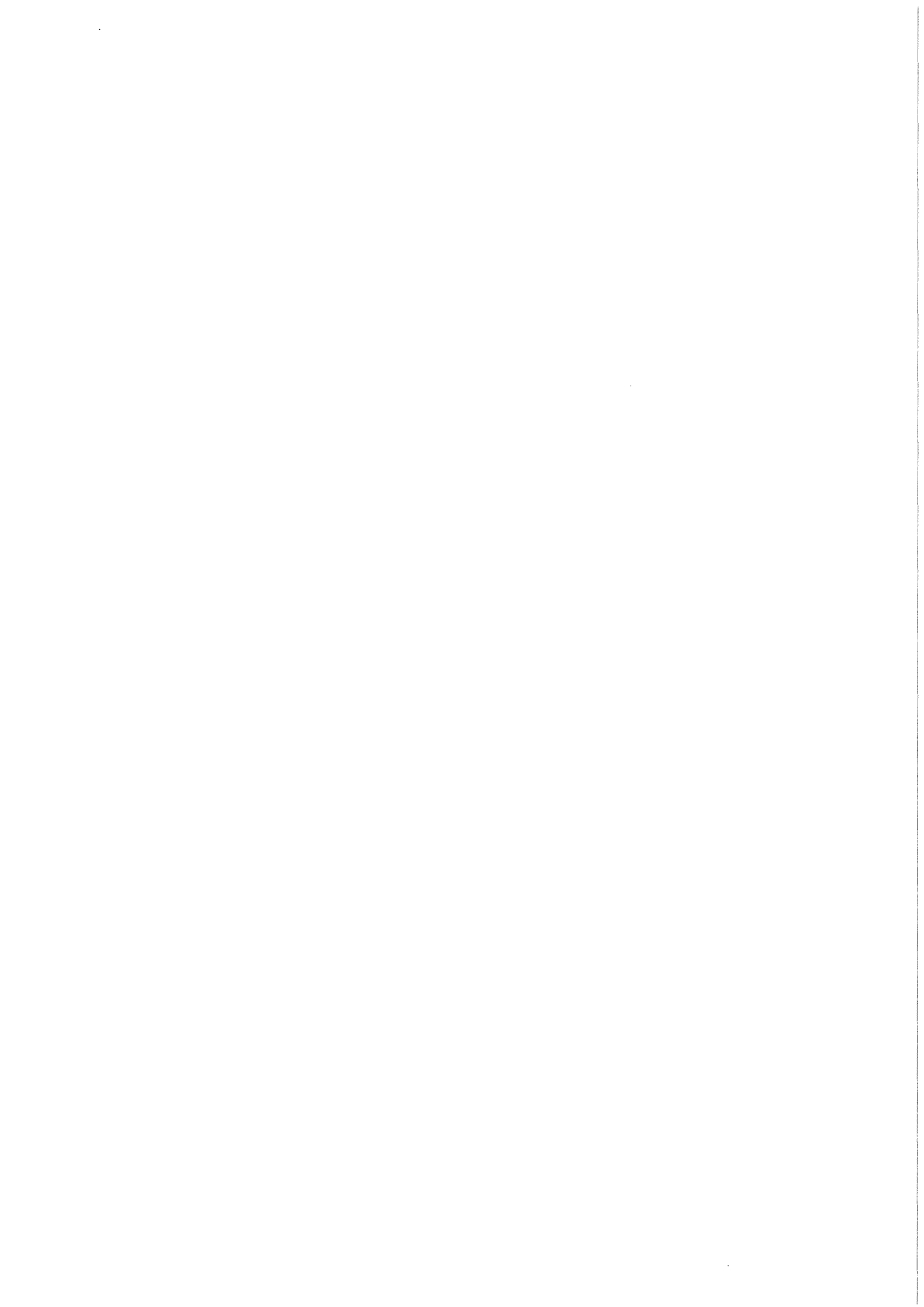


KfK 4060
Februar 1986

Verformungsverhalten von polymeren Werkstoffen bei tiefen Temperaturen in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit

K. Pöhlmann
Institut für Material- und Festkörperforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 4060

Verformungsverhalten von polymeren Werkstoffen bei tiefen Temperaturen in

Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit

Karl Pöhlmann

Dissertation genehmigt von der Fakultät
für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Zusammenfassung

Das Bruchverhalten verschiedener Polymere unter einachsiger Zugbeanspruchung wurde bei tiefen Temperaturen (77 K, 4.2 K) in einem weiten Bereich der Deformationsgeschwindigkeit untersucht.

Die Zeitabhängigkeit der ermittelten Bruchwerte (Bruchspannung und Bruchdehnung) kann im gesamten untersuchten Bereich mit der Moleküldynamik der Polymere korreliert werden. Bei sehr hohen Deformationsgeschwindigkeiten sind dabei thermische Effekte in mikroskopischen Bereichen (Fließzonen) erforderlich. Durch eine thermodynamische Betrachtungsweise der Deformationsprozesse in der Fließzone werden diese Effekte abgeschätzt. Dies unterstützt die gegebene theoretische Vorstellung der Geschwindigkeitsabhängigkeit des Bruchverhaltens. Einige qualitative Schlüsse werden ergänzend aus Untersuchungen der Bruchflächen im Rasterelektronenmikroskop gezogen.

In der Beschreibung des Experimentes wird u.a. die Problematik der Meßwertfassung zur Ermittlung der Bruchwerte behandelt und ein einfaches Verfahren vorgestellt, das Kurzzeitversuche bei tiefen Temperaturen mit geringem zeitlichen und kryotechnischen Aufwand ermöglicht.

