen.

Die Aufnahme geschah mit einem MAC 175-Sensor und einem Filter, der nur Ereignisse, die länger als 3 μs waren, zuließ. Bis zur maximalen Last wurde nur sehr wenig SE registriert, dann erfolgte ein scharfer Peak (Abb. 90)

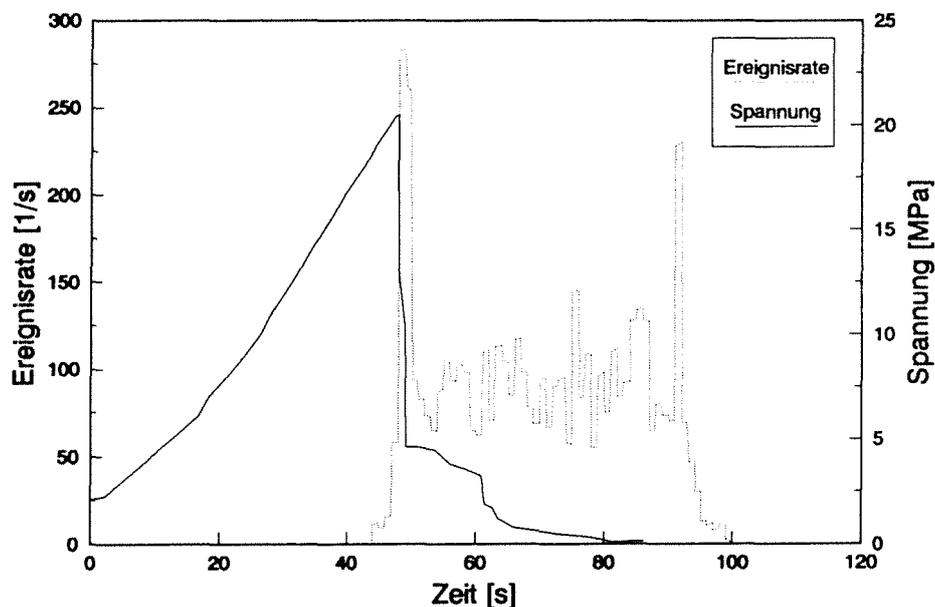


Abb. 90: Ereignisrate und Spannung gegen Zeit für Arcanversuch an SD17

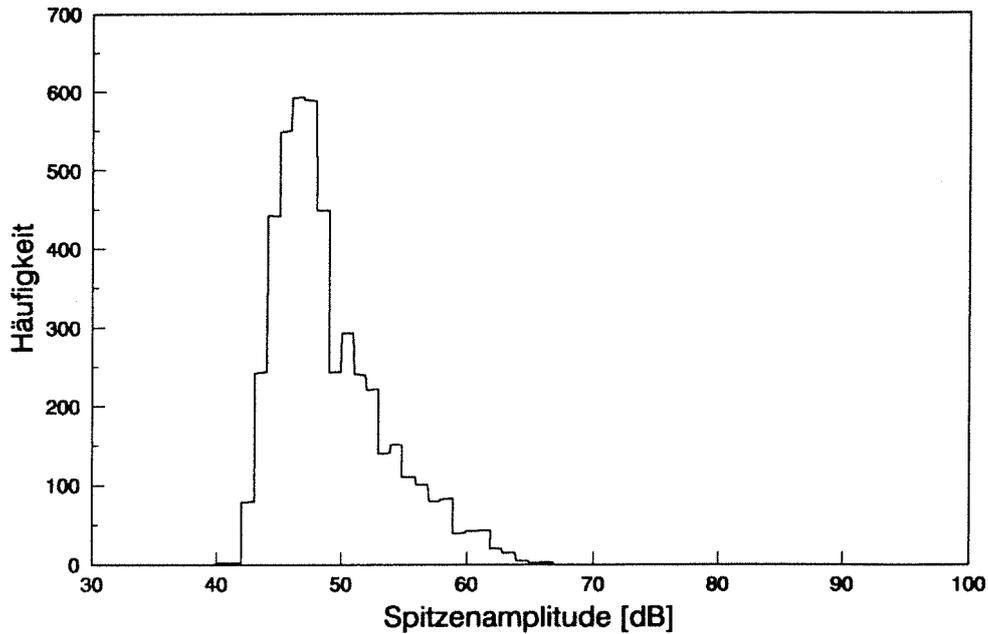


Abb. 91: Amplitudenverteilung für den Versuch in Abb. 90

Die Amplitudenverteilung (Abb. 91) ist sehr eng. Hier liegen Werte zwischen 40 und 65dB vor. Bei der logarithmischen Auftragung der Summenhäufigkeit (Abb. 92) sind einzelne Ereignisse mit der Amplitude bis 82 dB zu verzeichnen.

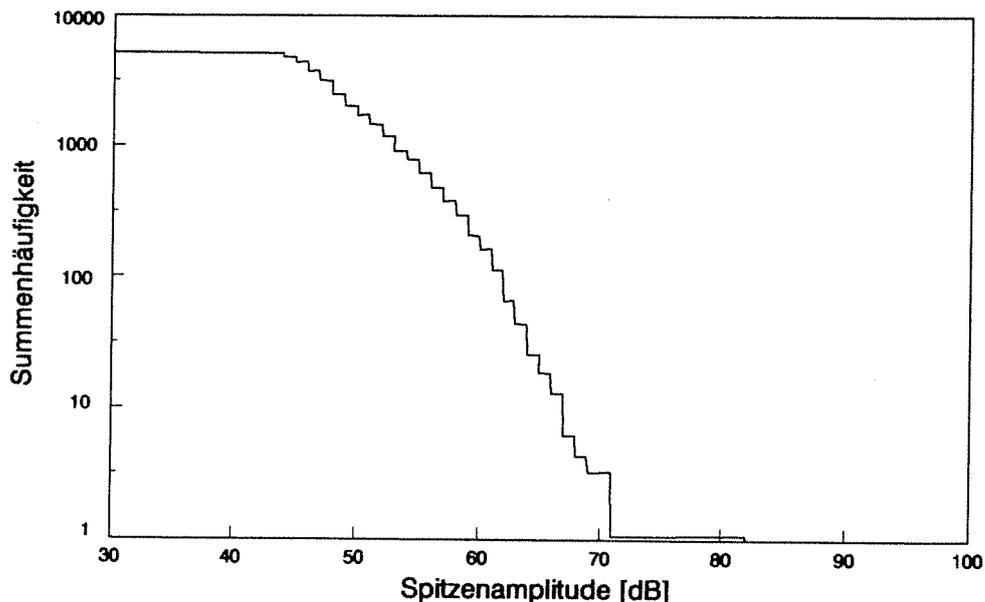


Abb. 92: Summenhäufigkeitsverteilung der Amplitude für den Versuch in Abb. 90

Hier sind zwei Geraden zu erkennen; im Bereich 45-53dB nimmt der Exponent b' des Potenzgesetzes (Gl. 54) Werte

zwischen 1,4 und 1,6 an; im Bereich 54-60dB hat er Werte von 2,3 bis 2,4. Die zwei Geraden deuten auf zwei verschiedene Mechanismen bei diesem Versagen hin. Dies ist auch zu erwarten, da der Scherbruch durch Ablösung der Faser-Matrix Grenzfläche und durch Risse durch die Matrix verursacht wird. Das Fehlen von Ereignissen mit höherer Amplitude, zeigt, daß kaum Faserbrüche auftreten. Die Energieverteilung ist wiederum sehr breit mit Werten von 40 bis 107 Einheiten. Das Maximum liegt bei 67 mit einer zweiten, fast genau so großen Spitze, bei 70. Die Breite der Verteilung muß von der Ereignisdauer verursacht werden, da die Amplitudenverteilung eng ist.

Biegeversuche

Nicalon/Duran

Es wurde die Schallemission bei zwei unterbrochenen Versuchen an den Proben SD16E3/1 und SD17B3, sowie an einer zweiten SD17 Probe ohne Unterbrechung gemessen.

Bei dem unterbrochenen Versuch an der SD17 Probe waren bei der ersten Belastung Faserbrüche zu sehen. Diese waren auch an den Amplituden- und Energieverteilungen zu erkennen, in denen hohe Werte auftreten (Abb. 93).

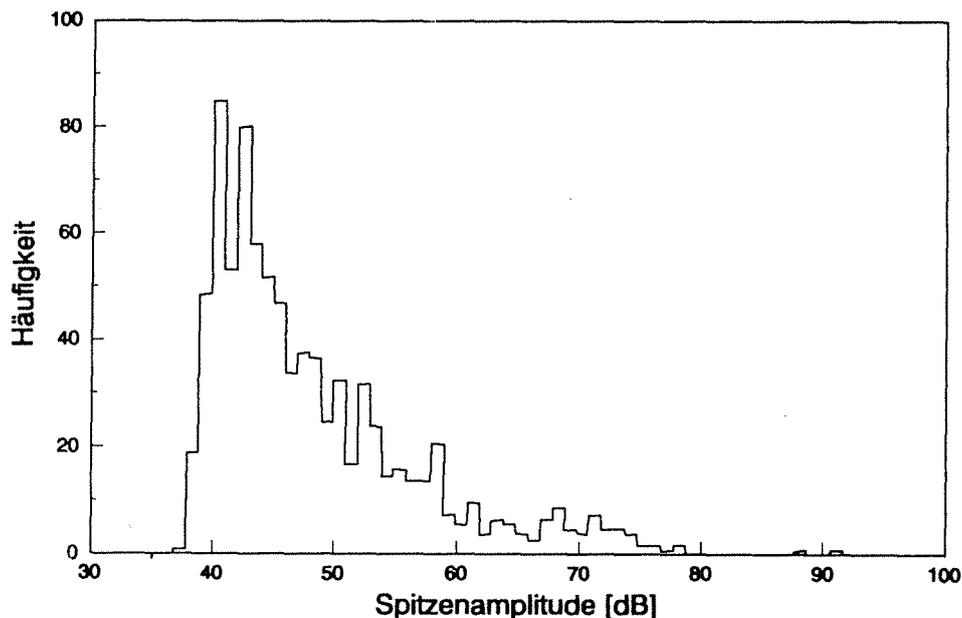


Abb. 93: Amplitudenverteilung vom unterbrochenen Biegeversuch an einer SD17 Probe (1. Belastung bis ca.550 MPa)

Bei der zweiten und dritten Belastung sind die Anteile der Faserbrüche deutlich zurückgegangen. Diese frühzeitigen Faserbrüche sind durch die Vorbereitung der Probe zu erklären. Während des Abtrennens und Polierens der Probe werden Fasern angeschnitten und so geschwächt, daß sie bei niedrigen Lasten brechen. Bei den anderen Proben dieses Systems wurden Faserbrüche bei niedrigen Lasten nicht beobachtet, so daß die Ursache eher beim Schleifen und Polieren der Probe zu suchen ist.

Die Steigung der Summenhäufigkeitsverteilung der Spitzenamplituden, ausgedrückt als der Exponent b' des Potenzgesetzes (Gl. 54) nach Pollock [70], gibt einige Aufschlüsse. Die Werte für SD17B3 sind in Tab. 25 angegeben.

Tab. 25: b' -Werte für den unterbrochenen Biegeversuch an SD17B3

Belastung	σ_{\max} [MPa]	Bereich [dB]	b'	Bereich [dB]	b'
1	546	40-59	0,9	-	-
2	598	42-59	1,0	56-69	1,31
3	645	41-51	1,29	51-57	2,09
4	649	43-63	0,65		
5	744	42-62	0,80		
6	779	42-68	0,45		

Die entsprechenden Werte für SD16E3 sind in Tab. 26 angegeben.

Tab. 26: b' -Werte für den unterbrochenen Biegeversuch an SD16E3

Belastung	σ_{\max} [MPa]	Bereich [dB]	b'	Bereich [dB]	b'
1	379	41-52	0,9	52-59	1,25
2	507	43-53	0,6	53-59	1,5
3	625	43-55	1,33	55-65	2,06
4	710	44-56	0,8	59-73	2,44
5	856 Bruch	43-60	0,73	-	-
6	bis Versuchsende	46-69	1,03	-	-

Bei den ersten zwei Belastungen liegt das Maximum der Amplitudenverteilung bei 43-44dB. Bei den nachfolgenden Belastungen dagegen bei 45-46dB. Nach dem Bruch liegt es wieder bei 44dB. Die Energieverteilung zeigt einen scharfen Peak bei 41 Einheiten, der auch für die ersten drei Belastungen das Maximum ist. Mit zunehmender Last nimmt die Höhe des zweiten Teils der Verteilung zu. Bei der vierten Belastung hat die Verteilung ihr Maximum bei 66 Einheiten. Hier wurde Delamination auf der Zugseite beobachtet. Hierbei stimmt der b' -Wert des Bereichs mit der höchsten Amplitude mit dem der Arcan-Versuche überein. Bei der fünften und sechsten Belastung liegt das Energiemaximum bei 43.

Bei der ersten Belastung von SD17B3 ist nur eine Gerade zu erkennen, bei SD16E3 sind es zwei. Dies könnte darauf hindeuten, daß der eine Mechanismus zuerst einsetzt. Insgesamt ändern sich die b' -Werte in den beiden Bereichen laufend. Dies hängt mit dem Anteil von Ereignissen mit hoher Amplitude, sprich Faserbrüchen, zusammen. Je mehr von diesen Ereignissen vorhanden sind, desto mehr wird die Summenhäufigkeitsverteilung nach rechts gedrückt und der b' -Wert nimmt ab.

C-Faser/Duran

Hier wurden sowohl durchgehende als auch unterbrochene Versuche durchgeführt. Die Ergebnisse der b -Wert Bestimmung sind in Tab. 27 dargestellt.

Tab. 27: b' -Werte für vier Biegeversuche an CD-Proben

Belastung	σ_{\max} [MPa]	Bereich [dB]	b'	Bereich [dB]	b'
CD8B2					
1	497	43-53	1,0	53-63	2,15
2	625		1,0		1,75
3	793		1,25		1,9
4	953		1,1		1,9
5	1118		1,0		1,55
6	1164		0,9		1,3
CD8BU4					
1	565	41-47	2,4		
2	600	40-48	1,04	55-70	2,56
3	650	--	krumm	--	
4	900	40-48	1,17	61-71	2,14
CD8BU2					
1	300	42-52	1,34	52-60	2,03
2	400	40-48	0,94	56-71	1,67
3	500	41-51	1,08	52-75	2,03
4	564	krumm	--	64-74	3,16
5	600	41-52	1,14	krumm	--
6	650	41-52	1,08	53-72	1,86
7	700	40-48	1,04	51-69	1,76
8	750	41-49	1,15	57-69	2,98
9	800	40-48	1,25	48-59	1,7
10	850	40-49	1,13	krumm	--
11	900	krumm	--		
12	950				
13	1000				
14	1050	41-52	0,83	59-77	1,27
15	1100	42-54	0,91	55-75	1,61
16	1150	42-54	1,02	55-76	1,56
17	Bruch bei 1200	40-51	0,9	59-75	1,53
CD8B4					
1	504	43-53	1,4	53-63	2,25
2	676	"	1,45	"	1,1
3	834	"	1,6	"	2,25
4	944	"	1,4	"	2,15
5	1147	"	1,1	"	1,75
6	1227	"	0,9	"	1,35

Bei den ununterbrochenen Versuchen fängt die SE bei 233MPa an und steigt bis ca. 640MPa allmählich an (Abb. 94). Danach bleibt die SE-Rate konstant bzw. nimmt geringfügig ab. Bei 837MPa tritt ein scharfer Peak in der SE-Kurve auf. Danach geht die SE-Rate weiter zurück. Sie steigt wieder ab ca. 1050MPa, und zeigt vier Spitzen ab 1197MPa. Die Spitzen stimmen mit deutlichen Knicken in der Spannungs-Dehnungskurve überein. Bei den unterbrochenen Versuchen sind die ersten Delaminationen zwischen 800 und 900MPa festzustellen. Dies zeigt sich in der SE-Charakteristik in höheren Spitzenamplituden und Energien. Das zweite Maximum in der Energieverteilung geht aber von 64 Einheiten auf 59 Einheiten (Abb. 95) zurück.

Bei den unterbrochenen Versuchen an CD8BU2 ist die log. Summenhäufigkeitsverteilung der Amplitude im Belastungsbereich der Delamination gekrümmt (s. Tab. 27). Da insgesamt wenig Faserbrüche auftreten, deutet dies darauf hin, daß die Delamination dem Potenz-Gesetz nicht gehorcht. Bei den niedrigen Belastungen (Nr. 4 und 5), bei denen auch gekrümmte Kurven auftreten, wurde beobachtet, daß Matrixteile aus dem Verbund gelöst werden.

Bei allen Belastungen, außer der ersten bei CD8BU1, wo die Anzahl der Ereignisse gering war, treten in der log. Summenhäufigkeit der Amplitude zwei Geraden auf. Dies deutet bei Mikrorißbildung darauf hin, daß Rißbildung und Debonding gleichzeitig auftreten. Der b'-Wert bleibt in niedrigen Bereichen ziemlich konstant um 1,1. Faserbrüche waren bei den unterbrochenen Versuchen schon bei 470MPa (4. Belastung) mikroskopisch zu sehen.

Da weniger Fasern als bei dem Nicalon verstärkten Material brechen, wird die Steigung nicht durch viele Ereignisse mit hoher Amplitude beeinflusst.

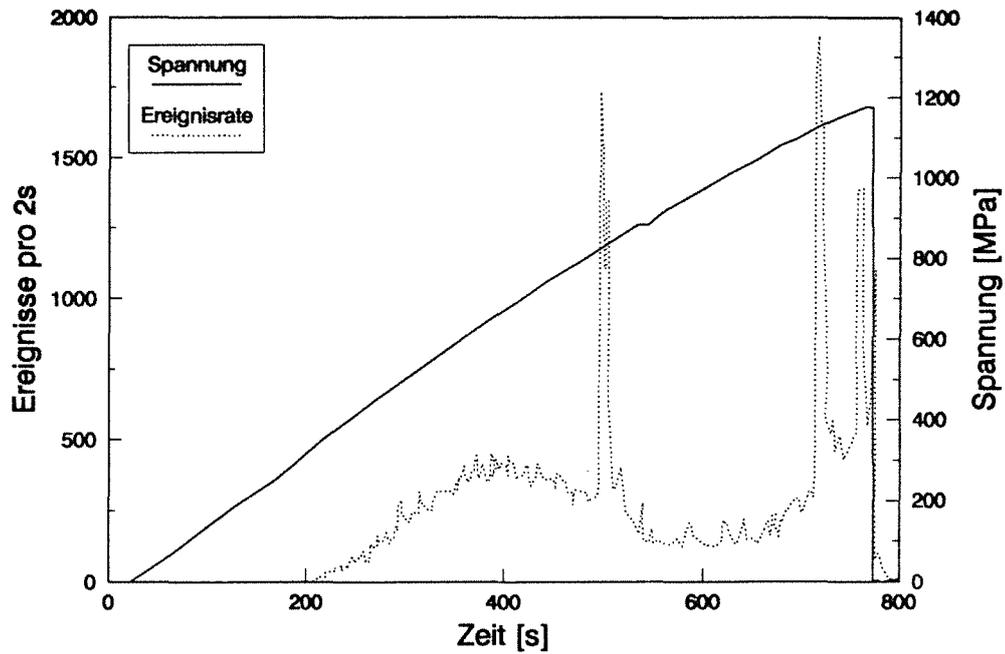


Abb. 94: Ereignisrate und Spannung gegen Zeit für einen Biegeversuch an einer C-faserverstärkten Duran-glasprobe

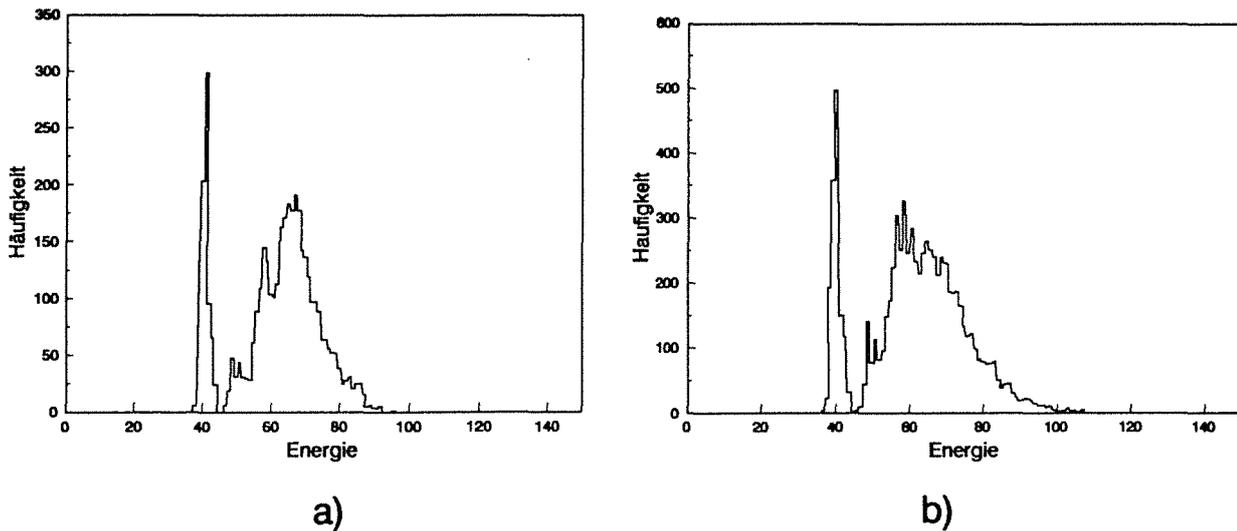


Abb. 95: Energieverteilungen der 9. (800MPa) und 10. (850MPa) Belastung von CD8BU2

SiC/Supremax

Hier wurde die Schallemission von zwei durchlaufenden und einem unterbrochenen Versuch aufgenommen. Bei dem ersten durchlaufenden Versuch war die Schallemissionsrate zu

schnell für das Auswertesystem, da kurzfristig (1-2s) 1000 Ereignisse pro Sekunde, aber nach Erreichen dieses Wertes nur noch 350 Ereignisse pro Sekunde aufgenommen werden können. Daher wurde der zweite Versuch mit einer niedrigeren Belastungsgeschwindigkeit von 0,002mm/s (statt 0,01mm/s) durchgeführt. Es zeigte sich, daß nach dem Anfang der SE bei 170MPa die SE-Rate nur langsam stieg (Abb. 96). Erst beim Versagen nimmt die SE-Rate deutlich zu.

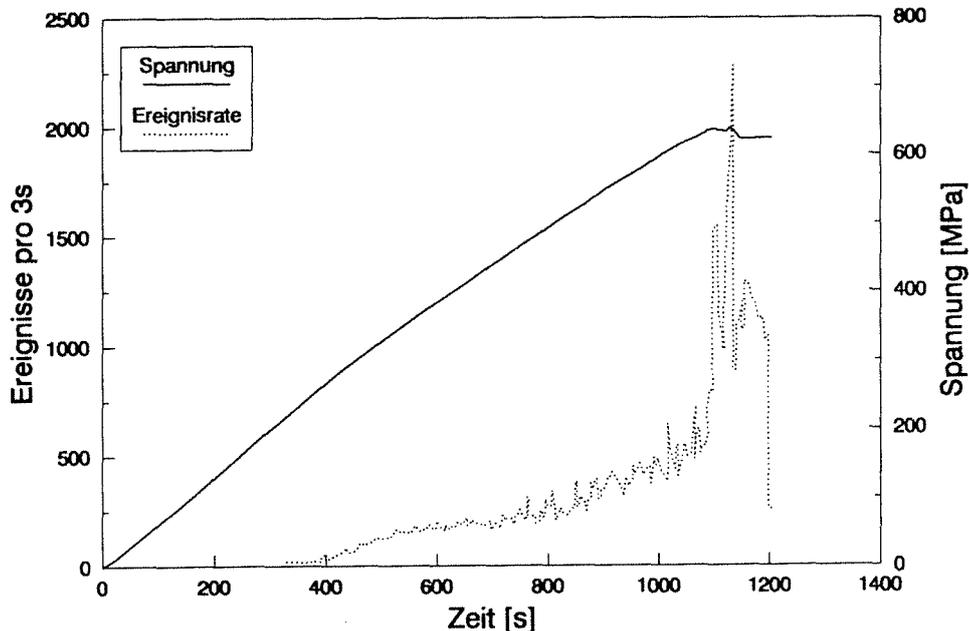


Abb. 96 : Ereignisrate und Spannung gegen Zeit für die Biegeprobe NSW130/2

Auch die zwei durchlaufenden Versuche wurden für die Auswertung in Zeitintervalle unterteilt, um die Vorgänge bei verschiedenen Belastungen zu untersuchen. Für alle drei Versuche, besonders bei niedrigen Lasten, wo Faserbrüche keine Rolle spielen, ist die Amplitudenverteilung zu niedrigen Werten verschoben, mit einem steilen Abfall, d.h. höherem b' -Wert. Hierbei sind Faserbrüche durch ihre breite Verteilung im Bereich größer 65dB noch deutlicher zu sehen.

Bei der Bestimmung von b' (Tab. 28) ist z.T. die Summenhäufigkeitsverteilung bei niedrigen Amplituden deutlich gekrümmt, so daß in diesem Anfangsbereich b' nicht bestimmt werden kann.

Tab.28: b'-Werte bei Biegeversuchen an Nicalon/Supremax-Proben

Beastung	σ_{\max} [MPa]	Bereich [dB]	b'	Bereich [dB]	b'
NSW 130 BU					
1	245	43-57	1,01	--	--
2	350	43-56	0,86	--	--
3	400	43-59	1,25	60-72	2,36
4	450	48-59	1,40	61-77	1,51
5	500	47-62	1,17	62-75	1,79
6	550	43-68	1,16	68-81	1,98
7	600	43-67	0,98	67-80	1,56
8	650	48-63	0,62		
9	700	43-53	0,82		
10	750	44-65	0,52		
11	800	52-67	0,48		
12	782	43-68	0,70		
NSW130/1					
1	307	48-70	1,79		
2	400	54-68	3,06		
3	540	57-73	3,12		
4	672	40-47	1,04	47-59	1,66
5	707	44-57	1,27		
6	ca. 745	43-56	0,87		
7	ca. 749	44-68	1,34		
8	Bruch bei 910		55-80	1,44	
NSW130/2					
1	250	40-51	1,42	51-62	2,04
2	307	49-64	2,94		
3	370	41-49	1,86	50-62	2,96
4	430	41-50	2,03	50-70	2,50
5	492	44-64	1,72	--	--
6	550	41-58	1,10		
7	609	40-58	0,80		
8	636 Bruch	41-58	0,74		
9	Kraftplateau bei 270MPa	44-54	0,90	55-78	1,31

Zugversuche

Nicalon/Duran

Die Bestimmung der Spannung, bei der die SE anfängt, ist bei diesen Versuchen schwieriger als bei den Biegeversuchen. Dies liegt zum einen daran, daß vereinzelt Peaks, vermutlich durch die Klebeschicht verursacht, bei niedrigen Lasten auftreten. Zum zweiten bleibt die SE-Rate fast bis zum Versagen bei sehr niedrigen Werten im Vergleich zu den Biegeversuchen (Abb. 97).

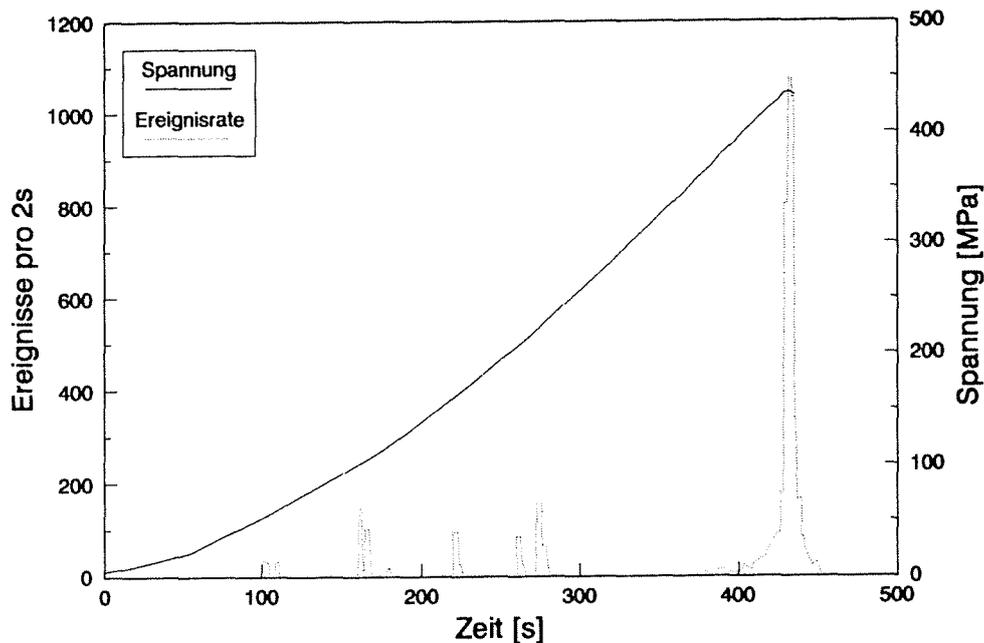


Abb. 97 : Ereignisrate und Spannung gegen Zeit für SD17Z2

Insgesamt ist die SE geringer als im Biegeversuch, obwohl ein größeres Volumen beansprucht wird.

Bei dem unterbrochenen Versuch an SD17 wurde unbeabsichtigt die Verstärkung herabgesetzt, so daß Amplituden erst ab 41dB registriert wurden. Die Energieverteilungen bei den ersten zwei Belastungen, bis 328 und 364MPa, erreichen ihren Maximalwert bei 61 und 68 Einheiten bzw. 66, 68 und 73 Einheiten. Bei diesen Belastungen konnten im Mikroskop keine Schädigungen festgestellt werden. Erst bei der dritten Belastung, bis ca. 450MPa hat die Energieverteilung ihr Maximum in Form eines ausgeprägten Peaks bei 45. Für die ersten zwei Belastungen ist die Amplitudenverteilung kontinuierlich bis 67 bzw. 62dB, danach treten vereinzelt Ereignisse mit höherer Amplitude (bis 96dB) auf. Letztere sind

wahrscheinlich durch wenige Faserbrüche verursacht. Die b' -Werte sind in Tab. 29 dargestellt.

Tab. 29: b' -Werte beim unterbrochenen Zugversuch an einer SD17 Probe

Belastung	σ_{\max} [MPa]	Bereich [dB]	b'	Bereich [dB]	b'
1	328	47-72	1,3	--	--
2	364	44-49	0,8	51-60	1,3
3	447	50-73	1,5	73-79	3,5
4	504	46-57	1,5	--	--
6	513 Bruch	49-76	1,0	--	--

Hier kann man schlecht zwischen zwei Bereichen unterscheiden. Bei der letzten Belastung wird die maximale Amplitude des Auswertesystems von 98dB erreicht. Dies zeigt sich auch in der Energieverteilung.

Bei einem unterbrochenen Versuch an SD109 Material war das Verhalten ähnlich. Bereits bei der ersten Belastung (bis 234MPa) waren hohe Amplituden vorhanden. Von der SE Charakteristik her sind sie als Faserbrüche einzustufen. Sie sind bei jeder Belastung vorhanden. Die b' -Wert Ergebnisse sind in Tab. 30 angegeben.

Tab. 30: b' -Werte beim unterbrochenen Zugversuch an einer SD109-Probe

Belastung	σ_{\max} [MPa]	Bereich [dB]	b'	Bereich [dB]	b'
1	150	42-60	0,88	--	--
2	241	42-58	1,12	58-73	1,53
3	278	42-53	1,08	53-70	1,67
4	300	43-62	0,88	63-79	1,44
5	318	45-66	1,06		
6	339	46-65	1,18		
7	354	44-62	0,98	68-88	1,17
8	368	44-59	0,82	75-93	2,18
9	388	44-58	1,08	62-79	1,96
10	374 Bruch	44-72	1,22		

Hier stimmen die Werte mit denen von den Biegeversuchen gut überein. Bei Belastung 5 und 6 waren aber viele Schädigungen zu beobachten, vor allem Matrixrisse und Ausbrüche.

Nicalon/Supremax

Hier konnte nur ein durchgehender Versuch durchgeführt werden. Dieser Versuch wurde in Zeitfenster bei der Auswertung unterteilt. Im ersten Intervall, bis zu einer Belastung von 200MPa, zeigt die Amplitudenverteilung ein Maximum bei 43dB mit weiteren Peaks bei 40 und 58dB. Zwischen 60 und 80dB sind nur einzelne Ereignisse zu sehen, wahrscheinlich Faserbrüche. Bei den beiden nächsten Fenstern (bis 274 bzw. 321MPa) hat diese Verteilung nur einen Peak bei 43dB; sie fällt glatt und steil ab (Abb. 98).

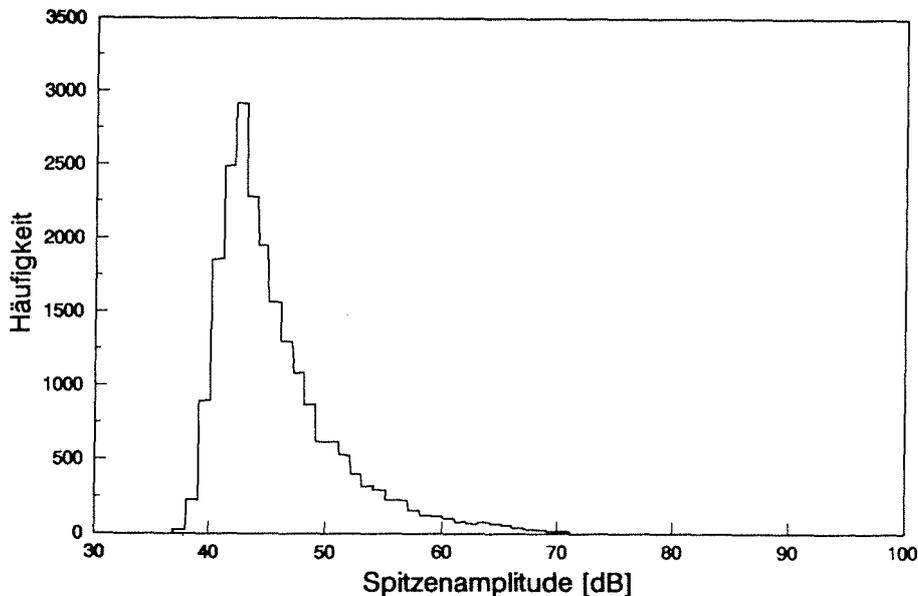


Abb. 98 : Amplitudenverteilung für die NSW130-Zugprobe, im Bereich 274 bis 321MPa

Das Auslaufen der Amplitudenverteilung bei der höheren der beiden Belastungen könnte von Faserbrüchen stammen. Dies äußert sich in der Summenhäufigkeitsverteilung ab einem steilen Abfall, dem zwei Geraden angepaßt werden können. Wiederum ist der erste Bereich gekrümmt. Im Gegensatz zu den anderen Ergebnissen ist die Gerade im Bereich kleinerer Amplituden steiler als im zweiten Bereich bei den ersten zwei Fenstern (s. Tab. 31). Wegen der geringen Zahl der Ereignisse im zweiten Bereich, und der Form der Verteilung ist es fraglich, ob dieser zweite Bereich eine physikalische Bedeutung hat, bzw. ob er nicht von Faserbrüchen herkommt. Von den Versuchen ohne SEA weiß man, daß sich die

Mikrorisse unter Zugbelastung über mehrere Faserabstände ausweiten, und daß diese Mikrorißbildung schon bei relativ niedriger Spannung einsetzt. Man sieht auch schon bei niedriger Spannung Ablösung der Fasern aus dem Verbund.

Tab. 31 : b'-Werte für Nicalon/Supremax im Zugversuch

Fenster	σ_{\max} [MPa]	Bereich [dB]	b'	Bereich [dB]	b'
1	200	46-56	2,44	60-74	0,85
2	274	47-58	2,84	60-68	2,15
3	321	41-65	1,52	66-78	2,08
4	359	41-57	0,81	64-78	1,86
5	402	41-52	0,45	68-83	1,72
6	411	42-47	0,61	--	--
7	429	41-59	0,37	--	--

Bei vier Intervallen sind in der Amplitudenverteilung Peaks bei 50-52 und 56dB zu erkennen. Die Energieverteilung hat vor allem im Bereich 60-75dB zugenommen. Dieses Verhalten nimmt beim 5. Fenster noch mehr zu, wobei keine Spitze der Ereignisse gegen Zeit-Kurve zu sehen ist. Die zwei Nebenmaxima in der Amplitudenverteilung sind deutlich in Abb. 99 zu erkennen.