Strain Rate Dependence of the Deformation Behaviour of Polymers at Low Temperatures

Summary

The fracture behaviour under uniaxial tension of different polymers was investigated at low temperatures (77 K, 4.2 K) in a wide range of strain rate. The time dependence of the fracture properties determined (fracture stress and fracture strain) can be correlated with the molecular dynamics of the polymers within the whole range examined. At very high strain rates thermal effects in microscopic zones (crazes) are necessary. These effects are estimated on the basis of thermodynamics considerations of the deformation processes in the craze. This estimation supports the proposed theoretical concept of the rate dependence of the fracture behaviour. In addition, some qualitative conclusions are drawn from investigations of the fracture surfaces performed with the help of scanning electron microscopy.

The description of the experiment includes the problems of test data recording for determination of fracture properties; besides, a simple device is presented which allows to perform short-time tests at low temperatures with low expenditure in terms of time and cryoengineering.

Inhaltsverzeichnis

Seite

1	Einleitung	1
2	Einführung	2
2.1	Platzwechselforgänge und Relaxationsverhalten	3
2.1.1	Zeit- und Temperaturabhängigkeit der Platzwechselforgänge (Relaxationsprozesse)	4
2.1.2	Viskoelastisches Verhalten - Modellhafte Beschreibung	5
2.2	Nicht-lineares Deformationsverhalten bei tiefen Temperaturen	7
2.3	Zeitabhängiges Deformationsverhalten bei tiefen Temperaturen	7
3	Charakterisierung des Bruchverhaltens durch bruchmechanische Kenngrößen und Einfluß plastischer Prozesse	8
3.1	Beschreibung von Fließzonen	9
3.1.1	Dugdale-Modell	12
3.1.2	Fließzonen in Thermoplasten	14
3.2	Energetische Betrachtungen zur plastischen Deformation	15
3.2.1	Abschätzung der Temperaturerhöhung in der Fließzone	16
4	Experiment	21
4.1	Untersuchte Materialien	21
4.1.1	Auswahlkriterien	21
4.1.2	Chemischer Aufbau und Molekularbeweglichkeit der untersuchten Materialien	23
4.2	Probenform	26
4.3	Versuchsanlage	28
4.3.1	Beschreibung der verwendeten Versuchsanlage	29
4.4	Versuchsdurchführung	31
4.4.1	Prinzip des Meßverfahrens mit einem Minikryostaten	32
4.4.2	Aufbau des Minikryostaten	33
4.4.3	Anwendbarkeit des Verfahrens	35
4.5	Meßwerterfassung	37
4.5.1	Deformationsgeschwindigkeit	37
4.5.2	Ermittlung der Bruchdehnung	38
4.5.3	Ermittlung der Bruchspannung	43

5	Darstellung der Meßergebnisse	47
5.1	Bruchverhalten bei 77 K	47
5.1.1	Polycarbonat (PC)	47
5.1.2	Polysulfon (PSU)	50
5.1.3	Polyethylen (PE)	53
5.1.4	Epoxidharz (EP)	55
5.1.5	Morphologie der Bruchflächen	57
5.2	Bruchverhalten bei 4.2 K	64
6	Diskussion	66
7	Zusammenfassung	72
8	Anhang	74
	A: Platzwechseltheorie	74
	B: Linear-viskoelastisches Verhalten	76
	C: Grundzüge der Bruchmechanik	80
	D: Fehlerabschätzung	87
9	Literaturverzeichnis	89

Liste der verwendeten Symbole

A Fläche	m^2
C Federsteifigkeit	N/m
E' Elastizitätsmodul	Pa
ΔE Deformationsenergie	J/mol
F Kraft	N
F_B Bruchkraft	N
$G_{1,2}$ elastische Konstanten	Pa
$G(I)$ Energiefreisetzungsrage	J/m^2
G_{Ic} kritische Energiefreisetzungsrage	J/m^2
G' Speichermodul	Pa
G'' Verlustmodul	Pa
$G(t)$ Spannungsrelaxationsfunktion	Pa
$H(\tau)$ Relaxationszeitenspektrum	Pa
$J(t)$ Kriechfunktion	Pa^{-1}
$K(I)$ Spannungsintensitätsfaktor	$Pa \sqrt{m}$
K_{Ic} Rißzähigkeit	$Pa \sqrt{m}$
M Masse	kg
M_w Gewichtsmittelwert der Molekularmasse	g/mol
R allgemeine Gaskonstante	J/K·mol
T Temperatur	K
T_β Temperatur eines sekundären Dämpfungsmaximums	K
T_g Glasstemperatur	K
T_m Temperatur eines Dämpfungsmaximums bei f_m	K
T_o Eigenschwingzeit	s
U Potential	J
ΔU Aktivierungsenergie	J/mol
V Volumen	m^3
W_p Platzwechselwahrscheinlichkeit	
W_{el} elastisch gespeicherte Energie	J
W_{gesp} als Wärme gespeicherte Energie	J
W_{diss} dissipierte Energie	J
W_{WL} abgeführte Energie	J
Y Korrekturfaktor für die Prüfkörpergeometrie	