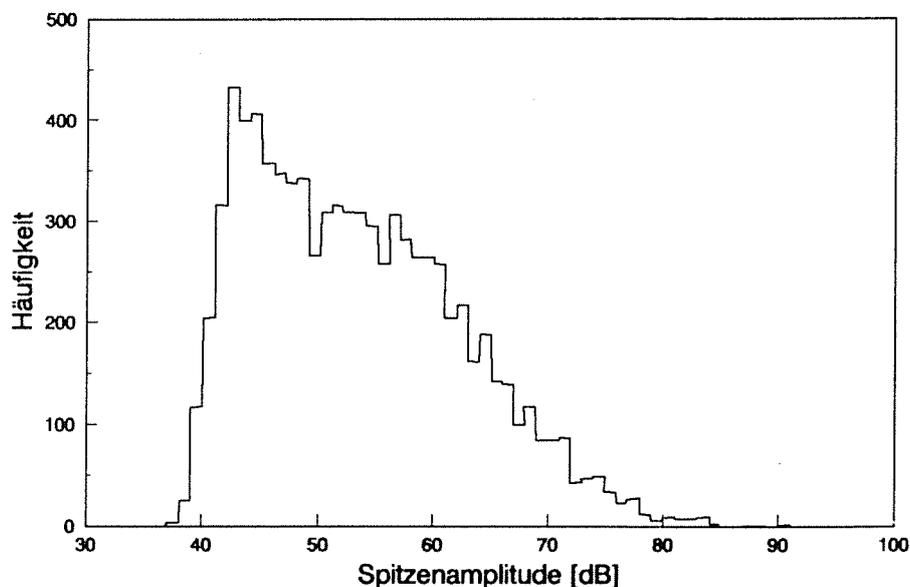


Abb. 99: Amplitudenverteilung für Nicalon/Supremax bei 402MPa Zugspannung

Jetzt liegt das Maximum der Energie bei 74 Einheiten, mit einer weiteren Spitze, die fast so groß ist, bei 80. Der Peak bei 42, normalerweise das Maximum, hat nur 60% der Höhe des Maximums. Es ist möglich, daß bei dieser Spannung kaum Debonding stattgefunden hat und daß es jetzt im engeren Lastbereich einsetzt. Die beobachteten Amplitudenwerte bei den anderen Versuchen würden hierzu passen. Von der Form der Amplitudenverteilungen her sind in diesem Spannungsbereich nur wenige Fasern gebrochen. Beim nächsten Zeitraum ist der Abstand dieser Ereignisse nicht groß genug, aber trotzdem deutlich. Das breite Maximum der Energieverteilung liegt bei 68 Einheiten, wobei der 42er Peak 78% des Wertes erreicht. Der Anteil an Faserbrüchen ist gewachsen, so daß die Amplitudenverteilung noch einmal zu höheren Werten verschoben ist (Abb. 100), mit deutlichen Peaks bei 59 und 65dB. Die Energieverteilung hat jetzt gleiche Maxima bei 80 Einheiten (Abb. 101).

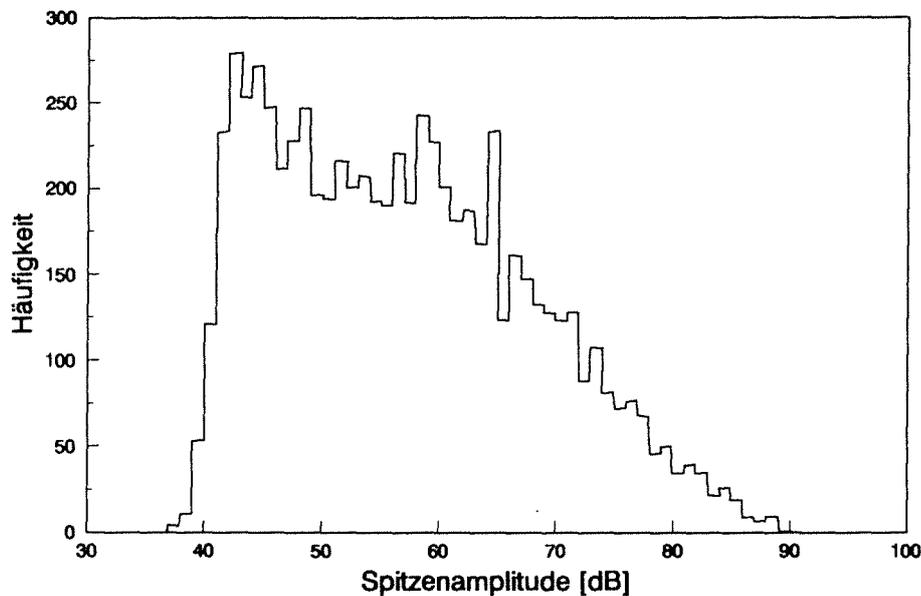


Abb. 100 : Amplitudenverteilung beim Bruch

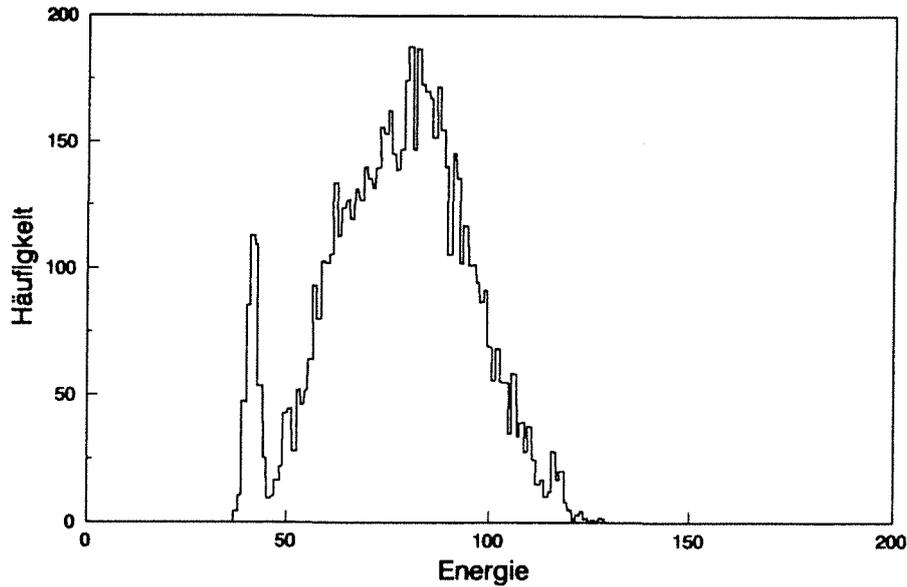


Abb. 101 : Energieverteilung beim Bruch

Man sieht, daß der Anteil der Faserbrüche zugenommen hat. Der Anteil der Mikrorisse hat dagegen abgenommen, so daß der Bruch als Vorgang mit Faserbruch und Debonding beschrieben werden kann.

5.6 Grenzflächenscherfestigkeit

Die Ergebnisse der Messungen nach der Marshall-Methode sind zusammen mit den ermittelten Härtekalibrationswerten für die Faser in Tab. 32 dargestellt. Hierbei wird die Härte H als $F/4d_i^2$ ermittelt.

Tab. 32: Ergebnisse der Marshall Versuche zur Bestimmung der Grenzflächenscherfestigkeit

Probe	H [GPa]	τ [MPa]	Standard Abweichung [MPa]
SD16E/1	13,8	12,7	2,4
SD109	12,0	22,3	8,1
SD17D2	15,1	38,5	13,0
SD27AB	13,4	38,9	13,9
SSu1C	9,2	22,2	7,8
SSu3EF/8	14,0	12,2	4,2
NSW 130	9,9	45,3	15,6
SA1EF/13	15,3	29,5	9,3
SA1EF/1	15,3	60,1	12,2
SA1C	9,2	20,9	6,5

Bei den Proben mit Duran- bzw. Supremaxmatrix ist die Proportionalität zwischen der Last auf der Faser und dem Faserdurchmesser gegeben (Abb. 102). Bei der A-Glas Matrix war dies nicht der Fall, so daß hier die Ergebnisse nur eingeschränkte Gültigkeit besitzen.

Die Werte für Duran und Supremaxmatrices streuen von Probe zu Probe z.T. erheblich. Bei SD27AB dürfte der hohe Wert an der Form der Faser liegen. Wie in Kap. 3.4 erwähnt, wurde diese Platte aus einer abnormalen Charge Fasern, die z.T. elliptische bzw. nierenförmige Fasern beinhalten, hergestellt. Bei NSW130 könnte der hohe Wert durch die Ausscheidungsvorgänge in der Matrix zu erklären sein.

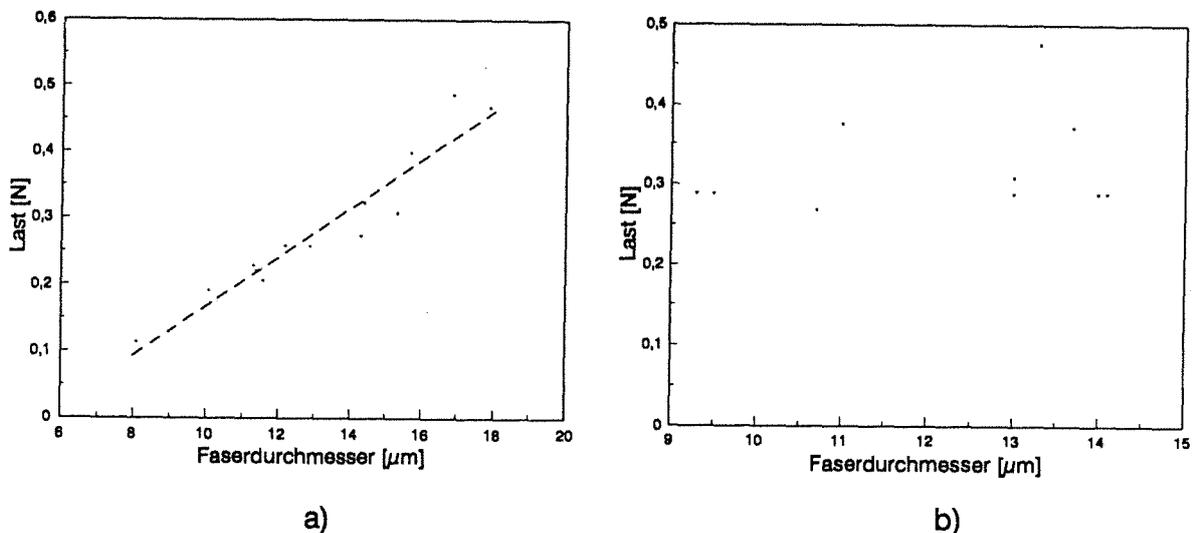


Abb. 102 : Last im Marshall-Versuch getragen von der Faser als Funktion des Faserdurchmessers für a) eine Duran und b) eine A-Glas Probe

Es wurde auch τ nach Gl. 16 und 17 bestimmt an Hand der Mikrorißabstände aus den Aufnahmen, die bei den unterbrochenen Versuchen und aus den REM-Aufnahmen nach dem Bruch gemessen wurden. Hierbei ist $\sigma_{\text{mu}} = \sigma_0 \cdot E_m / E_c$, wo σ_0 der Wert für die Matrixrißbildungsspannung aus den unterbrochenen

Versuchen ist. Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle 33 dargestellt.

Tab. 33: Ergebnisse der Auswertung der Mikrorißabstände

Probe	Versuchsart	τ [MPa]
CD8 BU1	Biegung	$1,36 \pm 0,12$
CD8 BU2		$1,45 \pm 0,15$
SD16 E/1	Biegung	$28,7 \pm 8,75$
SD16 E/2		$11,1 \pm 2,3$
SD16 E/3		$28,5 \pm 2,3$
SSu 1B	Biegung (REM)	23,3 und 21,2
SSu 3EF/3	Biegung (REM)	20,8
SD109 ZU1	Zug	$11,63 \pm 0,60$
NSW130 ZU1	Zug	$4,49 \pm 0,54$

Die Nicalon verstärkten Duran- und Supremax-Gläser, mit der Ausnahme von NSW 130, haben Grenzflächenscherfestigkeiten der gleichen Größenordnung, um 20 MPa. In der ersten Näherung stimmen diese Ergebnisse mit denen der Marshall-Versuche überein. Die C-faserverstärkten Duranproben haben einen sehr niedrigen τ -Wert, der nach den thermischen Vorspannungen zu erwarten ist.

Die zwei sehr unterschiedlichen Werte für NSW 130 sind zuerst paradox. Da aber Ausscheidungen in der Matrix und an der Grenzfläche gefunden wurden, ist mit mechanischen Verhakungen zu rechnen, die für Bewegungen der Faser über größere Längen (2-3 μm) hinderlich sind. Der Widerstand gegen das Eindrücken einer Faser wird dadurch erhöht und der τ -Wert verfälscht. Die Art der Mikrorißbildung spricht auch für den niedrigeren Wert. Diese geraden Risse über mehrere Fasern werden auch bei CD8, die eine niedrige τ hat, unter Biegebelastung gefunden.

5.7. Scherversuche

Für die Bestimmung der Scherfestigkeit wurde hauptsächlich die Kurzbiegebalkenmethode angewandt. Die Ergebnisse sind in Tab. 34 und 35 dargestellt.

Tab. 34: Ergebnisse der Kurzbiegebalkenversuche an mehreren Proben aus verschiedenen Platten

Probe	τ_{ILS} [MPa]	
SD16BC	48,1±4,9	(5)
SSu3EF	37,1±3,1	(5)
SA1EF	>40	(3)

Tab.35 : Ergebnisse an einzelnen Proben

Probe	τ_{ILS} [MPa]
SD3D	43,1
SD4B	>72,5
SD4C	61,2
SD5A	>22,5
CD1B	37,8
CD1C	>25,7
CD1D	31,4
SSu3A	27,2
SSu3B	36,4
SSu3C	36,6
SA1A	31,0
SA1C	19,6

Die Ergebnisse, die mit dem "größer als" Zeichen gekennzeichnet sind, brachen nicht durch Scherversagen sondern durch Biegeversagen. Die wahre Scherfestigkeit liegt daher höher.

Arcanversuche wurden an zwei Probenqualitäten durchgeführt. Bei SD17D2 wurde eine Scherfestigkeit von 19,2±2,2MPa bestimmt, wobei der Bruch glatt am kleinsten Querschnitt stattfand, was charakteristisch für einen Scherbruch ist. Bei NSW130 wiederum brachen die Proben bei ähnlichen Spannungen wie bei SD17D2, aber meist am Rand der Probe, so daß man den Wert nicht als Scherfestigkeit ansehen darf.

6. Diskussion

6.1 Raumtemperatureigenschaften

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der untersuchten Materialien zeigen z.T. deutliche Unterschiede (Abb. 103). Zum Beispiel zeigen manche "A-Glas"-Proben ein kontrolliertes Bruchverhalten, während die anderen Qualitäten eher spröde versagen.

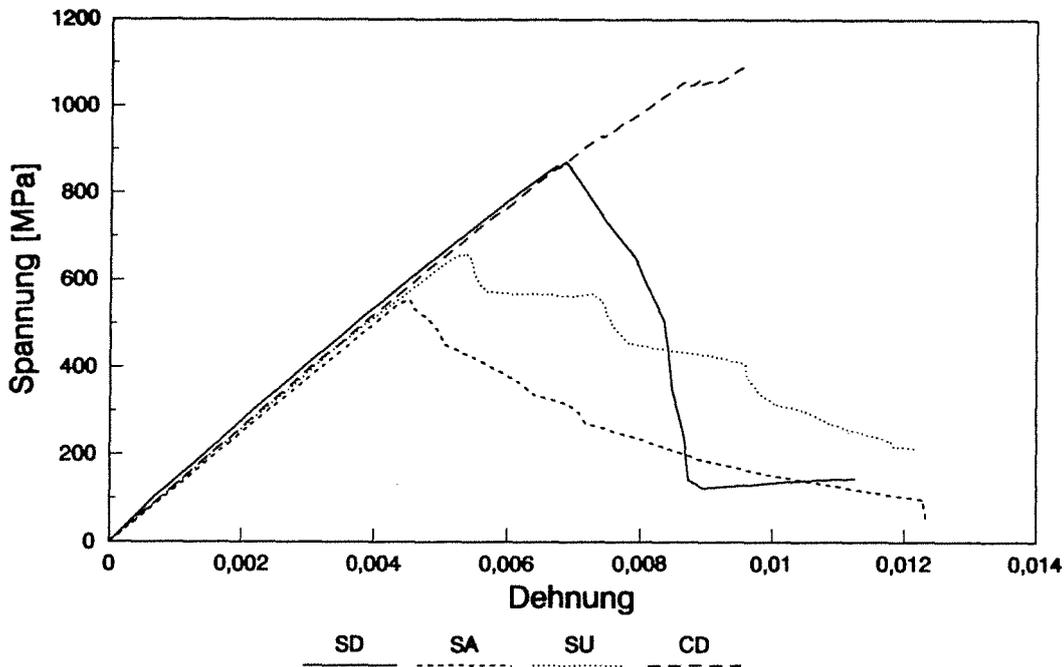


Abb. 103: Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Kurven im Biegeversuch von den vier untersuchten Systemen

Ausgehend von den Spannungszuständen in den gelieferten Proben, den bekannten Materialdaten der Komponenten und den Grenzflächeneigenschaften wird das beobachtete mechanische Verhalten der Werkstoffe diskutiert.

6.1.1 Thermische Spannungen und Grenzflächeneigenschaften

Nach den theoretischen Überlegungen in Kap 2.1 und Kap 5.1 wurden die Spannungszustände in den untersuchten Systemen berechnet. In Nicalon verstärktem Duranglas sind nur mäßige Spannungen vorhanden, in axialer bzw. tangentialer Richtung Zugspannungen und in radialer Richtung Druckspannungen. Nach der einfachen Vorstellung der Grenzflächenhaftung ist τ durch die radialen Druckspannungen nach Gl. 25 bestimmt.

$$\tau = \mu \cdot \sigma_r$$

Die gemessenen τ -Werte für dieses System liegen zwischen 12 und 38 MPa. Wenn man den größeren Wert für σ_r von 7,4 MPa nimmt, bekommt man μ -Werte zwischen 1,6 und 5,1. Diese erscheinen zu hoch, um nur durch eine Umklammerung der Faser von der Matrix beschrieben zu werden, vor allem wenn man bedenkt, daß die Nicalonfaser eine glatte Oberfläche hat. In Wirklichkeit ist bei fast allen Nicalon verstärkten Keramiken und Gläsern eine Kohlenstoffschicht zwischen Faser und Matrix gefunden worden, so auch bei den hier untersuchten Materialien [98]. Durch HRAES wurde ihre Dicke zu ca. 50nm bestimmt [98]. Wegen dieser geringen Dicke war es bis jetzt nicht möglich, ihre Struktur zu bestimmen. Es ist jedoch zu erwarten, wegen der für Kohlenstoff moderaten Herstelltemperaturen, daß sie amorph ist; man kann daher keine graphitischen Eigenschaften der Grenzfläche erwarten. Es wurde an den durch in situ-Bruch freigelegten Grenzflächen Kohlenstoff sowohl auf den Fasern als auch auf der Matrixseite der Grenzfläche gefunden. Dies bedeutet, daß der Bruch durch diese Schicht geht und daß τ durch ihre Festigkeit bestimmt wird. Die Eigenschaften der Grenzfläche werden durch diese Grenzschicht erheblich beeinflußt, wegen der geringen Schichtdicke sind jedoch die thermischen Spannungen in der Matrix kaum verändert.

Die Berechnungen für Nicalon/Supremax lassen gleichgerichtete und größere Spannungen als bei den Duranmatrixen erwarten. Die Auswirkung der axialen Spannungen im Anlieferungszustand in Form von Rissen wurde in Kap. 5.2 erwähnt. Hierbei waren zwei Arten von Rissen zu erkennen, die schon diskutierten Risse senkrecht zu den Fasern und Risse, die parallel dazu verlaufen, am Rand der Platte. Letztere sind eher bei radialen Zugspannungen zu erwarten. Diese könnten durch eine zu hohe Abkühlgeschwindigkeit während der Herstellung verursacht werden. In einer homogenen Glasplatte, die schnell abgekühlt wird, entstehen im oberflächennahen Bereich Druckspannungen und in der Plattenmitte Zugspannungen [99]. Im Verbund dürfen diese Spannungen sich hauptsächlich in axialer Richtung auswirken, d.h. in radialer Richtung werden durch die Poissonskräfte Zugspannungen erzeugt, die entgegen den thermischen Fehlspannungen wirken. Diese werden durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten verursacht. Aus den gleichen Gründen sind die Spannungen in der Plattenmitte höher als die berechneten.

Die sehr ähnlichen τ -Werte der Supremax und der Duranmatrixmaterialien deuten darauf hin, daß die C-Schicht in

beiden Fällen für die Grenzflächeneigenschaften verantwortlich ist.

Die beobachteten Entmischungs- bzw. Ausscheidungsvorgänge in den Supremaxmatrices erschweren die Berechnung der thermischen Spannungen. Eine Phase ist vermutlich Cristobalit, das einen niedrigen Ausdehnungskoeffizienten α hat. Das verbleibende Glas dürfte ein erhöhtes α besitzen. Es wurden phosphorhaltige Phasen gefunden. Nach den Berechnungsformeln von Winkelmann und Schott sowie Appen (siehe [99]) erhöht eine P_2O_5 -Zugabe das α von Silikatgläsern. Diese verschiedenartigen Phasen führen zu ihren jeweils eigenen, thermisch bedingten Spannungsfeldern, so daß man die berechneten Werte mit Vorsicht betrachten sollte. Beobachtungen zeigen, daß hohe axiale Zugspannungen vorhanden sind. Die radialen Spannungen liegen wahrscheinlich niedriger als berechnet. Den hohen axialen Spannungen in der Matrix entsprechen Druckspannungen in den Fasern. Diese sollten die Spannung, bei der die Fasern im Verbund versagen, erhöhen. In Wirklichkeit trifft das Gegenteil zu. Die Fasern brechen bei niedrigeren Spannungen als in der Duranmatrix. Der Grund dafür wird später diskutiert.

Im A-Glas System erwartet man Spannungen, die im Vergleich zu den anderen schon diskutierten Systemen umgekehrte Vorzeichen haben und im Betrag eher mäßig sind. Durch die radiale Zugspannung in der Matrix ist mit einer sehr kleinen Grenzflächenscherfestigkeit τ zu rechnen. Die Marshallversuche sowie das Bruchgeschehen deuten auf eine hohe τ . Wie bei der Supremaxmatrix muß der Effekt der Ausscheidungen in der Matrix berücksichtigt werden. Im Gegensatz zur Supremaxmatrix sind hier die Ausscheidungen vorwiegend an der Grenzfläche zu finden, verbunden mit Porenbildung. Sie sind i.A. größer als im vorhergehenden Beispiel. Außer der Änderung von α durch das Ausscheiden der Übergangsmetalle, die α im Glas erniedrigen, sind die Bindung der Ausscheidungen an den Fasern sowie die mechanischen Verhakungen an den Ausscheidungen weitere Einflüsse, die berücksichtigt werden müssen. In diesem chemisch aktiven System können außerdem andere chemische Bindungen an der Grenzfläche nicht ausgeschlossen werden.

Obwohl bei C-faserverstärktem Duranglas die eingesetzten Daten für die Spannungsberechnung nicht voll gesichert sind, beschreiben die berechneten Werte die Beobachtungen von allen untersuchten Systemen am besten. Wegen der radialen Zugspannung in der Matrix ist die Grenzflächenscher-

festigkeit gering. Die axialen Zugspannungen verringern die Spannung, bei der Matrixrißbildung einsetzt. Hierzu ist aber zu bemerken, daß im Gegensatz zu den anderen Systemen, ein hoher Porenanteil in der Matrix der Platte CD8 vorhanden ist. Die Poren liegen z.T. direkt an den Fasern, so daß der geringe τ -Wert durch die schlechte Benetzung der Fasern durch das Glas verursacht werden könnte. Eine chemische Bindung zwischen Faser und Matrix ist auszuschließen.

6.1.2 Elastische Verformung

Für Nicalon verstärktes Supremax und "A"-Glas stimmen die gemessenen E-Moduln gut mit denen (136,2 bzw. 123,4 GPa) aus der einfachen Mischungsregel überein. Bei den meisten Nicalon verstärkten Duranproben ist der gemessene E-Modul geringfügig höher als der berechnete Wert von 120 GPa bei $V_f=0,42$. Hierbei spielen mögliche Ungenauigkeiten der Poissonzahl z.B. für die Faser eine untergeordnete Rolle. Eine Änderung von ν von dem berichteten Wert von 0,19 auf 0,25 ergibt eine Zunahme des E-Moduls von lediglich 0,8 GPa, die weit innerhalb der experimentellen Fehlergrenzen liegt. Daher liegt die Ursache der Abweichung entweder bei der Bestimmung des Faservolumenanteils oder in strukturellen Veränderungen der Glasmatrix, die E_m erhöhen.

Im Fall des C-faserverstärkten Durans bekommt man für $V_f=0,42$ durch die Mischungsregel einen Wert von 161,7 GPa und für $V_f = 0,45$ einen Wert von 168,8 GPa. Für die einzelnen Proben ist eine relativ gute Übereinstimmung vorhanden. Die Proben, die bei niedrigerer Temperatur gepreßt wurden, haben einen geringeren E-Modul. Dies liegt wahrscheinlich an der schlechten Verdichtung der Proben, wodurch die Matrix kaum belastet wird. Bei Probe CD1F, die 30 min lang gepreßt wurde, ist der E-Modul wiederum deutlich höher als der berechnete Wert. Dies könnte wieder an strukturellen Veränderungen der Glasmatrix liegen.

Die Proben der Platte CD8 haben einen viel geringeren E-Modul als erwartet. Der gemessene Wert ist kaum größer als der Anteil der Faser ($E_f V_f$) zum E-Modul. In diesen Proben wurden aber viele Poren in der Matrix und an den Faser-Matrix-Grenzflächen festgestellt (vgl. Kap 5.2). Diese bewirken sowohl eine Erniedrigung des Matrix E-Moduls als auch eine schlechte Kraftübertragung zwischen Matrix und Faser, wodurch die Fasern nicht vollbelastet werden.

6.1.3 Matrixrißbildung

Aus den Schallemissionsmessungen und den unterbrochenen Versuchen sind die Spannungen, bei denen Schädigung einsetzt, ermittelt worden und in Tab. 36 dargestellt. Hier sind σ_0 und σ_{SE} die Spannungen, bei der Matrixrißbildung beobachtet wird bzw. bei der die erste Schallemission registriert wird.

Tab. 36: Beobachtete Matrixrißspannung und Spannung beim Anfang der Schallemission für verschiedene Proben

Probe	Versuchsart	σ_0 [MPa]	σ_{SE} [MPa]
SD16E1	Biegung	450-500	
2		450-500	
3		500-625	312
SD17D2 B3	Biegung	< 546	253
Z1	Zug	447-504	255
Z2			347
SD109ZU1	Zug	279-300	130
ZU2		220-264	
CD8BU1	Biegung	< 560	298
BU2		< 300	123 (Probe beschädigt)
B2		< 500	212
B4		< 500	229
NSW130 BU	Biegung	300-350	
B1			120
B2			170
ZU	Zug	140-180	
ZSE			179

Bei Nicalon verstärktem Duranglas, mit der Ausnahme des Zugversuchs an SD109, liegt σ_0 bei ca. 500 MPa. Die Schallemission fängt jedoch bei deutlich niedrigeren Spannungen an. Es wurde z.B. beobachtet, daß Schäden an der Druckseite der Probe Risse bei diesen niedrigen Belastungen hervorru-

fen, so daß dieser frühen SE z.T. solche Fehler zugeschrieben werden kann. Andere Gründe werden später aufgeführt.

Werden die festeren und steiferen C-Fasern statt der Nicalonfasern zur Verstärkung benutzt, sinkt σ_0 . Bei allen unterbrochenen Versuchen wurden Mikrorisse nach der ersten Belastung beobachtet. Hier ist der Anfang der SE eher ein Maß für Matrixrißbildung. σ_0 hat daher einen Wert von 220-300 MPa.

Beim Nicalon verstärkten Supremaxglas ist σ_0 ca. zweimal so hoch im Biegeversuch (ca. 300 MPa) als im Zugversuch (ca. 160 MPa), wo σ_0 bei der Anfangsspannung der SE liegt. Hierbei muß in Erinnerung gerufen werden, daß die Matrixrisse bei den zwei Versuchsarten unterschiedlich aussehen. Beim Biegeversuch sind kurze Risse, ähnlich denen in den SD-Proben zu sehen. Unter Zugbelastung werden lange Risse wie bei CD gebildet.

Diese gemessenen Werte werden in Tab. 37 mit den errechneten Werten für Matrixrißbildung verschiedener Modelle verglichen. Hierbei wurden folgende Modelle untersucht:

- 1) die Matrix bricht bei ihrer Festigkeit im monolithischen Zustand;
- 2) das ACK-Modell in Form des "steady-state" Falls von Marshall, Cox und Evans [12] (Gl. 22);
- 3) der Fall ohne Grenzflächengleiten von Budiansky et al. [14] (Gl. 34);
- 4) die Spannung $\sigma_0 = 1,02 \cdot \sigma_m$ von Marshall et al. [12] (Gl. 23a) für kurze gerade Risse, wobei σ von der Rißlänge abhängt.
- 5) der Fall von Budiansky et al. [14], in dem es eine chemische Bindung gibt, die während der Rißbildung zerstört wird.

Im Gegensatz zum Modell 5) setzen die Modelle 1) - 4) voraus, daß es keine chemische Bindung an der Grenzfläche gibt, und daß die Haftung der Fasern in der Matrix nur durch Reibung geschieht.

Tab. 37: Berechnete Matrixrißspannungen für die untersuchten Systeme nach verschiedenen Modellen sowie "τ" (s. Text für Erläuterungen)-alle Angaben in MPa

System (Platte)	τ	σ ₀				σ _{cr} (5)
		(1)	(2)	(3)	(4)	
SD	20	179	451	805	547	497
(SD17D2)	38	179	725	805	877	377
CD	1,4	197	385	5153	456	841
SSu	20	136	360	601	437	296
(NSW130)	4,5	136	219	601	265	167

Für Modell 5) werden die Länge l_d , über die Ablösung an der Grenzfläche stattfindet, und die Bruchenergie der Grenzfläche γ_d benötigt. l_d wird aus den Aufnahmen von mehrfacher Rißbildung bestimmt, die z.B. bei unterbrochenen Versuchen gemacht worden sind. Sie beträgt die Hälfte des mittleren Rißabstands. γ_d ist schwieriger zu bestimmen. Heitzer [100] hat für das System Nicalon-Duran mit Hilfe der Finiten-Elemente-Methode einen maximalen Wert für das Verhältnis der Bruchenergien der Grenzfläche und der der Matrix im Fall von Ablösung an der Grenzfläche zu $2,2 \cdot 10^{-3}$ bestimmt. Mit Kenntnis der Bruchenergie der Matrix kann γ_m berechnet und in Gl. 34 eingesetzt werden.

Die hier vorgenommene Auswertung berücksichtigt thermische Spannungen in der Matrix nicht. Dies kann nach Budiansky et al. [14] geschehen durch

$$\frac{\sigma_{cr}}{E_c} + \frac{\sigma_{zm}}{E_m} = \frac{\sigma_0}{E_c} \quad (33)$$

Beim Einsetzen der in Kap. 3.3 berechneten axialen Spannungen für Nicalon/Duran von 10 MPa, C-Faser/Duran 90 MPa und für Nicalon/Supremax 53MPa bekommt man korrigierte σ_0 Werte für SD von 520 MPa, für CD 411 MPa, für NSW130 in Biegung 396 MPa und im Zug 242 MPa.

Für alle Varianten sieht man, daß die Matrix nicht nur durch die einfache Lastübertragung durch die Fasern verstärkt wird. Im System SD ergeben die Modelle 4) und 5) von Marshall bzw. Budiansky Werte, die den gemessenen am nächsten kommen. Die kurzen Risse, die beobachtet wurden, spre-

chen für das Marshall-Modell. Nach Marshall [12] ist $c_m/3$ (Gl. 24a) als der praktische Übergang zwischen rißlängenempfindlichem und -unempfindlichem Verhalten anzusehen. Für SD liegt dieser Wert bei $21\mu\text{m}$. Die beobachteten Rißlängen sind meistens kleiner. Wiederum ist gerade in diesem System das Vorhandensein einer chemischen Bindung an der Grenzfläche für wahrscheinlich zu halten (s. Abschnitt 6.11). Daher würde das Modell von Budiansky eher passen. Eine Kombination der beiden Modelle dürfte in diesem Fall die Matrixrißbildung am besten beschreiben.

Beim System CD jedoch liegt σ_0 zwischen den Werten der Modelle 2) und 4). Hierbei erscheint die ACK-Modelle (2) den Beobachtungen, niedriges r und lange Risse, am besten zu passen. Es wurden in Proben dieser Serie viele größere Poren in der Matrix gesehen (Abb. 31). Im vorhergehenden Abschnitt wurde gezeigt, daß gerade für diesen Werkstoff der E-Modul viel niedriger liegt als der Wert aus der Mischungsregel. Daher ist es schwierig, den Spannungszustand der Matrix anzugeben. Obwohl Risse selten gesehen wurden, die direkt von den Poren ausgehen, ist eine Schwächung der Matrix durch ihre Anwesenheit nicht auszuschließen.

Für NSW130 liegen die in den Biegeversuchen gemessenen σ_0 -Werte oberhalb aller berechneten Werte, außer bei Modell 3), wo kein Gleiten der Matrix über die Fasern an der Grenzfläche stattfindet, was unwahrscheinlich erscheint. Der Marshall-Wert für kurze Risse liegt am nächsten. Im Zugversuch jedoch, besonders wenn der für die thermischen Spannungen korrigierte Wert genommen wird, kann von einer guten Übereinstimmung mit der ACK-Theorie gesprochen werden.

Bei der Schallemissionsanalyse wurde bei Spannungen, bei denen fast nur Matrixrißbildung vorkommt, d.h. nur wenige Faserbrüche und keine Delamination, zwei b' -Werte festgestellt. Der erste Bereich liegt bei niedrigen Amplituden (bis ca. 55 dB) und hat b' -Werte zwischen 0,8 und 1,3. Der zweite Bereich liegt bei höheren Amplituden (bis ca. 70 dB), wobei das Ende des Bereichs oft durch die wenigen Faserbrüche nicht genau zu bestimmen war. Der b' -Wert in diesem Bereich liegt zwischen 2 und 3. Diese zwei Bereiche wurden auch bei den Arcan-Versuchen an SD-Material gefunden. Die mikroskopischen Vorgänge bei Matrixrißbildung und bei Scherversagen im Arcan-Versuch sind ähnlich. In beiden Fällen gibt es Ablösung der Fasern an der Grenzfläche und

Rißbildung in der Matrix. Es liegt nahe diese zwei Mechanismen den zwei SE-Bereichen zuzuordnen. Der erste Bereich kommt vor allem bei SD-Proben bei niedrigen Spannungen oft allein vor. Diese Spannungen liegen unterhalb der Spannungen bei denen Matrixrisse beobachtet wurden. Daher kann dieser Bereich Vorgängen an der Grenzfläche zugeordnet werden. Da weniger Energie benötigt wird, um Debonding hervorzurufen als für Matrixrißbildung (dies ist eine Voraussetzung für mehrfache Matrixrißbildung), ist es zu erwarten, daß SE-Signale von Debonding auch niedrigere Amplituden haben. In einem idealen Werkstoff dürfte Debonding ohne Risse in einer der Komponenten nicht vorkommen. In realen Werkstoffen ist dies jedoch aus verschiedenen Gründen möglich. Erstens gibt es einige Faserenden im Verbund, die entweder vor der Herstellung schon im Faserstrang vorhanden waren oder durch Brüche während der Herstellung verursacht wurden. An solchen Faserenden entstehen durch die unterschiedlichen E-Moduln der zwei Komponenten Scherspannungen, die zu Debonding führen können. Weiterhin werden Schallwellen nur von fortschreitenden Rissen freigesetzt. Mit einem stehenden Riß, der belastet wird, ist ein Spannungsfeld verbunden, das Debonding an einer benachbarten Grenzfläche hervorrufen kann. Die dritte Möglichkeit ist das Vorhandensein von Fehlstellen an der Grenzfläche, wo keine Haftung zwischen Faser und Matrix besteht. Hier können wie im erstem Fall Scherspannungen entstehen, die zu Ablösen führen.