a Rißlänge	m
\dot{a} Rißgeschwindigkeit	m/s
a_T Temperaturleitzahl	m^2/s
c spezifische Wärme	J/kg·K
c_s Schallgeschwindigkeit im Festkörper	m/s
d Fließzonendicke	m
d_{pl} Abmessung der Fließzone	m
d_r Dämpfungskonstante	kg/s
f Frequenz	Hz (s^{-1})
f_m Frequenz eines Dämpfungsmaximums bei T_m	Hz
f_o Eigenfrequenz	Hz
l_o Meßlänge	m
l_o^* scheinbare Meßlänge	m
Δl Änderung des Klemmenabstandes	m
r_o atomarer Gleichgewichtsabstand	m
r_{pl} Fließzonengröße nach Irwin	m
s Fließzonenlänge nach Dugdale	m
t Zeit	s
t_B Bruchzeit	s
t_s Laufzeit der Schallwellen im Festkörper	s
t_w Erwärmungszeit	s
$\tan \delta$ Verlustfaktor	
v Verschiebung der Rißufer	m
$2v(c)$ maximale Fließzonendicke nach Dugdale	m
v_A Abzugsgeschwindigkeit	m/s
w Energiedichte	J/m ³
x Auslenkung	m
γ Scherdeformation	
δ Verlustwinkel	Grad
ϵ Dehnung	
$\dot{\epsilon}$ Deformationsgeschwindigkeit	s^{-1}
ϵ_B Bruchdehnung	
ϵ_o Deformationsamplitude	
λ Wärmeleitfähigkeit	W/K·m
λ_{ph} Phononenwellenlänge	m

η Viskosität	Pa · s
ρ Dichte	kg/m ³
σ Spannung	Pa
σ_B Bruchspannung	Pa
σ_{cr} Craze-Spannung	Pa
σ_F Fließspannung	Pa
τ Relaxationszeit	s
τ_{th} thermische Ausgleichszeit	s
ν Poissonverhältnis	
ν_0 thermische Grundfrequenz	Hz
ω Kreisfrequenz	Hz

x, y, z kartesische Koordinaten

r, θ, z Zylinderkoordinaten

1 Einleitung

Das Bruchverhalten von Polymeren wird von vielen Faktoren beeinflusst, wobei eine besonders starke Abhängigkeit von der Temperatur und der Deformationsgeschwindigkeit existiert. Das Bruchverhalten läßt sich somit makroskopisch nur unter Angabe von parameterabhängigen Kennwerten des Zugversuchs, wie die Bruchspannung und die Bruchdehnung, oder des Bruchmechanikversuchs, wie die Reißähigkeit, charakterisieren.

Das Ziel experimenteller und theoretischer Untersuchungen ist jedoch das Bruchverhalten auf molekularer Basis physikalisch zu beschreiben. Es ist von großem Interesse, eine Zuordnung von Molekularbewegungen zum Verformungs- und Bruchvorgang zu finden. Erst dann ist durch gezielte Änderung der Molekülstruktur der Polymere eine optimale Werkstoffauswahl möglich.

Zusammenhänge zwischen Molekularbewegungen und dem Bruchverhalten wurden für unterschiedliche Deformationsgeschwindigkeiten gefunden. Im Schlagversuch /1/ zeigte sich eine Übereinstimmung der Temperaturlagen von spröd-zähen Übergängen und von Maxima im Dämpfungsspektrum der Polymere, die bestimmte Molekularbewegungen zum Ausdruck bringen. Messungen der Reißähigkeit K_{IC} unter langsamen Deformationsgeschwindigkeiten /2,3/ ergaben Maxima von K_{IC} im selben Temperatur-Frequenzbereich, in dem Dämpfungsmaxima auftreten.

Bei sehr tiefen Temperaturen ist die molekulare Beweglichkeit bei den Polymeren weitgehend eingefroren und man erwartet ein von der chemischen Struktur nahezu unabhängiges, ähnliches Bruchverhalten. Bis auf wenige Ausnahmen zeigen die Polymere bei tiefen Temperaturen auch ein sprödes, nur wenig zeitabhängiges Verhalten. Die konventionell bei langsamen Deformationsgeschwindigkeiten bestimmten Werte für die Bruchspannung und die Bruchdehnung liegen in einem relativ engen Bereich. Dementsprechend würde man auch einen ähnlich engen Bereich für die Reißähigkeiten K_{IC} und die Bruchenergien (G_{IC}) erwarten. K_{IC} -Messungen an Polyethylen und Epoxidharzen bei 4.2 K und 77 K /4/ zeigten jedoch beträchtliche Unterschiede, die auf eine unterschiedlich starke Plastifizierung an der Reißspitze des Ausgangsrisses zurückgeführt werden. Im Gegensatz zur Bestimmung der Bruchspannung und der Bruchdehnung, die im quasistatischen Zugversuch erfolgt, wurden bei diesen Untersuchungen die Ausgangsrisse für die K_{IC} -Messung bei tiefen Temperaturen dynamisch mit sehr

hohen Rißgeschwindigkeiten eingebracht. In Abhängigkeit von der Moleküldynamik können dadurch starke Unterschiede in den anschließend ermittelten bruchmechanischen Kennwerten auftreten. Auch im Zugversuch sollte daher ein Einfluß der Deformationsgeschwindigkeit zu erwarten sein.

In der vorliegenden Arbeit sollte deshalb der Einfluß der Deformationsgeschwindigkeit auf das Bruchverhalten von Polymeren bei tiefen Temperaturen untersucht und ein eventueller Zusammenhang mit der Moleküldynamik gefunden werden.

In der Einführung wird ein allgemeiner Überblick über Molekularbewegungen in Polymeren und das Deformationsverhalten bei tiefen Temperaturen gegeben. Auf der Grundlage bruchmechanischer Modellvorstellungen erfolgt anschließend eine thermodynamische Betrachtung der Deformationsprozesse, die zu einer Erklärung der gefundenen Geschwindigkeitsabhängigkeit des Bruchverhaltens beiträgt. In der Beschreibung des Experimentes wird u.a. ein einfaches Verfahren für Kurzzeitversuche im kryogenen Temperaturbereich vorgestellt, das im Rahmen dieser Arbeit entwickelt wurde.