Die Matrixrißbildung ist dann dem zweiten Bereich zuzuschreiben. Diese Art Schallemission tritt bei den SD und NSW Proben bei der beobachteten σ_0 auf. Bei CD sind beide Bereiche von Anfang an vorhanden. Dies stimmt überein mit der Beobachtung, daß Matrixrißbildung in diesem Werkstoff bei niedrigen Spannungen einsetzt.

Es ist zu erkennen, daß es einen Übergang zwischen der Bildung kurzer und langer Matrixrisse gibt. Beim System SD, bei dem mittlere Grenzflächenschersfestigkeit und nur mäßige thermische Spannungen vorhanden sind, wird nur Kurzrißbildung gefunden. Bei NSW 130 , das eine kleinere τ , aber höhere thermische Spannungen aufweist, werden unter Zugbelastung lange, aber unter Biegebelastung kurze Risse gebildet.

Bei CD mit einem sehr kleinen τ und hohen thermischen Spannungen werden im Biegeversuch lange Risse gesehen. Hier treten bei höheren Spannungen zusätzlich kurze Risse auf. Daher ist festzuhalten, daß die Art der Rißbildung nicht

nur von der Versuchsart abhängt, wie Evans und Marshall [101] angeben, sondern auch von der Grenzflächenscherfestigkeit.

Die schräge Lage dieser kurzen Risse vor allem bei höheren Spannungen zeigt, daß ein mehrachsiger Spannungszustand vorhanden ist. Bei den verwendeten Biegeproben können Querspannungen durch das hohe Verhältnis Breite zu Dicke entstehen. Dadurch wird in der Probenmitte die Querkontraktion verhindert. Wäre die Probe unendlich breit, wäre die verhinderte Dehnung $\epsilon_y = \nu \epsilon_x$ und die aufgebaute Spannung σ_y .

$$\sigma_y = \frac{\sigma_x}{E_{\parallel}} \cdot \nu \cdot E_{\perp} \quad (78)$$

wobei E durch Gl.12 gegeben ist.

Für den Fall des Nicalon verstärkten Duranglases wäre $\sigma_y = 64$ MPa. Nach [93] ist die Bedingung für eine Betrachtung als Platte:

$$b > \sqrt{\frac{5h}{\epsilon_x}}$$

Bei der gewählten Probendicke von 3,2 mm bedeutet dies, daß die Breite größer als 40 mm sein müßte. Der Verlauf der Funktion $\sigma_y = f(b)$ ist nicht bekannt. Sie ist aber keine lineare Funktion, da für kleine Probenbreiten $\sigma_y = 0$ wird.

In der y-Richtung können die Fasern als zylindrische Löcher in der Matrix betrachtet werden an denen eine Spannungskonzentration auftritt. Nach [93] hat ein solches Loch eine Spannungsformzahl von 3, so daß σ_y -Werte von bis zu 180 MPa an der Grenzfläche auftreten können. Obwohl die Zugfestigkeit der Grenzfläche schlecht zu bestimmen ist, dürfte sie in der Größenordnung der Scherfestigkeit liegen. Dies bedeutet, daß die angelegten Spannungen ausreichen dürften, um die Grenzfläche zu zerstören.

Um diesen Effekt zu untersuchen, wurde ein unterbrochener Biegeversuch an SD-Material durchgeführt, wobei die Probendicke gleich der Breite war. Es wurde gesehen (Abb. 104), daß wie bei den früheren Versuchen nur die kurzen Matrixrisse auftraten. Diese verliefen aber fast immer senkrecht zu den Fasern.

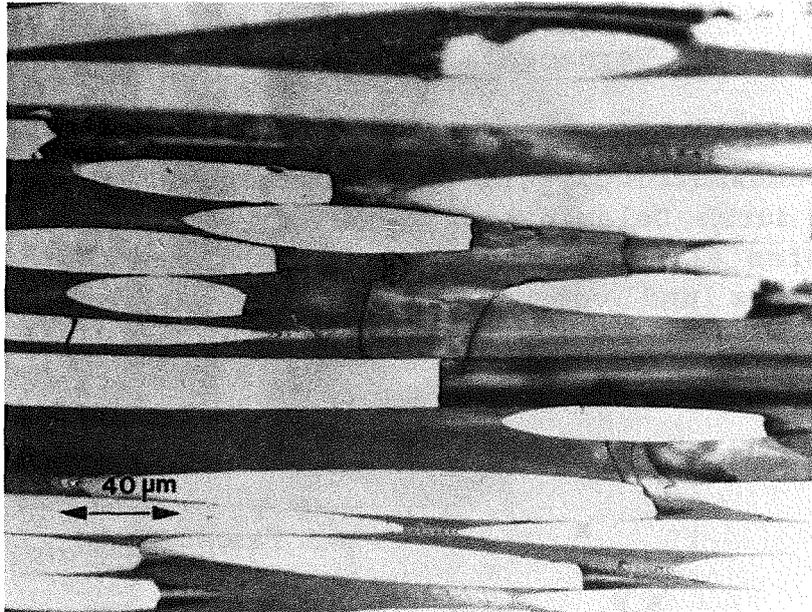


Abb. 104: Matrixrisse in einer SD-Probe, bei der Probenbreite und -dicke gleich sind.

Die Probe aber versagte bei einer relativ geringen Spannung von ca. 600 MPa, im Bereich der Schrägrißbildung der breiteren Proben. Dies bestätigt, daß die Kurzrißbildung eine Eigenschaft des Verbunds ist und, daß sie unabhängig von der Probengeometrie ist. Sie findet bei höheren τ -Werten statt. Vermutlich löst sich die Faser nicht vollständig bei solchen Materialien. Wenn der Matrixriß eine Faser trifft, wird ein schmaler Grenzflächenriß induziert, der entlang der Faser läuft aber die Faser nicht umschließt.

Bei näherer Betrachtung der Matrixrisse wird oft beobachtet, daß an einem Matrixriß nur eine der zwei angrenzenden Fasern von der Matrix abgelöst ist. Dies bedeutet, daß der Matrixriß von der noch intakten Grenzfläche ausgeht. Da die abgelöste Grenzfläche weniger Kraft auf die Matrix übertragen kann, entstehen nach dem ersten Riß Scherspannungen in der Matrix und die folgenden Matrixrisse werden schräg verlaufen. Ein ähnlicher Rißverlauf wird auch beobachtet wenn Fasern die Oberfläche schneiden.

6.1.4. Versagen und Festigkeit

Allgemeines zum Versagen

Bei den Verbundwerkstoffen mit höherer Festigkeit (Duran- und Supremaxmatrices) ist das Versagen weniger durch Pull-Out als durch Delamination gekennzeichnet. Beim Biegeversuch laufen alle Delaminationsrisse in zwei Ebenen, parallel zur x-z und vor allem parallel zur x-y-Ebene (Abb. 105).

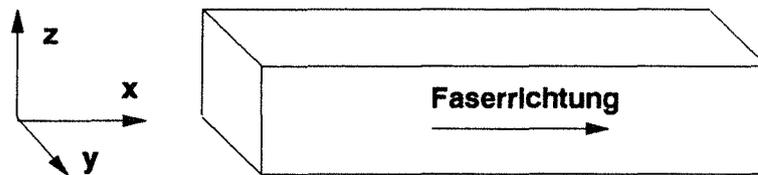


Abb. 105: Definition des Achsensystems

Im Zugversuch ist Delamination nur auf der x-z-Ebene zu beobachten, wobei die Einspannungen in der x-y-Ebene angreifen.

Es zeigte sich, daß das Versagen von einem Bündel Fasern ausgeht. Zusätzlich sieht man, daß eine Delamination nicht unbedingt zum Versagen der Probe führen muß. Es kommt in diesem Fall aber zu einem deutlichen Knick in der Spannungs-Dehnungskurve, der als σ_K gekennzeichnet wird. Daher scheint es, daß es eine kritische Bündelgröße gibt, deren Überschreiten zum Probenversagen führt. Statistische Überlegungen mit Hilfe der Weibull-Statistik sind für solche Proben theoretisch möglich. Man kann die Wahrscheinlichkeit berechnen, mit der eine Faser brechen wird, nachdem eine benachbarte Faser gebrochen ist (s. Zweben u. Rosen [102] sowie Phoenix u. Harlow [103]). Wenn aber mehr als 3 oder 4 Fasern brechen müssen um den kritischen Zustand für Probenbruch herbeizuführen, ist die Aufstellung der Lösungsgleichungen praktisch nicht mehr zu bewältigen.

Die Weibullstatistik kann aber benutzt werden, um das Verhältnis der Zug- und Biegefestigkeiten zu gewinnen. Wenn man davon ausgeht, daß nur die Fasereigenschaften die Verbundfestigkeiten beeinflussen, kann man dieses Verhältnis folgendermaßen angeben. Sind $P(t)$ und $P(b)$ die Bruchwahrscheinlichkeiten für die belasteten Volumen V_t bzw. V_b im

Zug- bzw. Biegeversuch und σ_0 , m , V_0 die charakteristische Festigkeit, der Weibullmodul und das Bezugsvolumen bei dem Zugversuch an diesen Fasern, dann ist:

$$P_f(t) = \exp \left[\frac{-V_t}{V_0} \left(\frac{\sigma_t}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (79)$$

$$P_f(b) = \exp \left[\frac{-V_b}{V_0(2m+1)^2} \left(\frac{\sigma_b}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (80)$$

Gleichsetzen von $P_f(t)$ und $P_f(b)$ ergibt:

$$\frac{\sigma_t}{\sigma_b} = \left[\frac{V_t(2m+1)^2}{V_b} \right]^{\frac{1}{m}} \quad (81)$$

Etwaige Degradation von Fasern während der Herstellung spielen hier eine untergeordnete Rolle (da σ_0 in Gl. 81 nicht vorkommt). Da m sehr klein ist, wird es dadurch nur wenig beeinflusst. An den Beispielen von SD17D2 und NSW130 kann gesehen werden, daß Gl. 81 eine gute Annäherung ergibt. Für SD17D2 liegt die Biegefestigkeit bei 788 MPa mit einem Probenvolumen von ca. 1515 mm³ und die Zugfestigkeit bei 491 MPa (belastetes Volumen ca. 360 mm³). Gl. 81 ergibt eine Zugfestigkeit von ca. 412 MPa. Bei NSW130 sind die Biege- bzw. Zugfestigkeiten 650 bzw. 427 MPa. Die errechnete Zugfestigkeit liegt bei 376 MPa. In allen Fällen (die gleichen Berechnungen wurden auch für SD27AB durchgeführt) liegt der berechnete Wert etwas unterhalb des tatsächlich gemessenen. Da, vor allem bei Duranmatrices, die Zugfestigkeiten im Bereich der Matrixrißbildung liegen, ist dies nicht verwunderlich. Die oben ausgeführten Überlegungen gehen davon aus, daß die Matrix keine Rolle mehr beim Versagen des Verbundes spielt. In diesem Spannungsbereich der Zugproben ist dies offenbar nicht der Fall. Hier muß ein Anteil der Verbundfestigkeit von der Matrix berücksichtigt werden. Es ist allerdings zweifelhaft, ob Matrixrißbildung von der Weibullstatistik erfaßt werden kann [104].

Diese Ausführungen deuten darauf hin, daß die hier behandelten Materialien nur begrenzt mehrfache Rißbildung zeigen. D. h. daß die Ungleichung (15) im Falle eines großen belasteten Volumens gerade noch erfüllt wird. Bei einem relativ großen belasteten Volumen ist die Wahrscheinlichkeit, daß ein Matrixriß bei seiner Entstehung Faserbrüche verursacht, signifikant.

Im Zugversuch wurden Längsrisse nur in der x-z-Ebene beobachtet. Der Grund dafür ist in der Art der Einspannung zu finden. In diesem Bereich wird die Querkontraktion durch

die Aufleimer verhindert und es entstehen Spannungen normal zur x-z-Ebene. Der maximale Wert wird erreicht wenn keine Querdehnung zugelassen wird; sie beträgt dann :

$$\sigma_y = \frac{\sigma_x}{E_{\parallel}} \cdot \nu \cdot E_{\perp}$$

Wenn E_{\perp} , der E-Modul des Verbundes senkrecht zur Faserrichtung durch das Reuss-Modell (Gl. 12) gegeben wird und $\nu = 0,19$, wird σ_y für Nicalon/Duran bei einer angelegten Spannung von 450 MPa ca. 60 MPa betragen. Dieser Wert liegt in der Größenordnung der Querfestigkeit des Verbundes, die, obwohl nicht gemessen, zwischen τ und σ_{mu} liegen dürfte. Sie führt auch zu einer geringfügigen Erhöhung der axialen Spannung im Bereich der Einspannung. Gl. 78 gibt nur einen integralen Wert für diese Spannung an. Sie sind aber in der Nähe des freien Randes am höchsten, wo auch die selten vollkommenen eliminierten Biegespannungen ihr Maximum haben. Daher ist zu erwarten, daß das Versagen von dieser Stelle ausgeht. Dies wurde oft beobachtet. Eine Tailierung der Probe wäre demnach vorteilhaft. Die vorgenommene Tailierung (siehe Kap. 4) erbrachte aber keine wesentliche Verbesserung. Um eine weitere Tailierung ohne Versagen an den Rändern zu riskieren hätten längere Proben verwendet werden müssen. Dies war aus herstellungstechnischen Gründen nicht möglich. Daher müssen die gemessenen Werte als Unterschätzung der tatsächlichen Werte angesehen werden.

Bei den Biegeproben spielen Querkontraktionsspannungen eine untergeordnete Rolle. Das Vorhandensein ähnlicher Spannungen kann aber durch Messung der Poissonzahl an Biegeproben mit Hilfe von Dehnungsmeßstreifen (DMS) beispielhaft demonstriert werden. Gekreuzte DMS wurden verwendet, um an der gleichen Stelle der Probe die Längs- und Querdehnungen zu messen und somit die Poissonzahl zu gewinnen. Der gemessene Wert beträgt ca. 0,17 im Vergleich zu dem erwarteten Wert von 0,19. Dies bedeutet, wie im vorherigen Abschnitt beschrieben wurde, daß auch im Biegeversuch die Querkontraktion verhindert wird.

In einer 3 Pkt. Biegeprobe sind aber zusätzlich zu den normalen Biegespannungen auch longitudinal Scherspannungen vorhanden. Diese haben ihr Maximum an der neutralen Achse und sind gleich Null an den mit Zug- und Druckspannungen belasteten freien Oberflächen. Diese Schereigenen Spannungen in der x-y-Ebene sind im Gegensatz zu denen in der x-z-Ebene immer vorhanden und werden verstärkt durch das Versagen von Fasern oder von Faserbündeln. Daher wird ein Riß, der an der Oberfläche durch den Bruch eines Faserbündels

erzeugt wird, mit zunehmendem Fortschritt in Richtung der neutralen Achse immer versuchen, auf die x-y-Ebene auszuweichen. Da im 3 Pkt.-Versuch die Scherspannung auch mit zunehmender Entfernung in der x-Richtung von der mittleren Belastungsrolle abnimmt, wird ein solcher Scherriß sich nur bis zu einer bestimmten Länge ausbreiten können. Der Widerstand dagegen ist in erster Näherung durch die Verbund- oder interlaminare Scherfestigkeit τ_s gegeben. Je kleiner τ_s , desto mehr werden sich solche Delaminationsrisse ausbreiten. Ein sehr niedriges τ_s ist aber nicht erstrebenswert, da das Versagen einzelner Fasern solche Delaminationen erzeugen könnte. Ein hohes τ_s bedeutet, daß die Probe wenige Delaminationen zeigen sollte und die Probe eher im klassischen Sinne durch Normalspannungsbruch versagen würde.

Bei Delamination spielt Pull-Out keine Rolle und die σ - ϵ -Kurve ist durch den abrupten Abfall nach der maximalen Spannung gekennzeichnet. Wenn Pull-Out als energieverzehrender Versagensmechanismus gewünscht wird, ist gleichzeitig ein hohes τ_s und eine niedrige Grenzflächenscherfestigkeit anzustreben. Da τ_s sich durch die Grenzflächenscherfestigkeit und die Matrixscherfestigkeit zusammensetzt, ist eine höhere Matrixscherfestigkeit vorteilhaft.

Nach dem Auftreten der ersten Delamination ist der Spannungszustand in der Probe unbestimmt. Bei einer niedrigen τ_s wird der Delaminationsriß bei steigender Last weiter durch die Probe getrieben, so daß die Probe letztendlich in zwei Teile längsgeteilt wird. Bei einem höheren τ_s werden die Normalspannungen in dem noch intakten Teil der Probe die Biegefestigkeit erreichen und der Riß wird erneut senkrecht zu den Fasern wachsen. Damit werden neue Delaminationen verursacht und der oft beobachtete Zick-Zack Verlauf der Delamination tritt auf. Dies kann in einem treppenförmigen Abfall der σ - ϵ -Kurve resultieren.

Bruchverhalten der einzelnen Varianten

Duranmatrices

Diese Materialien zeigen, unabhängig von der Art der Verstärkungsfasern, das größte Ausmaß an Delamination unter den hier untersuchten Werkstoffen. Im Biegeversuch fangen die Delaminationsrisse fast direkt an der Zugoberfläche an. Relativ wenige Fasern versagen, bevor solche Risse entstehen, d.h. die kritische Faserbündelgröße ist klein. Trotz-

dem ist die Festigkeit unter den Nicalon verstärkten Varianten am höchsten.

Im Nicalon verstärkten Duranglas sind nur kurze Matrixrisse beobachtet worden. Die Ribbildung findet nur in begrenzten Bereichen statt und es gibt viele Gebiete in der Matrix, die bis zum Probenbruch keine Mikrorisse aufweisen. Dadurch werden in den Gebieten um die Mikrorisse lokal die Fasern erhöht belastet. An diesen Stellen wird der Verbund versagen.

Die C-faserverstärkten Matrices haben bei optimalen Preßbedingungen die höchsten gemessenen Festigkeiten und E-Moduln der untersuchten Verbundwerkstoffen. Dies liegt an der hohen Festigkeit und Steifigkeit der Fasern. Es ist aber in diesem System zu erkennen, daß ein niedriger τ -Wert nicht unbedingt zu Pull-out führen muß.

Aus den vorhergehenden Überlegungen ist die Neigung zu Delamination eine Funktion der Matrixscherfestigkeit. Die Festigkeitsbestimmungen an den reinen Gläsern haben gezeigt, daß von den untersuchten Matrixmaterialien das Duranglas die kleinste Biegefestigkeit besitzt. Gleichfalls zeigen die Ergebnisse der Arcan-Versuche, daß die Scherfestigkeit von den Nicalon/Supremax-Proben deutlich oberhalb der von Nicalon/Duran liegt. Hierbei ist zu unterscheiden zwischen der Matrixscherfestigkeit und der Matrixrißbildungsspannung. Die letztere ist auch von den Grenzflächeneigenschaften abhängig, die Matrixscherfestigkeit nur von der Matrix.