2 Einführung

Ein besonderes Merkmal der Polymere ist ihre starke Bindungsanisotropie. Die Makromoleküle entstehen durch die Verkettung vieler Grundbausteine (Monomere) über kovalente Bindungskräfte. Winkelabhängige Kräfte innerhalb der Kette legen die Bindungswinkel fest und führen zur zickzack-förmigen Grundstruktur der Makromoleküle. Der Zusammenhalt der Makromoleküle untereinander erfolgt durch Nebenvalenzkräfte ^{*)}, die etwa hundertmal schwächer sind als die Hauptvalenzkräfte innerhalb der Kette. Diese Anisotropie der Bindungskräfte bewirkt, daß der mittlere Abstand zwischen den Molekülketten etwa fünfmal größer ist als der Atomabstand innerhalb der Moleküle. In Polymeren ist daher ein relativ hohes Maß an freiem Volumen vorhanden.

^{*)} Ein zusätzlicher, chemischer Zusammenhalt ist bei vernetzten Systemen, z.B. den Duroplasten, gegeben

2.1 Platzwechselforgänge und Relaxationsverhalten

Das mechanische Verhalten der Polymere wird entscheidend von der Bindungsanisotropie und vom freien Volumen geprägt. Durch den großen Anteil an freiem Volumen zwischen den Molekülketten können Umlagerungsprozesse (Platzwechselforgänge) stattfinden. Die Rotation von Molekülsegmenten in den Haupt- oder Seitenketten läßt eine Vielzahl von Konformationen zu. Diese Umlagerungsmöglichkeit bewirkt eine Abnahme der Festigkeit und Steifigkeit (Modulstufen) mit zunehmender Temperatur, da dadurch einer Anpassung an die äußere Belastung weniger Widerstand entgegengesetzt wird. Die größten Änderungen treten im Haupterweichungsgebiet (T_g) auf, wenn die freie Drehbarkeit um die Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindungen der Hauptketten auftaut (Mikrobrownsche Bewegung). Dadurch kann ein Makromolekül alle möglichen Konformationen durchlaufen.

Sekundäre Platzwechselforgänge, die auf Bewegungen von Seiten- oder Endgruppen bzw. auch Segmenten in den Hauptketten (z.B. crankshaft motions /5,6/) beruhen, bewirken im Vergleich zum Haupterweichungsgebiet geringere Eigenschaftsänderungen. Bei tiefen Temperaturen sind die Kettenmoleküle wegen der geringen thermischen Energie weitgehend eingefroren und deshalb steif. Das mechanische Deformationsverhalten wird daher vorwiegend durch die Nebenvalenzpotentiale bestimmt. Die Steifigkeit für Temperaturen nahe dem absoluten Nullpunkt ist für alle Polymere ziemlich gleich und Unterschiede treten nur aufgrund von Vernetzung und Kristallinität auf.

Molekulare Umlagerungen werden durch thermische Schwingungen vollzogen und benötigen daher eine Zeitspanne, die durch die Relaxationszeit beschrieben wird. Die Relaxationszeiten lassen sich theoretisch mit Hilfe der Platzwechseltheorie (Anhang A) berechnen. Nach dieser Theorie ist die Wahrscheinlichkeit von molekularen Umlagerungen abhängig von (chemisch) bestimmten Potentialbarrieren und temperaturabhängigen Relaxationszeiten. Die Potentialbarrieren stellen sich im räumlichen Potentialfeld um ein Molekül oder Molekülsegment ein und zu ihrer Überwindung ist eine entsprechende Aktivierungsenergie erforderlich. Umlagerungen werden begünstigt, wenn der thermischen Energie durch mechanische Belastung externe Energie überlagert wird. Dadurch verändert sich das Potentialfeld und die Platzwechselwahrscheinlichkeit erhöht sich in Richtung der äußeren Belastung. Erfolgt die äußere Belastung mit einer Frequenz ω , die dem Kehrwert der Relaxationszeit τ entspricht

$$\omega \cdot \tau(T) = 1 \quad (2.1)$$

so wird die Energiedissipation pro Zeit für einen Belastungszyklus maximal und man erhält ein Dämpfungsmaximum für den betrachteten Platzwechselfvorgang.

2.1.1 Zeit- und Temperaturabhängigkeit der Platzwechselfvorgänge (Relaxationsprozesse)

Prinzipiell hängt das Auftreten von Platzwechselfvorgängen von der experimentellen Prüffrequenz f und der Temperatur ab. Sekundäre Platzwechselferscheinungen basieren meist auf singulären Prozessen, für die der Zusammenhang zwischen der Relaxationszeit τ und der Temperatur T durch die Arrhenius-Beziehung gegeben ist:

$$\tau(T) = \frac{1}{2\nu_0} \exp\left(\frac{\Delta U}{RT}\right) = \frac{1}{2f(T)} \quad (2.2)$$

Darin ist ν_0 die näherungsweise temperaturunabhängige, thermische Grundfrequenz ($\nu_0 \approx 10^{13}$ Hz), R die allgemeine Gaskonstante und ΔU die für die Umlagerungen notwendige Aktivierungsenergie (Potentialbarriere). Durch diese Beziehung sind die molekularen Relaxationsprozesse mit den Wärmeschwingungen verknüpft. Die Aktivierungsenergie ΔU läßt sich aus der Steigung der Geraden in Abb. 2.1 bestimmen, die man erhält, wenn man rasterförmig die Temperatur-Frequenzlagen (f_m, T_m) des Dämpfungsmaximums sucht und $\ln f_m$ über $1/T_m$ aufträgt. Prozesse mit hohen Aktivierungsenergien sind bei sehr tiefen Temperaturen in sinnvollen Zeiten nicht mehr meßbar, da die Relaxationszeiten sehr stark angestiegen sind (viele Jahre).

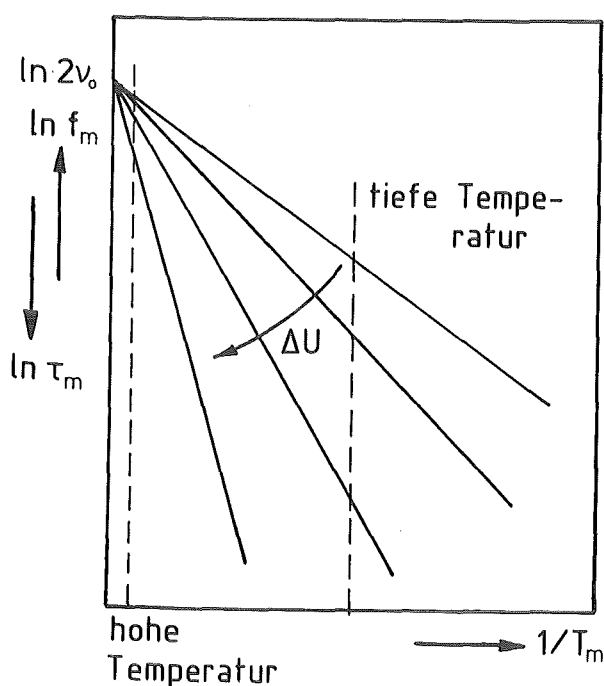


Abb. 2.1:
Zeit-Temperatur-Korrelation von Relaxationsprozessen (Arrheniusgeraden)

Im Bereich des Haupterweichungsgebietes sind mehrere Relaxationsprozesse voll wirksam und überlagern sich. Da die Arrhenius-Beziehung nur einen singulären Prozeß beschreibt, stellt sie in diesem Temperaturbereich nur eine grobe Näherung dar. Die Temperatur-Frequenz-Korrelation der Relaxationsprozesse wird darin besser durch die WLF-Beziehung /7/ wiedergegeben.

2.1.2 Viskoelastisches Verhalten - Modellhafte Beschreibung

Die Platzwechselfvorgänge sind die Grundlage für das makroskopisch als viskoelastisch bezeichnete Verhalten der Polymere, das bei mechanischer Beanspruchung eine starke Temperatur- und Zeitabhängigkeit zeigt. Dies ist dadurch bedingt, daß sich die durch die äußere Einwirkung ausgelenkten Molekülsegmente wegen der endlichen Relaxationszeiten relativ zur Belastung zeitlich verzögert in den neuen Zustand umlagern. Man spricht daher auch von Relaxationsprozessen. Neben rein-elastischen treten zusätzlich viskoelastische und viskose Komponenten im Deformationsverhalten auf. Unter gewissen Voraussetzungen läßt sich dieses Verhalten durch die linear-viskoelastische Theorie (Anhang B) beschreiben. Mit Hilfe vereinfachter Modellvorstellungen und einer geeigneten Verknüpfung von ideal-elastischem und ideal-viskosem Verhalten liefert diese Theorie jedoch nur phänomenologische Beziehungen, da eine vollständige, theoretische Deutung aus der Struktur und den molekularen Kräften noch nicht möglich ist. Die experimentellen Ergebnisse lassen sich damit allerdings ausreichend deuten. Eine ausführliche Abhandlung der linear-viskoelastischen Theorie geben Schwarzl und Stavermann /8/.

Modellhaft läßt sich das viskoelastische Verhalten mit dem Burger-Modell (Abb. 2.2) beschreiben. Es erfaßt nicht nur die verzögerte Gleichgewichtseinstellung des viskoelastischen Verhaltens, sondern zusätzlich rein-elastisches und rein-viskoses Deformationsverhalten. Der Einfluß von Temperatur und Belastungszeit kann daran gut demonstriert werden.

Das Federelement $G_1(T)$ symbolisiert die rein-elastische Komponente. Bei Belastung werden durch Valenzwinkelverzerrungen und Abstandsänderungen der kovalent gebundenen Atome innerhalb einer Makromolekülkette Elektronenhüllen deformiert. Die Elektronenrelaxationszeiten sind um viele Größenordnungen kleiner als die Relaxationszeiten molekularer Umlagerungen, sodaß sich ein Deformationszustand praktisch spontan einstellt. Solche Deformationen sind nicht dissipativ und vollständig reversibel. Die durch die chemische Bindung be-

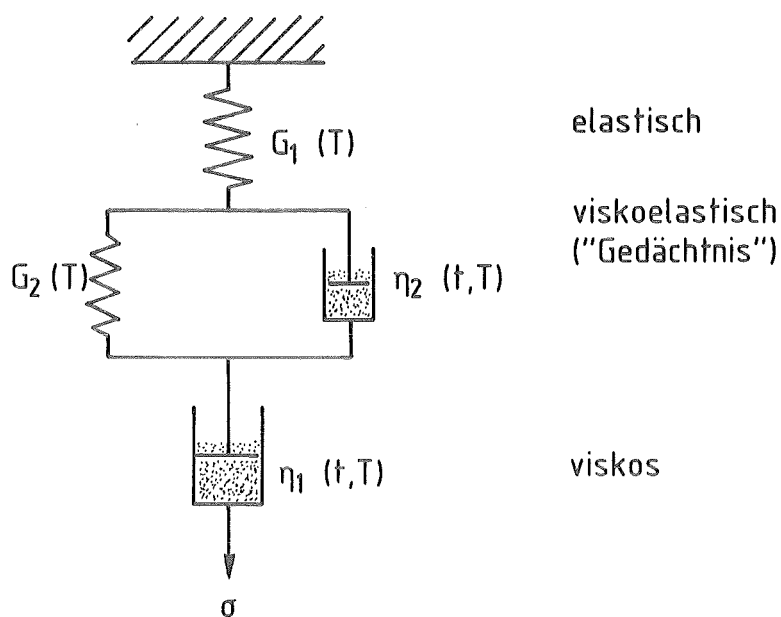


Abb. 2.2: Burger-Modell

stimmten Federelemente G_1 und G_2 sind primär temperaturunabhängig. Eine Temperaturabhängigkeit kommt jedoch durch Auftauen von Freiheitsgraden und dem damit verbundenen "Erweichen" der Molekülketten zustande (Stufen in den Elastizitätsmoduln).