Nicalon verstärktes Supremaxglas

Bei dieser Variante ist Delamination der bestimmende Versagensmechanismus im Biegeversuch. Pull-out aber wird im Zugversuch beobachtet, obwohl dadurch kein wesentlicher Beitrag zur Bruchenergie zustande kommt. Von allen untersuchten Werkstoffen zeigt dieser die größte Streuung der Ergebnisse im Biegeversuch. Es wurde auch festgestellt, daß Fasern bei relativ kleinen Spannungen brechen. Dies ist der Hauptgrund für das Abweichen der σ - ϵ -Kurve vom linearen Verlauf bei mittleren Spannungen. Es ist zu vermuten, daß während der Herstellung die Fasern beschädigt wurden. Hierfür spricht auch die z.T. geringere Härte, die bei der Kalibration der Marshall-Versuche gemessen wurde. HRAES-Messungen [98] zeigen keine Änderung in der Faserzusammensetzung im Vergleich zum Ausgangszustand. Daher ist es am

wahrscheinlichsten, daß die Schädigung durch strukturelle Veränderungen in den Fasern zustande kommt. Für Nicalon-Fasern, die in Luft geglüht werden, ist eine Degradation der Eigenschaften im Bereich der Preßtemperaturen (1250°C) hinreichend dokumentiert [105,106]. Diese Degradation wird sowohl durch Oxidation als auch durch Kristallisationsvorgänge verursacht. Obwohl die Nicalon verstärkten Supremax- und Duranproben bei den gleichen Temperaturen gepreßt wurden, ist die Anzahl der Fasern in den Duranproben, die bei mittleren Spannungen brechen, viel kleiner. Die Fasereigenschaften werden eher erhalten als bei den Supremaxmatrices. HRAES-Untersuchungen an Nicalon verstärkten Duranproben zeigen [98], daß Bor in den Fasern ca. 200-400nm hinein diffundiert und auch in der C-reichen Zwischenschicht vorhanden ist. Bor wird oft eingesetzt als Sinteradditiv bei SiC. Seine Wirkungsweise ist nicht völlig verstanden, hier aber scheint es die Fasern thermisch zu stabilisieren.

Eine in diesem Zusammenhang interessante Frage ist die beobachtete mehrfache Rißbildung in den Fasern, die zusammen mit mehrfacher Matrixrißbildung auftritt. Dies ist nur möglich, wenn nach der Entstehung des ersten Risses in Faser und Matrix beide in einer Entfernung vom ersten Riß weiter belastet werden. Dies ist möglich wenn der erste Riß sich nur über wenige Faserabstände erstreckt. Die Kraft kann dann über die noch intakten benachbarten Gebiete auf die erste Faser und ihre umgebenden Matrixbereiche übertragen werden. Die mehrfachen Faserbrüche bedeuten, daß die Bruchdehnung der Fasern lokal erheblich kleiner ist als der Durchschnittswert, in diesem Fall ungefähr die Hälfte.

6.2. Hochtemperatureigenschaften

6.2.1 Kurzzeiteigenschaften im Biegeversuch

Bei allen untersuchten Chargen geht der E-Modul mit zunehmender Temperatur zurück. Bis zum Glastransformationsbereich um T_g ist die Abnahme relativ klein und beträgt weniger als 10%. Manns [95] hat an Duranglas den E-Modul über einen weiten Temperaturbereich bestimmt. Von Raumtemperatur bis 470°C steigt er um 4,9% und fällt danach steil ab. Daraus folgt, daß die Abnahme des gemessenen E-Moduls im unteren Temperaturbereich durch die Faser verursacht wird. Dadurch werden die Fasern, bei gleicher Dehnung in Faser und Matrix weniger belastet. Wenn die Fasereigenschaften hauptsächlich die Verbundfestigkeit bestimmen, könnte eine Erhöhung der Verbundfestigkeit resultieren. Bei den

Nicalon-verstärkten Duranproben tritt diese auch auf. Visko-elastische Verformungen der Matrix sind nur von Bedeutung im Bereich von T_g und fallen daher aus als Erklärung für den Festigkeitsanstieg bei den unteren Temperaturen. Bei den A-Glas-Matrices ist auch ein Anstieg der Biegefestigkeit mit zunehmender Temperatur zu verzeichnen. Hier, wie bei Supremaxglas waren keine Daten über die Hochtemperatureigenschaften zugänglich. Der anormale Anstieg des E-Moduls mit zunehmender Temperatur ist aber i.a. für Silikatgläser bekannt und gut dokumentiert [107].

Der steile Abfall des E-Moduls geschieht für Nicalon-verstärktes Duran bei Temperaturen zwischen 600 und 650 °C. Diese Temperatur ist deutlich (ca. 100°C) höher als T_g für Duranglas. In [95] liegt für ähnliche Belastungsgeschwindigkeiten wie in der vorliegenden Arbeit sogar der Anfang des steilen Abfalls deutlich unterhalb T_g . Im Verbund gibt es also in diesem System eine Erhöhung der effektiven T_g .

6.2.2 Kriecheigenschaften

Es ist festzustellen, daß die Kriechdehnung deutlich erniedrigt wird durch den Einbau von Fasern in der Glasmatrix, z.B. bei 400°C bricht das unverstärkte Glas nach wenigen Stunden unter einer Belastung von 80 MPa. Bei der gleichen Matrixspannung im Verbund (die hier einer angelegten Spannung von ca. 150 MPa entspricht) ist die Kriechdehnung klein und die Probe zeigt nur transientes Kriechen. Nach ca. 50 h ist die Kriechgeschwindigkeit praktisch Null. Bei 500°C (noch unterhalb T_g) dehnt sich das unverstärkte Glas in 66h bei einer Spannung von nur 20 MPa über 2%. Bei der gleichen Temperatur dehnt sich der Verbund in knapp 50h bei einer Spannung von 300 MPa, die nach der einfachen Mischungsregel einer Belastung der Matrix von über 150 MPa entsprechen würde, weniger als 3 o/oo.

Aus apparativen Gründen war es nicht möglich, die Kriecheigenschaften der Nicalon-Fasern zu bestimmen. Simon und Bunsell [108] berichten aber, daß bei 1000°C und 600MPa die gesamte Kriechdehnung nach ca. 100h weniger als 1% beträgt und daß das Kriechen hauptsächlich durch ein logarithmisches Gesetz zu beschreiben ist. Daher können die Fasern als kriechunempfindlich bei den hier interessierenden Temperaturen betrachtet werden.

Wenn die Fasern sich nur elastisch verformen, aber die Matrix kriecht, sind die Dehnungen in den zwei Komponenten unterschiedlich. Da dies nicht möglich ist, wenn die Fasern parallel zur Belastungsrichtung ausgerichtet sind, ohne Schädigungen in der Probe zu induzieren, die nicht beobachtet wurden, werden die Fasern durch Scherspannungen an der Grenzfläche zusätzlich belastet. Die Spannung in der Matrix und damit ihre Kriechgeschwindigkeit nehmen daher ab. MacLean [109] stellt fest, daß ein Gleichgewichtszustand erreicht wird, bei dem die Verbundkriechgeschwindigkeit Null wird, und die gesamte Spannung von den Fasern getragen wird. Die kritische Dehnung ist dann:

$$\epsilon_k = \sigma / (E_f V_f) \quad (81)$$

Um bei Versuchen bei niedrigen Temperaturen, bei denen ein solcher Gleichgewichtszustand erreicht wird, ϵ_k zu berechnen, muß E_f bei der entsprechenden Temperatur bekannt sein. Nach den Ausführungen in Kap. 6.2.1 ist E_f kleiner als der Raumtemperaturwert, der genaue Wert ist jedoch nicht zugänglich. Einsetzen der Raumtemperaturwerte von 200 GPa wird daher zu kleine Schätzwerte für ϵ_k liefern. In diesem Fall und bei $V_f = 0,42$ bekommt man für eine Spannung von 150 MPa $\epsilon_k = 1,78$ o/oo und für 300 MPa $\epsilon_k = 3,56$ o/oo. Beide Werte sind deutlich höher als die gemessene Kriechdehnung bei 400°C, bei welcher Temperatur die Kriechgeschwindigkeit am Versuchsende praktisch Null ist. Gl. 82 kann aber als obere Grenze für die Enddehnung angesehen werden. Sie geht davon aus, daß bei ϵ_k die gesamte Belastung von den Fasern getragen wird und, daß die Matrix bei jeder Spannung kriecht. Bei 400°C ist die Kriechdehnung des Glasses gering, wobei die Kriechgeschwindigkeit stetig abnimmt. Daher wird die treibende Kraft für die Spannungsübertragung zusätzlich kleiner und der Prozeß wird eher anhalten. Es ist zugleich unwahrscheinlich, daß die Kriechrate der Fasern wirklich immer Null ist. Mit einer kleinen transienten Kriechdehnung ist zu rechnen, die durch die erhöhte Belastung größer sein wird als für die Fasern allein unter den gleichen Bedingungen.

Ausgehend von den oben ausgeführten Überlegungen hat MacLean ein Kriechgesetz für den Fall des stationären Matrixkriechens aufgestellt [110]. Da das Glas hauptsächlich transientes Kriechen zeigt, ist dieser Ansatz für die hier untersuchten Materialien nicht anwendbar. Er kann aber für transientes Kriechen modifiziert werden.

Nach [110] ist die Kriechgeschwindigkeit der Fasern und der Matrix gleich. Daher kann die Kriechkinetik von nur einer Komponente untersucht werden. Die Kriechgeschwindigkeit der Matrix ist durch die Abnahme der Spannung in der Matrix und ihr eigenes Kriechgesetz bestimmt. Wird für das Kriechgesetz der Matrix Gl. 75 angesetzt, ergibt sich:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_f = \dot{\epsilon}_m = \frac{1}{E_m} \frac{d\sigma_m}{dt} + A \left(\frac{t}{t_0} \right)^{-C} \quad (82)$$

Für die unverstärkte Matrix ist

$$\epsilon = \frac{A \cdot t_0}{1-C} \left(\frac{t}{t_0} \right)^{1-C} + \epsilon_0 \quad (83)$$

wobei es angenommen wird, daß A spannungsunabhängig ist. Es folgt:

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{E_m} \frac{d\sigma_m}{dt} + A \left[\frac{(\epsilon - \epsilon_0)(1-C)}{A \cdot t_0} \right]^{\frac{C}{C-1}} \quad (84)$$

da $\sigma_c = \sigma_f \cdot V_f + \sigma_m \cdot V_m$ bzw. $\sigma_c = \epsilon \cdot E_f \cdot V_f + \sigma_m \cdot V_m$ und $\frac{d\sigma_c}{dt} = 0$ ist

$$\frac{d\sigma_m}{dt} = -\dot{\epsilon} \frac{E_f V_f}{V_m} \quad (85)$$

wird

$$\dot{\epsilon} = -\frac{E_f V_f}{E_m V_m} \cdot \dot{\epsilon} + A \left[\frac{(\epsilon - \epsilon_0)(1-C)}{A \cdot t_0} \right]^{\frac{C}{C-1}} \quad (86)$$

bzw.

$$\dot{\epsilon} = A^* \cdot (\epsilon - \epsilon_0)^{C^*} \quad (87)$$

$$\text{mit } C^* = \frac{C}{C-1}$$

Man sieht, daß dieses Modell nur Gültigkeit haben kann für $C < 1$.

Die Anpassung der Daten mit Hilfe des Programmpakets SAS ergibt meistens gute Ergebnisse (s. z.B. Abb. 106). Bei Temperaturen von 400 und 500°C sind die gemessenen Kriechgeschwindigkeiten bei höheren Dehnungen kleiner als die vorhergesagten. Dies hat verschiedene Gründe. Es wurde festgestellt, daß die kritische Dehnung ϵ_k nicht erreicht wird. Der Prozeß der Spannungsumlagerung hört bei höheren Dehnungen auf, so daß die Matrix doch Spannungen trägt, ohne zu kriechen. Zweitens, wie aus Tab. A2 ersichtlich ist, sind A und C von der angelegten Spannung abhängig.

Bei 400°C ist C am größten bei niedrigen Spannungen. Da mit zunehmender Kriechdehnung die Spannung in der Matrix abfällt, wird C und somit C^* größer. Die Kriechgeschwindigkeit fällt daher schneller ab. Der dritte Grund ist messtechnischer Natur. Bei sehr kleinen Kriechgeschwindigkeiten ist der relative Meßfehler bedingt durch die Empfindlichkeit des Wegaufnehmers und der anschließenden Digitalisierung größer.

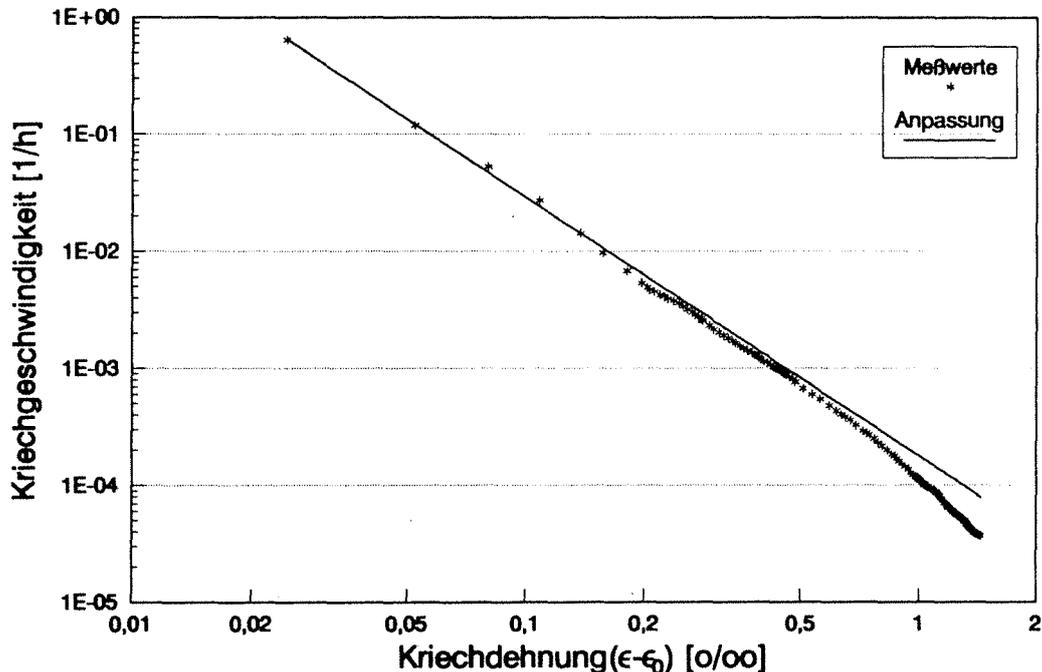


Abb. 106: Anpassung der aufgenommenen Kriechdaten bei 600°C und 150 MPa nach Gl. 87

Die Ergebnisse dieser Anpassungen sind in Tab. 38 dargestellt. Hierbei ist zu betonen, daß die Werte für ϵ_0 nicht vorgegeben wurden; sie sind auch durch die statistische Anpassung berechnet worden. Sie stimmen sehr gut überein mit den Werten, die man von der Hooke'schen Gleichung erwartet.

Bei 600°C und Spannungen von 300 und 350 MPa weichen die $\ln \dot{\epsilon}$ gegen $\ln(\epsilon - \epsilon_0)$ Kurven nach zuerst guter Übereinstimmung vom erwarteten Verlauf zu höheren Geschwindigkeiten ab. In beiden Kriechkurven (Abb. 73) ist ausgeprägtes ternäres Kriechen zu beobachten. Hier wurden auch deutliche Faserisse gesehen.

Tab. 38: Ergebnisse der Anpassungen der Kriechdaten an
Gl. 87

Temperatur [°C]	σ [MPa]	ϵ_0 [o/oo]	A^*	C^*	A'	c'
400	150	0,966	0,0667	-1,313	6,5	0,567
	300	2,035	0,649	-1,075	61,2	0,518
500	150	1,028	0,124	-1,74	38,2	0,635
	300	2,098	0,302	-2,217	118,6	0,689
600	150	1,177	0,178	-2,209	69,8	0,688
	300	2,36	2,728	-2,350	1097,1	0,701
	350	1,616	7,322	-3,615	2916,3	0,783
550 (SD109)	300	0,976	0,096	-2,33	38,5	0,708

Es ist daher festzustellen, daß das Versagen der Fasern für das ternäre Kriechen verantwortlich ist. Wenn die angelegte Spannung vollständig von den Fasern getragen wird, sind für die zwei betrachteten Fälle die Spannungen in den Fasern 714 bzw. 833 MPa statt im kurzzeitigen Biegeversuch 480 bzw. 560 MPa. Diese Faserspannungen beim Kriechen entsprechen einer angelegten Spannung von 446 bzw. 520 MPa im Kurzzeitversuch. Da bei diesen Spannungen im Biegeversuch keine Faserbrüche beobachtet wurden, kann man schließen, daß Kriechschädigung der Fasern doch eine wesentliche Rolle in diesem Kriechbereich spielt. Bei Kriechversuchen an Nicalon-Fasern bei Temperaturen zwischen 1000 und 1300°C haben Simon und Bunsell [107] eine "threshold" Spannung gefunden, unterhalb derer kein Kriechen stattfindet. Je höher die Temperatur, desto niedriger liegt sie. Bei 1100 °C liegt sie bei 300 MPa. Daher sind die Feststellungen, daß die Fasern nicht kriechen und, daß Kriechschädigungen der Fasern eintritt nicht inkompatibel. Diese threshold-Spannung würde auch erklären wieso bei 600°C und 150 MPa die Kriechdehnung klein bleibt. Bei diesen Bedingungen paßt Gl. 86 zu den gemessenen Daten über den ganzen Versuchszeitraum. Dies könnte allerdings durch das gleichzeitige Auftreten von geschwindigkeitsreduzierenden und -beschleunigenden Mechanismen verursacht werden.

7 Zusammenfassung

Nach eingehenden Untersuchungen bekannter Prüftechniken wurden angepaßte Prüfmethode für die Bestimmung der Zug-, Biege- und Schereigenschaften der zu untersuchenden Materialien angewendet.