Das Dämpfungselement $\eta_1(T)$ symbolisiert die rein viskose Komponente, die irreversibel und dissipativ ist. Bei Belastung finden innerhalb der Relaxationszeit τ molekulare Umlagerungen (Platzwechselfvorgänge) statt. Diese sind temperatur- und zeitabhängig und bewirken eine irreversible Energiedissipation.

Das Feder/Dämpfungselement $G_2(T)/\eta_2(T)$ symbolisiert die viskoelastische Komponente. Bei Belastung treten geschwindigkeitsabhängige, dissipative Umlagerungsvorgänge auf. Bei Entlastung ist der ursprüngliche Deformationszustand zeitlich verzögert ($\eta_2(\tau)$) durch die "gedächtnishafte" Rückstellkraft $G_2(T)$ wieder einstellbar (dissipativ-reversibel).

Wird die Belastung so schnell aufgebracht, daß die Dämpfungselemente gemäß ihrer Relaxationszeit nicht folgen können, dann wird das gesamte System steifer und verhält sich zunehmend linear-elastisch (energieelastisch). Bei tiefen Temperaturen frieren die Dämpfungselemente mehr und mehr ein und es verbleibt der rein-elastische Anteil des Federelementes $G_1(T)$. Selbst für niederenergetische Umlagerungen sind bei sehr tiefen Temperaturen (z.B. 4.2 K)

die Relaxationszeiten extrem lang. Deshalb ist innerhalb endlicher Meßzeiten für das Gesamtsystem keine Geschwindigkeitsabhängigkeit im Deformationsverhalten zu erwarten, da gleichzeitig die elastische Komponente $G_1(T)$ zeitunabhängig ist.

2.2 Nicht-lineares Deformationsverhalten bei tiefen Temperaturen

Bei 4.2 K wird das Deformationsverhalten der Polymere durch die rein elastische Komponente (G_1) bestimmt und man erwartet daher ein lineares Zug-Dehnungsverhalten. Für Polycarbonat (PC) und im geringem Maße für Polysulfon (PSU) wurde in Voruntersuchungen zu dieser Arbeit /43/ dennoch nicht-lineares Verhalten festgestellt, das nicht auf viskoelastischen Prozessen beruhen kann. Eine mögliche Erklärung ergibt sich durch die in diesen Polymeren vorhandenen Crazes (Abschnitt 3.1.2). Der Volumenanteil der Craze-Materie beträgt bei PC ca. 6 % /9/. Kambour /10/ konnte eine sehr hohe Dehnbarkeit (ca. 200 %) der Crazes nachweisen. Obwohl diese Untersuchungen bisher nur bei höheren Temperaturen durchgeführt wurden, liegt die Überlegung nahe, daß bei tiefen Temperaturen eine zwar geringere aber trotzdem große Craze-Dehnung ein insgesamt nicht-lineares Verhalten bewirkt.

2.3 Zeitabhängiges Deformationsverhalten bei tiefen Temperaturen

Bei sehr tiefen Temperaturen (z.B. 4.2 K) ist innerhalb endlicher Meßzeiten nach den Vorstellungen über das viskoelastische Materialverhalten der Polymere nicht mit einem zeitabhängigen Deformationsverhalten zu rechnen, da die Relaxationszeiten viel zu lang sind (viele Jahre). Bei erhöhten Temperaturen (z.B. 77 K) sind bei quasistatischer Belastung jedoch gewisse Relaxationsprozesse möglich. Mit steigender Deformationsgeschwindigkeit fallen diese Prozesse aber zunehmend weg, was zu einer Versprödung führen sollte.

Aus diesen Überlegungen ergab sich die Fragestellung dieser Arbeit nach der Abhängigkeit des Verformungsverhaltens bei tiefen Temperaturen von der Deformationsgeschwindigkeit. Es sollte vor allem auch geklärt werden, ob viskoelastische Prozesse allein oder noch zusätzliche Prozesse einen Einfluß auf das Materialverhalten ausüben.

3 Charakterisierung des Bruchverhaltens durch bruchmechanische Kenngrößen und Einfluß plastischer Prozesse

In allen realen Werkstoffen sind Fehlstellen vorhanden, die als Spannungskonzentratoren wirken und die theoretische Festigkeit um Größenordnungen reduzieren. Mit den gefährlichsten Fehlstellen, scharfen Rissen, befaßt sich die Bruchmechanik (Anhang C), die eine quantitative Erfassung des Bruchverhaltens ermöglicht. Als Bruchkriterium wird in der linear-elastischen Bruchmechanik für ideal-elastische, isotrope Materialien das Erreichen kritischer Werte des Spannungsintensitätsfaktors, K_{IC} , bzw. der Energiefreisetzungsrate, G_c , definiert. Mit diesen Werten läßt sich der Beginn einer instabilen Rißausbreitung vorhersagen.

Der Spannungsintensitätsfaktor K beschreibt die Intensität der elastischen Spannungsverteilung in der Umgebung eines Risses. Er ist abhängig von der äußeren Belastung σ sowie von der Prüfkörper- und Rißgeometrie. Werden speziell die Rißufer senkrecht zur Rißebeane auseinandergezogen (Modus I-Belastung, Anhang C), so gilt:

$$K_I = \sigma \sqrt{a} \cdot Y \quad (3.1)$$

a ... Rißlänge

Y ... Korrekturfaktor für die Prüfkörpergeometrie

Der elastische Spannungs- und Verschiebungszustand in Rißnähe ist gegeben durch:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{ij}(\theta) \quad (3.2)$$

$f_{ij}(\theta)$ sind hierin Funktionen des Winkels θ aus dem Zylinderkoordinatensystem (r, θ, z) an der Rißspitze (zur Herleitung von (3.2) s. Anhang C).

Im Rißligament ($\Theta = 0 \rightarrow f_{ij}(\Theta) = 1$) ergibt sich für die Komponente σ_y in Belastungsrichtung in der Rißspitze ($r = 0$) eine Spannungssingularität:

$$\sigma_y = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \quad (3.3)$$

In der Praxis können unendlich hohe Spannungen jedoch nicht auftreten, sondern mit Überschreiten einer materialspezifischen Fließspannung bilden sich vor der Rißspitze Fließzonen aus. Das Materialverhalten in diesen Bereichen ist im hohen Maße nicht-linear. Setzt man außerhalb der Fließzonen linear-elastisches Verhalten voraus und läßt nur Abmessungen der Fließzone zu, die klein gegenüber der Rißlänge und der Prüfkörpergeometrie sind (Kleinbereichsfließen), so wird dieses Verhalten in der linear-elastischen Bruchmechanik berücksichtigt. Die charakteristische Größe ist hierbei die Energiefreisetzungsrates G . Dies ist der Energieanteil aus dem durch äußere Beanspruchung elastisch gespeicherten Energievorrat, der zum Rißwachstum je Bruchflächeneinheit verbraucht wird. Nur für ideal spröde Körper würde G allein in Oberflächenenergie umgewandelt. In realen Polymeren wird der weitaus größte Anteil jedoch durch Plastifizierung und die Ausbildung von Fließzonen verzehrt (ca. 60-80% /11/). Dabei können lokale Temperaturerhöhungen auftreten, zu deren Berechnung (Abschnitt 3.2) die Größe und die Form der Fließzone von Bedeutung sind und im folgenden näher behandelt werden.

3.1 Beschreibung von Fließzonen

Die Größe der Fließzonen läßt sich aus der elastischen Spannungsverteilung berechnen, wenn man Schubspannungen für die Entstehung der Zonen verantwortlich macht. Transformiert man die elastischen Spannungskomponenten (3.2) in das Hauptachsensystem und setzt sie in ein geeignetes Fließkriterium ein (z.B. von Mises'sches Fließkriterium), so erhält man die Abmessungen der Fließzone für den ebenen Spannungs- (ESZ) bzw. ebenen Dehnungszustand (EDZ):

$$d_{pl} = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_F^2} \cdot \cos^2 \frac{\Theta}{2} \left(1 + 3 \sin^2 \frac{\Theta}{2} \right) \quad \text{ESZ} \quad (3.4)$$

$$d_{pl} = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_F^2} \cdot \cos^2 \frac{\Theta}{2} \left[\left(1 + 3 \sin^2 \frac{\Theta}{2} \right) - 4\nu(1-\nu) \right] \quad \text{EDZ} \quad (3.5)$$

Im Rißligament ($\Theta = 0$) gilt:

$$d_{pl} = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_F^2} \quad \text{ESZ (3.4 a)}$$

$$d_{pl} = \frac{K_I^2}{2\pi\sigma_F^2} (1-2\nu^2) \quad \text{EDZ (3.5 a)}$$

σ_F ist die materialspezifische Fließspannung bei reinem Schub.

Somit erhält man beim ESZ also stets eine größere Zone als beim EDZ, was schematisch in Abb. 3.1 gezeigt ist. Es ist stillschweigend angenommen, daß die Zone klein ist und das elastische Spannungsfeld der Umgebung nicht stört. Dieses läßt sich wiederum berechnen, wenn man als effektive Rißlänge $a + d_{pl}$ anstelle von a in Gl. (3.2) einsetzt. Weiterhin wird vernachlässigt, daß sich die Spannungen durch die Fließvorgänge ändern.