Die thermisch induzierten Eigenspannungen der untersuchten Werkstoffe wurden berechnet. Es zeigte sich, daß diese Spannungen die Spannung, bei der Matrixrißbildung stattfindet, deutlich beeinflussen. Sie haben aber weniger Bedeutung für die Grenzflächeneigenschaften. Diese werden, bei Verstärkung mit Nicalon-Fasern, durch die Bildung einer C-reichen Schicht bestimmt. Bei den Supremax und "A-Glas" Matrices werden die Eigenspannungen weiter durch Ausscheidungen in der Matrix modifiziert.

Von den vier hier betrachteten Verbundwerkstoffen hat C-faserverstärktes Duranglas die höchste Festigkeit. Dies liegt an den Eigenschaften der verwendeten Fasern. Diese Variante zeigt aber das sprödeste Bruchverhalten. Unter den Nicalon-verstärkten Materialien hat das Duranglas die höchste Festigkeit, die ca. 50 MPa über der der Supremax-Matrices liegt. Das verstärkte "A-Glas" hat die deutlich niedrigste Festigkeit. Die Abnahme der Festigkeit läßt sich durch die Fasereigenschaften erklären. Bei Supremax Matrices wurden bei relativ niedrigen Spannungen Faserrisse beobachtet, was bei Duran-Matrices nicht auftritt, wenn von präparationsbedingten Fehlern abgesehen wird. Da bei diesen zwei Verbundwerkstoffen die Preßtemperaturen gleich sind, ist dieser Unterschied durch die Chemie der Gläser zu erklären. Bei Duran-Matrices wurde mikroanalytisch Bor in den Fasern gefunden, das stabilisierend auf das Fasergefüge wirkt. Bei Supremaxglas, das viel weniger Bor enthält, tritt dieser Effekt nicht auf und die Fasern werden eher durch den Preßvorgang beschädigt. Im Fall der "A-Glas" Matrices wird, wegen des Viskositäts-Temperaturverlaufs des Glases, eine höhere Preßtemperatur benötigt. Diese höhere Temperatur ist aber für die Fasern von Nachteil, ihre Festigkeit und damit die Verbundfestigkeit nimmt ab.

Im allgemeinen kann die Festigkeit solcher Werkstoffe durch statistische Überlegungen beschrieben werden. Solange die Verbundfestigkeit erheblich größer ist als die Matrixrißbildungsspannung, sind nur die Festigkeitseigenschaften der Fasern maßgebend. Um Versagen des Verbunds einzuleiten, muß ein Bündel Fasern versagen. Durch eine

Weibullanalyse lassen sich die Biege- und Zugfestigkeiten miteinander korrelieren.

Die Art des Versagens, entweder durch Delamination oder durch Pull-out, hängt auch von der Festigkeit der Matrix beim Versagen der Faserbündel ab. Hat die Matrix eine geringe Festigkeit bzw. ist sie durch Matrixrisse geschwächt, ist Delamination der vorherrschende Versagensmechanismus. Bei höherer Matrixfestigkeit wird Pull-out wahrscheinlicher, das auch von der Grenzflächenscherfestigkeit abhängt. Zum Beispiel ist bei C-faserverstärktem Duranglas τ niedrig, aber es kommt zu Versagen durch Delamination, da Duran von den angewendeten Matrices die geringste Festigkeit hat und beim Versagen die Matrix zusätzlich durch Risse, die z.T. schräg zu den Fasern liegen, geschwächt ist. Die Tendenz durch Pull-out zu versagen steigt mit der Matrixfestigkeit von Duran über Supremax zum "A-Glas".

Die Spannung, bei der Matrixrißbildung einsetzt, läßt sich mit den vorgestellten Modellen beschreiben. In den Fällen, wo lange Risse auftreten, gilt das Modell von Aveston, Cooper und Kelly [8,9]. Hier sind die Grenzflächenscherfestigkeiten klein, wie bei C/Duran und SiC/Supremax(NSW130). Bei höheren τ -Werten werden kurze Risse gebildet, die durch die Modelle von Marshall et al.[12] bzw. Budiansky et al.[14] eher angepaßt werden können. Die Art der Rißbildung hängt bei τ -Werten im Übergangsbereich auch von der Versuchsart ab. Bei Biegeversuchen ist die Tendenz zu kurzen Rissen, bei Zugversuchen zu langen Rissen gegeben. Dies liegt an der Spannungsverteilung bei den zwei Versuchsanordnungen. Durch Schallemissionsanalyse wurde gezeigt, daß, vor allem bei SiC/Duran, Ablösevorgänge an der Grenzfläche Matrixrißbildung vorausgehen. Mit dieser Technik konnte auch das Einsetzen von Faserrissen eindeutig bestimmt werden.

Die höchste Matrixrißbildungsspannung wurde bei SiC/Duran beobachtet. Dies wird durch die relativ hohe Grenzflächenscherfestigkeit und die niedrige Vorspannung der Matrix erklärt. Bei SiC/Supremax ist τ niedriger und die Vorspannung der Matrix größer, so daß σ_0 niedriger liegt. Bei C/Duran, bei dem die Fasern wegen ihres hohen E-Moduls einen größeren Anteil der Last tragen, ist auf Grund des sehr kleinen τ -wertes σ_0 niedrig. Hierdurch wird die Wichtigkeit der Grenzflächenscherfestigkeit unterstrichen.

Die Messung der Biegeeigenschaften bei hohen Temperaturen bei SiC/Duran zeigt, daß die Festigkeit von Raumtemperatur bis 600°C ansteigt und dann bei höheren Temperaturen abfällt. Dies wird erklärt durch die Zunahme der Matrixsteifigkeit bei gleichzeitiger Abnahme der Fasersteifigkeit. Da die Fasereigenschaften die Verbundfestigkeit bestimmen, wird eine höhere Bruchdehnung und bei einem nur geringfügig kleineren E-Modul des Verbundes eine höhere Bruchspannung erreicht. Zusätzlich wird die effektive T_g des Verbunds gegenüber der des Glases zu höheren Temperaturen verschoben.

Im Fall von SiC/Supremax ist genau das Gegenteil zu beobachten. Hier wird T_g durch die Ausscheidungen in der Matrix im Verbund deutlich herabgesetzt. In diesem System wird auch keine Erhöhung der Festigkeit mit zunehmender Temperatur beobachtet. Es wird aber eine Zunahme der Bruchenergie registriert, die durch zunehmendes Pull-out mit ansteigender Temperatur bedingt ist. Dies impliziert, daß entweder die Matrix sich verfestigt oder daß τ mit zunehmender Temperatur abnimmt.

Bei A- Glas Matrix bleiben die Eigenschaften über den untersuchten Temperaturbereich annähernd konstant.

Beim Kriechen bewirkt die Zugabe von Nicalonfasern zum Duranglas eine große Herabsetzung der Kriechgeschwindigkeit. Da die Dehnung beider Komponenten im Verbund gleich ist und die Fasern kaum kriechen, werden die Spannungen im Verbund umverteilt, so daß die Fasern einen immer größer werdenden Lastanteil tragen. Ist das Kriechgesetz der Matrix bekannt, kann ein Kriechgesetz für den Verbund aufgestellt werden. Im vorliegenden Fall wurde hierbei eine gute Übereinstimmung zwischen Theorie und Praxis erreicht.

Insgesamt wurden die Möglichkeiten faserverstärkter Gläser aufgezeichnet. Die untersuchten Materialien besitzen hohe Festigkeiten. Die Bruchenergien, obwohl viel höher als die der Matrixgläser, könnten durch einen höheren Pull-out-Anteil in der Bruchfläche weiter gesteigert werden. Hierzu müssen sowohl die Grenzflächeneigenschaften als auch die Matrixfestigkeit optimiert werden.

8 Literaturverzeichnis

- 1 Chawla K.K.
"Composite Materials, Science and Engineering"
Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1987
- 2 H.Poritsky
"Analysis of Thermal Stresses in Sealed Cylinders
and the Effect of Viscous Flow during Annealing"
Physics 5 (1934), 406-411
- 3 S.D. Timoshenko and J.N. Goodier
"Theory of Elasticity", 3rd Ed., McGraw-Hill
International, Tokyo, 1970
- 4 C-H. Hsueh and P. Becher
"Thermal Expansion Coefficients of Unidirectional
Fibre- Reinforced Ceramics"
J. Am. Ceram. Soc. 71 (1988), C438-441
- 5 W. Voigt
"Lehrbuch der Kristallphysik"
Teubner, Berlin, 1910
- 6 B. Sarkar, M. Mukherjee and A. Natarajan
"A Modification of the Rule of Mixtures in
determining the Strengths of a Composite"
Z.Werkstofftech. 13 (1982), 269-273
- 7 B. Paul
"Prediction of Elastic Constants of Multiphase
Materials"
Trans. Met. Soc. AIME 218 (1960), 36-41
- 8 J. Aveston, G. Cooper and A. Kelly
"Single and Multiple Fracture"
National Physics Lab., Conf. Proc. Nov.1971,
Paper 2,13-26
- 9 A. Kelly
"Mechanical Properties of Fibre-Reinforced
Materials"
in " Chemical and Mechanical Behavior of Inorganic
Materials", Ed. A. Searcy, P. Ragone and
U. Colombo, Wiley-Interscience, 1970, 523-571
- 10 A.C. Kimber and J,G. Keer
"On the theoretical average crack spacing in brittle
matrix composites containing continous aligned
fibers"
J.Mater. Sci. Lett. 1 (1982), 353-354
- 11 D.B. Marshall and A.G. Evans
"Failure Mechanisms in Ceramic Fiber/Ceramic Matrix
Composites"
J. Am. Ceram. Soc 68 (1985), 225-31

- 12 D.B Marshall, B.N. Cox and A.G. Evans
"The Mechanics of Matrix Cracking in Brittle Matrix Composites"
Acta. Metal. 33 (1985), 2013-2021
- 13 J. Aveston and A. Kelly
"Theory of Multiple Fracture of Fibrous Composites"
J. Mater. Sci. 8 (1973), 352-362
- 14 B. Budiansky, J. Hutchinson and A.G. Evans
"Matrix Failure in Fibre-Reinforced Ceramics"
J. Mech. Phys. Solids 34 (1986), 167-189
- 15 D.K. Hale and A. Kelly
"Strength of Fibrous Composite Materials"
Annual Review of Material Science 2 (1972), 465-462
- 16 M.D. Thouless and A.G. Evans
"Effects of Pull-out on the Mechanical Properties of Ceramic-Matrix Composites"
Acta. Met. 36 (1988), 517-522
- 17 M.D. Thouless, Sbaizero, Sigl and Evans
"Effect of Interface Mechanical Properties on Pull-out in SiC-LAS Glass Ceramic"
J. Am. Ceram. Soc. 72 (1989), 525-532
- 18 M. Sutcu
"Statistical Fibre Failure and Single Crack Behaviour in Uniaxially Reinforced Ceramic Composites"
J. Mater. Sci. 23 (1988), 928-933
- 19 Sambell, Briggs, Phillips and Bowen
"Carbon Fibre Composites with Ceramic and Glass Matrices" *ibid* 7 (1972), 663-681
- 20 D.W. Davidge
"Fibre-Reinforced Ceramics"
Composites 18 (1987), 92-98
- 21 S. Yajima, K. Okamura, J. Hayashi and M. Omori
"Synthesis of Continuous SiC Fibres with High Tensile Strength", J. Am. Ceram. Soc. 59 (1976), 324-327
- 22 J.J. Brennan and K.M. Prewo
"SiC Fibre-Reinforced Glass-Ceramic Matrix Composites Exhibiting High Strength and Toughness"
J. Mater. Sci. 17 (1982), 2371-2383
- 23 D.M. Dawson, R.F. Preston and A. Purser
"Fabrication and Materials Evaluation of High Performance Aligned Ceramic Fibre-Reinforced Glass-Matrix Composite "
Silicates Industrielles, 1988, 129-132

- 24 idem
 "Fabrication and Materials Evaluation of High Performance Aligned Ceramic Fibre-Reinforced Glass-Matrix Composite "
 Ceram. Eng. Sci. Proc. 8 (1987), 815-821
- 25 H. Hegeler
 "Herstellung faserverstärkter Gläser und Optimierung ihrer mechanischen Eigenschaften "
 Dissertation, TU Berlin, 1988
- 26 I.W. Donald
 "Methods for Improving the Mechanical Properties of Oxide Glasses"
 J. Mater. Sci. 24 (1989), 4177-4208
- 27 D.B. Marshall
 "An Indentation Method for Measuring Matrix-Fiber Frictional Stresses in Ceramic Composites"
 J. Am. Ceram. Soc 67 (1984), 259-60
- 28 J.F. Mandell, D.H. Grande, T-H. Tsiang and F.J. McGarry
 "Modified Microdebonding Test for Direct In-Situ Fibre/Matrix Bond Strength Determination in Fibre Composites"
 in " Composite Materials: Testing and Design (7th Conf.)" ASTM STP 893, 87-108
- 29 D.C Phillips
 "Interfacial Bonding and Toughness of C-Fibre Reinforced Glass and Glass-Ceramics"
 J. Mater. Sci 9 (1974), 1847-1854
- 30 A. Seerat un Nahi and B. Derby
 "Mechanical Properties of Laminated Pyrex Composites" Proc. 9th Risoe Int Symp. on Metallurgy and Materials Science, Sept. 1988, 463-468
- 31 D.C Phillips
 in "Handbook of Composites Vol. 4", Ed. A. Kelly and S.T. Mileiko, Elsevier,Amsterdamm, 1983, 373-428
- 32 V.C. Nardonne and K.M. Prewo
 "Tensile Performance of Carbon-Fibre-Reinforced Glass" J. Mater. Sci 23 (1988), 168-180
- 33 J. Aveston
 in "The Properties of Fibre Composites", Conf. Proc. NPL,1971, IPC Science and Technology Press, Guildford, 1972, 63-74
- 34 J.J. Brennan and K.W.Prewo
 "Silicon Carbide Fiber-Reinforced Glass Composites UK Patent Appl. GB 2075 490A, 1981

- 35 T.Mah et al.
"Room-Temperature Behaviour of Fibre-Reinforced
Ceramic Matrix Composites"
J. Am. Ceram. Soc. 68 (1985), C27-30
- 36 K.W. Prewo
"Carbon Fibre Reinforced Glass Matrix Composites -
Tension and Flexure Properties" "
J. Mater. Sci. 23 (1988), 2745
- 37 J.F. Jamet, D. Lewis and E.Y. Luh
"Characterisation of Mechanical Behaviour and
Fractographic Observations on Compoglas SiC/LAS
Composites" Ceram. Eng. Sci.Proc 5 (1984), 623- 642
- 38 P.D. Ewins
"Techniques for measuring the mechanical properties
of composite materials"
Proc. Nat. Phys. Lab. Conf. (1974)
- Composites - Standards, Testing and Design
IPC Publ., 144-154
- 39 J.J. Mecholsky
"Evaluation of Mechanical Property Testing Methods
for Ceramic Matrix Composites"
Ceramic Bull. 65 (1980), 315-322
- 40 J.F. Mandell, D.H. Grande and J. Jacobs
"Tensile Behaviour of Glass/Ceramic Composite
Materials at Elevated Temperatures"
J.Eng.for Gas Turbines and Power 109 (1987), 267-273
- 41 G. Popp, H. Böder und U. Gruber
"Ermittlung mechanischer Kenndaten von kohlenstoff-
faserverstärktem Kohlenstoff (CfC) mit Biege- und
Zugversuch"
Z. Werkstofftech. 16 (1985), 252-262
- 42 W. Strobl und B. Illschner
"Mechanische Meßmethoden"
Z.f. Werkstofftechnik 7 (1976), 329-333
- 43 W.Strobl
"Modelluntersuchungen zur Faserverstärkung
keramischer Werkstoffe", *ibid* 10 (1979), 14-23
- 44 D.B. Marshall and W.C.Oliver
"Measurement of Interfacial Mechanical Properties in
Fibre-Reinforced Ceramic Composites"
J. Am. Ceram. Soc. 70 (1987), 542-548
- 45 J.D. Bright, D-K. Sketty, C.W. Griffin and
S.Y. Limage
"Interfacial Bonding and Friction in SiC (Filament)-
Reinforced Ceramic and Glass Matrix Composites"
J. Am. Ceram. Soc. 72 (1989), 1891-98

- 46 D. Rouby and H.Osmani
"Characterization of Interface Debonding in a Ceramic-Ceramic Fibre Composite using the Indentation Method and Acoustic Emission"
J. Mater. Sci. Lett. 7 (1988), 1154-1156
- 47 D. Rouby
" Characterizing Fibre-Matrix Interfaces in Ceramic-Ceramic Composites by the Indentation Technique"
Sci. Ceramics 14, 873-878
- 48 B.S. Spiegel
"An Experimental and Analytical Investigation of the Iosipescu Shear Test for Composite Materials"
M.S. Thesis, Old Dominion Univ. Virginia, USA
August 1984
- 49 Unidirektionale Kohlenstoffasergelege (CfC-Prepreg)
Luftfahrtnorm 29971, Dez.1977
- 50 American Society for Testing and Materials
ASTM D-2344-76
- 51 W.W. Stinchcombe E.G. Henneke and H.L. Price
"Use of the Short-Beam Shear Test for Quality Control of Graphite-Polyimide Laminates"
in "Reproducibility and Accuracy of Mechanical Tests", ASTM STP 626, 1977, 96-109
- 52 S. Lee and M. Munro
"Evaluation of in-plane shear test methods for advanced composite materials by the decision analysis technique" Composites 17 (1980), 13-22
- 53 C.C. Chamis and J.H: Sinclair
"10°-Off Axis Test for Shear Properties in Fiber Composites" Exptl. Mechanics 17 (1977), 339-346
- 54 M. Arcan, Z. Haskin and A. Voloskin
"A Method to Produce Uniform Plane-Stress with Applications to Fiber-Reinforced Materials"
ibid 18 (1979), 141-146
- 55 L Bank-Sills and Y. Bortman
"A Mixed-Mode Fracture Specimen : Analysis and Testing" Int. J. of Fracture 30 (1986), 181-201
- 56 N. Iosipescu
"New Accurate Procedure for Single Shear Testing of Metals" J. of Materials 2 (1967), 537-566
- 57 J.M. Slepetz, T.F. Zageski and R. Novella
"In Plane Shear Test for Composite Materials"
AMMRC-TR-78-30
Army Materials & Mechanics Res. Center, July 1978

- 58 J.A.Barnes, M. Kumosa and D. Hull
"Theoretical and Experimental Evaluation of the Iosipescu Shear Test", *Comp. Sci. Tech.* 28 (1987), 251-268
- 59 J.V. Mullin and A.C. Knoell
"Basic Concepts in Composite Beam Testing"
Mat. Res. and Standards 10 (1970), 16-20
- 60 Dubbel : "Taschenbuch für den Maschinenbau",
14.Auflage. Hrsg.: W.Beitz und K.H.Küttner.
Springer Verlag, Berlin, 1981
- 61 J. Eisenblätter und G. Faninger
"Zur Anwendung der Schallemissionsanalyse in
Forschung und Technik"
Metall 31 (1977), 51-58 und 139-145
- 62 J. Block
"Schallemissionsanalyse als zerstörungsfreies
Prüfverfahren für Faserverbundstrukturen"
DFVLR-Nachrichten, Heft 36, Juni 1982
- 63 Hartford Steam Boiler Inspection Technologies
Betriebsanleitung AET 5500
- 64 K.W. Kim and W.Sachse
"Characteristics of an Acoustic Emission Source from
Thermal Cracking in Glass"
Int. J. Fracture 31 (1984), 2847-2852
- 65 S.H. Lee and H.C. Kim
"Acoustic Emission during Indentation Fracture of
Soda-Lime Glass", *J. Mater. Sci. Lett.* 3 (1984),
907-910
- 66 B.J. Dalgliesh et al.
"The Temperature Dependence of Fracture Toughness
and Acoustic Emission of Polycrystalline Alumina"
J. Mater. Sci. 14 (1979), 2605-2615
- 67 H.Otsuka and H. Scarben
"Variations in Acoustic Emission between Graphite
and Glass-Epoxy Composites"
J. Comp. Mater. 5 (1981), 591-597
- 68 M.G. Phillips, F.J. Guild and B. Harris
"Acoustic Emission Monitoring of GRP and GRP
Structures" *Plastics and Rubber Processing and
Applications* 4 (1984), 1-5
- 69 D. Short and J. Summerscales
"Amplitude Distribution Acoustic Emission Signatures
of Unidirectional Fibre Composite Hybrid Materials"
Composites 15 (1984), 200 ff

- 70 A.A. Pollock
"Acoustic Emission Amplitude Distributions"
Int. Adv. in Nondestructive Testing 7 (1981),
215-239
- 71 R. Knehans, R. Steinbrech and W.Schaarwächter
"Quantitative Correlation of Acoustic Emission to
the Brittle Fracture of Porous Sintered Glass"
Mater. Sci. Eng. 61 (1983), 17-22
- 72 Physical Acoustics Corporation
Produktinformation Locan AT
- 73 S. Yajima, J.Hayashi and M.Omori
"Continuous SiC Fibre of High Tensile Strength"
Chem. Lett. (Chem. Soc. Japan), 1975, 931-934
- 74 S. Yajima, Y. Hasgawa, J. Hayashi and M. Ilimura
"Synthesis of Continuous SiC Fibre of High Tensile
Strength and High Young's Modulus"
J. Mater. Sci. 13 (1978), 2569-2576
- 75 G. Anderson and R. Warren
"Silicon Carbide Fibres and their Potential for Uses
in Composite Materials"
Composites 15, 16-24 and 101-111
- 76 G. Grathwohl, J. Heitzer, B. Meier und D. Spelman
Abschlußbericht " Hochfeste faserverstärkte
Verbundwerkstoffe mit keramischer Matrix,
bruchmechanische Analyse und Mikrostruktur", BMFT
Förderkennzeichen 03M1005C , Univ. Karlsruhe, April
1989
- 77 T.Mah et al.
"Recent Developments in Fibre-Reinforced High
Temperature Ceramic Composites", Cer. Bull. 66
(1987), 304-308
- 78 A.Fareed et al.
"Thermomechanical Properties of SiC Yarn"
ibid 66 (1987), 353-358
- 79 Nippon Carbon
Produktdatenblatt "Nicalon Fasern"
- 80 S.Yajima et al.
"Anomalous Characteristics of the Microcrystalline
State of SiC-Fibres", Nature 279 (1979), 706-707
- 81 A.J. Eckel and R.C. Bradt
"Strength Distributions of Reinforcing Fibres in a
Nicalon Fibre / Chemically Vapour Infiltrated
Silicon Carbide Composite", J. Am. Ceram. Soc. 72
(1989), 455-458

- 82 G. Simon and A.R. Bunsell
"Mechanical and Structural Characterization of the
Nicalon Silicon Carbide Fibre"
J. Mater. Sci. 19 (1984), 3649-3659
- 83 R.W.Davidge and A. Briggs
"The Tensile Failure of Brittle Matrix Composites
Reinforced with Unidirectional Continous Fibres"
J. Mater. Sci. 24 (1989), 2815-2819
- 84 T.Hiramatsu and T.Wischimura
"Recent technological Progress of PAN-Based Carbon
Fibre" Materials and Design 10 (1989), 93-100
- 85 Fa.Toray, Firmenprospekt Kohlefasern
- 86 S.C. Benett and D.J. Johnson
"Stuctural Heterogeneity in Carbon Fibres"
Proc. 5th London Carbon and Graphite Conf.
Soc. Chem. Ind., London 1978, 331 ff
- 87 D.J. Johnson
"The Structure of PAN-Based Carbon Fibres and
Relationship to Physical Properties"
in "Strong Fibres" Ed. W. Watt and B.V. Peron,
North Holland, 1985, 389-444
- 88 Fa. Schott
"Technische Gläser", Produktinformation
- 89 Blakslee et al.
"Elastic Constants of Compression-Annealed Pyrolytic
Graphite", J. Appl. Phys. 41 (1970), 3373-3382
- 90 W.N. Reynolds
"Structure and Mechanical Properties of Carbon
Fibre"Proc. 3rd Conf. on Ind. Carbons and Graphite
Imperial College, London, April 1970
Soc. Chem. Ind., London 1971, 427-430
- 91 K.F.Rogers et al.
"The Thermal Expansion of Carbon-Reinforced
Plastics" J. Mater. Sci. 12 (1977), 712 ff
- 92 S. Köse and G. Bayer
"Foaming in the System Recycled Glass-SiC and
Properties of such Foamed Glasses"
Glastechnische Berichte 55 (1982), 151 ff
- 93 F. McClintock and A.S. Argon
"Mechanical Behavior of Materials"
Addison-Wesley, New York, 1966
- 94 Z.Chi, T-W. Chou and G. Shen
"Determination of Single Fibre Strength Distribution
from Fibre Bundle Testings"
J. Mater. Sci. 19 (1984), 3319-3324

- 95 P. Manns
"Heißbruchfestigkeit und Fließverhalten hochviskoser
Glasschmelzen unter extremer Deformationsbean-
spruchung" Dissertation, T.U. Berlin, 1984
- 96 H. Cohrt
"Mechanik und Mechanismen des Biegekriechens von
reaktionsgebundenem Siliziumkarbid"
Dissertation, Univ. Karlsruhe, 1984
- 97 B. Meier, Univ. Karlsruhe, persönliche Mitteilung
- 98 W. Pannhorst, M. Spallek, R. Brückner, C. Reich,
H. Hegeler, G. Grathwohl, B. Meier, D. Spelman
"Fiber Reinforced Glasses and Glass Ceramics
Fabricated by a Novel Process"
Ceram. Eng. Sci. Proc. 11 (1990), 947-963
- 99 H. Scholze
"Glas - Natur, Struktur und Eigenschaften"
3. Aufl. Springer-Verlag, Berlin, 1988
- 100 J. Heitzer
"Rechnerunterstützte Optimierung von Verbundwerk-
stoffen" Dissertation, Univ. Karlsruhe, 1988
- 101 A.G. Evans and D.B. Marshall
"The Mechanical Behavior of Ceramic Matrix
Composites" Acta Metall. 37 (1989), 2367-2383
- 102 C. Zweben and B.W. Rosen
"A Statistical Theory of Material Strength with
Application to Composite Materials"
J. Mech. Phys. Solids 18 (1970), 189-206
- 103 D.G. Phoenix and S.L. Harlow
"The Chain-of-Bundles Probability Model for the
Strength of Fibrous Composites I and II"
J. Comp. Mater. 12 (1978), 195-214 and 313-334
- 104 A. Kelly
"Compromise and Attainment of Mechanical Properties
in All Brittle Systems"
Proc. 9th Risoe Int Symp. on Metallurgy and
Materials Science, Sept. 1988, 75-88
- 105 R. Gadow
"Charakterisierung von Verstärkungsfasern"
Interner Bericht für das Projekt "FASKER",
Univ. Karlsruhe, Inst. f. Chem. Technik, Nov. 1986
- 106 S.M. Johnson et al.
"Degradation Mechanism of Silicon Carbide Fibres"
J. Am. Ceram. Soc. 71 (1985), C132-135

- 107 D.R.Uhlmann and N.J. Kreidl
"Glass: Science and Technology - Vol.5 Elasticity
and Strength in Glass", Academic Press, New York and
London, 1980
- 108 G.Simon and A.R.Bunsell
"The Creep of SiC Fibres"
J. Mater. Sci. Lett. 2 (1983), 80-82
- 109 M. MacLean
"Creep Deformation of Metal-Matrix Composites"
Comp. Sci. Techn. 23 (1985), 37-52
- 110 M. MacLean
"Directionally Solidified Materials for High
Temperature Service", Book No. 296, The Metals
Society, London, 1983, 333-344

Tab. A1 : Ergebnisse der Anpassung nach Cohrt [96] für reines Duranglas
 Bei den Werten in Klammern wurden nur positive Werte zugelassen

Temperatur [°C]	σ [MPa]	ϵ_0 [10^{-3}]	β'	M	$\dot{\epsilon}_{s3}$ [$10^{-3}/h$]
400	20	0,403±0,022	0,311±0,023	0,236±0,011	0,011±0,0003
	40	0,381±0,029	0,534±0,030	0,222±0,014	0,0021±0,0006
	60	-20,62±0,012	21,95 *	0,005±0,0001	0,012±0,0004
		(0,0±0,393	1,294±0,393	0,119±0,057	0,0037±0,0106) *
500	20	-0,124±0,072	2,004±0,03	0,694±0,016	-0,236±0,032
		(0±0,188	2,081±0,145	0,559±0,034	0±0,028) *
	40	0,464±0,017	3,404±0,014	0,549±0,005	0,207±0,012
	50	0,999±0,059	3,549±0,032	0,702±0,015	-0,333±0,075
		(1,632±0,347	3,348±0,192	0,62±0,077	0±0,222) *
60	0,884±0,092	4,916±0,07	0,606±0,021	0,098±0,109	
550	20	0,941±0,074	-11,269±7,137	1,14±0,08	20,93±7,2
	30	76,3 *	-71,18±0,14	-0,0111±0,0006	14,88±0,14
	40	1,905±0,168	-89,11±207,3	1,065±0,1544	111,9±207,5

* - schlechte Konvergenz

Tab. A2 : Ergebnisse der Auswertung nach Gl.75 und 76 für reines Duranglas

Temp.	σ	A'	C'	Gl. 75		Korre- lations- koeff.	t_a [h]	t_e [h]	Gl.76		Korre- lations koeff.
				t_a [h]	t_e [h]				a [10 ⁻³]	$\dot{\epsilon}$ [10 ⁻³ /h]	
400	20	164,1	0,91	0,1	20	0,975					
	40	106,6	0,69	0,05	50		0,993				
	60	129	0,68	0,1	10		0,997				
500	20	1011,4	0,288	0,2	10,0	0,996	40	60	9,33	0,119	0,9991
	40	2198,8	0,305	0,2	2,0	0,985	10	20	6,73	0,79	0,9995
								20	30	10,88	0,58
	50	2094	0,323	0,2	2,0	0,917	5	10	5,18	1,03	
	60	2930	0,354	0,05	5,0	0,989	5	10	6,57	1,347	0,999
550	20						1	2	2,1	8,185	0,999
	30	11438	0,325	0,02	0,2	0,974	0,5	1,5	4,71	15,43	0,998
	40	17976	0,297	0,02	0,2	0,940	0,9	1	6,34	13,7	0,998

Tab A3: Ergebnisse der Anpassung nach Cohrt [96] für Nicalon verstärktes Duranglas
 Bei den Werten in Klammern wurden nur positive Werte zugelassen

Temp. [°C]	σ [MPa]	ϵ_0 [10 ⁻³]	β'	M	$\dot{\epsilon}_{s3}$ [10 ⁻³ /h]
400	150	-1,719±15,046	2,75±15,044	0,012±0,066	0
	300	1,933±0,011	0,214±0,011	0,173±0,00823	0
500	150	0,173±0,273	1,07±0,27	0,042±0,011	0
	300	1,644±0,093	0,821±0,096	0,124±0,015	0
550 (≤70h)	300	-0,875±0,177	2,185±0,179	0,061±0,005	0,0034±0,0001
		0,0±0,080	1,297±0,082	0,104±0,007	0,0024±0,0002
600	150	-0,726±0,368	2,291±0,0371	0,069±0,011	0,004±0,0005
		(0,0±0,188	1,557±0,191	0,103±0,013	0,0029±0,0006) *
	300	-44,3±0,025	47,72 *	0,0057±0,0061	0,0425±0,0007
		(0,0±0,561	3,45±0,576	0,109±0,023	0,0226±0,0048) *
350	1,673±0,08	1,398±0,081	0,351±0,026	0,0434±0,0092	

Tab. A4: Ergebnisse der Auswertung nach Gl. 74 und 75 für Nicalon verstärktes Duranglas (SD27AB)

Temp. [°C]	σ [MPa]	Gl. 74		A'	C	Korre- lations koeff.	t_a [h]	t_e [h]	Gl. 75 a	$\dot{\epsilon}$ [1/h]	Korre- lations- koeff
		t_a [h]	t_e [h]								
400	150	0,1	2,0	31,6	0,704	0,976					
		2,0	10	35,6	1,357	0,875					
	300	0,2	20	38,9	0,873	0,975					
500	150	0,02	2,0	74,19	0,732	0,974	20	40	1,37	$7,5 \cdot 10^{-4}$	0,945
		0,5	10	74,35	1,3802	0,959					
	300	0,02	2,0	249,1	0,453	0,9901	20	30	4,64	$3,4 \cdot 10^{-2}$	0,9988
		0,2	5,0	97,17	0,975	0,9928					
600	150	0,02	2,0	147,2	0,573	0,978	40	70	2,16	$6,3 \cdot 10^{-3}$	0,9938
		2,0	50	151,3	0,778	0,9608					
	300	0,02	2,0	349,0	0,629	0,991	30	50	4,58	$3,5 \cdot 10^{-2}$	0,9993
		2,0	10	504,9	0,777	0,983	25	45	4,69	$3,2 \cdot 10^{-2}$	0,9985
	350	0,05	2,0	577,9	0,422	0,984	10	20	3,93	0,126	0,9997
							15	25	3,54	0,148	0,998

Tab. A5: Ergebnisse der Anpassung der Kriechkurven an
Gl. 77

Temp. [°C]	σ [MPa]	t_a [h]	t_e [h]	A''	B
400	150	0,01	Ende	0,0267	1,050
	300	0,01	Ende	0,0445	2,154
500	150	0,01	Ende	0,0448	1,251
		0,1	1,0	0,0698	1,248
	300	0,01	Ende	0,092	2,474
		0,1	10	0,108	2,474
600	150	0,01	0,1	0,043	1,421
	300	0,01	0,1	0,114	3,006
	350	0,01	0,1	0,139	2,644

A.2 Probenbezeichnung

Die Probenbezeichnung folgt mit einer Ausnahme der folgenden Regel: Der erste Buchstabe gibt die Verstärkungsfaser an, S für Nicalon (SiC) und C für Kohlenstoff (T-800); der zweite gibt die Matrix an, D - Duran, Su - Supremax und A - "A-Glas". Die nachfolgende Zahl ist die laufende Zahl der Wickelung und die letzte Buchstabenkombination kennzeichnet die Stelle der Platte auf der Wickeltrommel.

Nach Einführung der sog. "Tape"-Technik beim Hersteller, bei dem dünne Tapes gewickelt und nach dem Trocknen geschnitten und gestapelt werden, um einen Laminataufbau zu ermöglichen, wurde die Probenbezeichnung geändert. Der erste Buchstabe gibt immer noch die Faserart an, aber jetzt werden die Nicalonfasern durch N gekennzeichnet. Der zweite Buchstabe beschreibt noch die Matrix, aber mit nur einem Buchstabe. Daher wird z.B. Supremax durch den Buchstabe S gekennzeichnet. Der dritte Buchstabe gibt die Herstellungsart an, W für die herkömmliche Wickeltechnik und T für Tape-Technik. Diese Probenbezeichnung betrifft nur eine der untersuchten Platten, NSW130, die, nach diesen Ausführungen, Nicalon verstärktes Supremax ist, die mit der Wickeltechnik hergestellt wurde.

In Tab. A6 sind die Preßbedingungen der untersuchten Proben aufgelistet. Proben, die mit einem * gekennzeichnet sind, waren nur einzelne Proben, die als solche von der TU Berlin geliefert wurden. Wenn nicht anders angegeben, betrug der Faservolumenanteil (V_f) 42%.

Tab. A6: Untersuchte Proben

Matrix	Probenbez.	Herstellungsbed.	
		T [°C]	Druck [MPa]
Duran	SD 3 D *	1260	10
	SD 4 B *	1165	10
	SD 4 C *	1360	10
	SD 4 E *	1550	10
	SD 4 EF	1275	10
	SD 5 A *	1060	10
	SD 7 E	1250	10
	SD 16 BC	1260	10
	SD 16 E	1260	10
	SD 17 D2	1250	10
	SD 20 CD *	1250	10
	SD 22 AB *	1250	10 (V _f = 56%)
	SD 22 CD	1260	10 (V _f = 55%)
	SD 23 E	1250	10 (V _f = 48%)
	SD 27 AB	1250	10
	SD 109	1250	10
	CD 1B *	1160	10
	CD 1C *	1355	10
	CD 1D *	1255	10
	CD 1F *	1350	10 (Preßzeit 30 min)
CD 8	1240	10 (V _f = 45%)	
Supremax	SSu 1A	1100	5
	SSu 1B	1200	5
	SSu 1C	1300	5
	SSu 3A *	1355	10
	SSu 3B *	1260	10
	SSu 3C *	1170	10
	SSu 3EF	1255	10
	SSu S	1250	10
	NSW 130	1250	10
"A"-Glas	SA 1A *	1310	10
	SA 1B *	1220	10
	SA 1C *	1430	10
	SA 1EF	1280	10