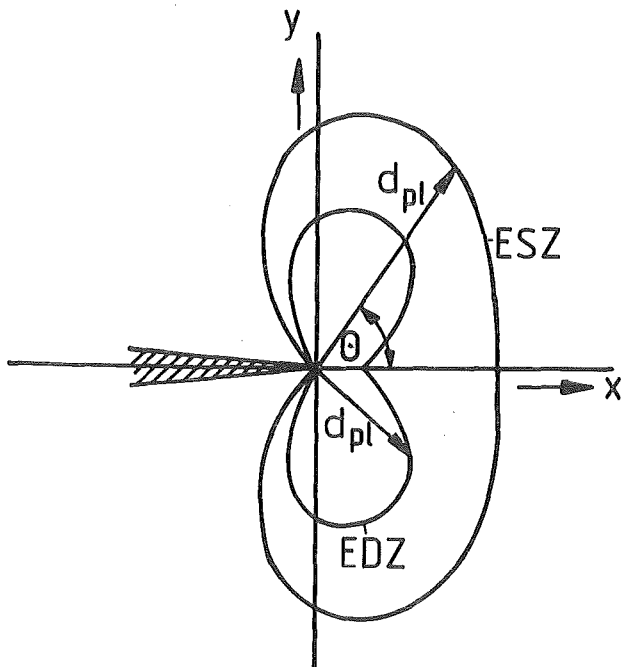


Abb. 3.1:
Form der Fließzone

Die Berücksichtigung der Spannungsumlagerung wurde für das Ligament in einfacher Weise von Irwin vorgenommen. Wird an der Rißspitze die Fließspannung σ_F überschritten, so bildet sich nach Irwin eine Zone mit kreisförmigem Querschnitt vom Durchmesser r_{pl} aus, innerhalb der die Spannung konstant ist (σ_F). Die Spannung, die durch die plastische Deformation in der Zone abgebaut wird, muß dennoch vom Material getragen werden. Vor der Zone stellt sich eine

neue Spannungsverteilung gemäß Gl. (3.3) ein, sodaß in einem gewissen Abstand vor der Zone wiederum σ_F überschritten wird. Das Material verhält sich so, als würde es einen größeren Riß der Länge $a + r_{pl}$ enthalten. Die Größe der Fließzone muß also korrigiert werden. Die Korrektur (S. 91-94 in /54/) führt schließlich zu einer Zone, die doppelt so groß ist wie ursprünglich angenommen. Wie in Abb. 3.2 dargestellt, erstreckt sich damit ein fiktiver Riß der Länge $a + r_{pl}$ bis in die Mitte der Fließzone vom Durchmesser $2r_{pl} = d_{pl}$.

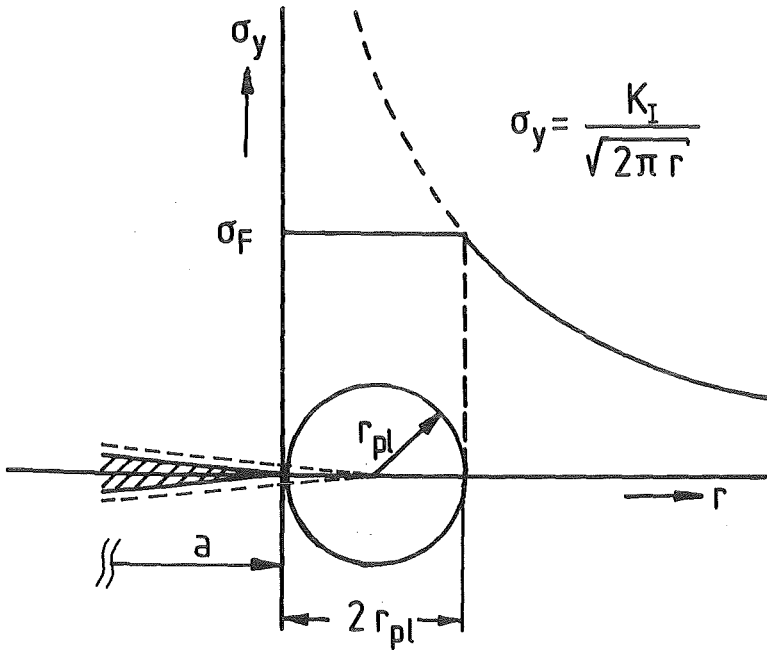


Abb. 3.2:
Fließzone nach Irwin

Die Größe der Zone errechnet sich nach diesen Überlegungen aus folgender Gleichung:

$$d_{pl} = \frac{1}{\pi} \frac{K_I^2}{\sigma_F^2} \quad (3.6)$$

Für den EDZ ergibt sich ein kleinerer Wert, der von McClintock und Irwin /12/ abgeschätzt wurde zu:

$$d_{pl} = \frac{1}{3\pi} \frac{K_I^2}{\sigma_F^2} \quad (3.6a)$$

3.1.1 Dugdale-Modell

In thermoplastischen Polymeren sind die Fließzonen nicht rund, sondern dünn und langgezogen und besitzen ein dreiecksförmiges Aussehen (s. 3.1.2). Das Dugdale-Modell /13/ bietet in den meisten Fällen eine gute Beschreibungsmöglichkeit für diese Zonenform. Nach diesem Modell wird davon ausgegangen, daß sich an einem Riß der Länge $2a$ unter Zugbelastung (σ) schmale bandförmige Zonen (s) ausbilden, ohne daß sich der Riß vergrößert (Abb. 3.3).

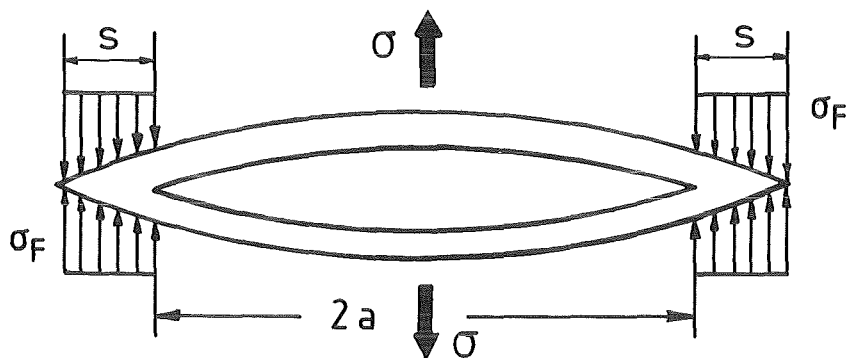


Abb. 3.3:
Rißmodell nach Dugdale

Ein hypothetischer Riß der Länge $2(a + s)$ kann elastizitätstheoretisch behandelt werden, wenn folgende Voraussetzungen erfüllt sind:

- außerhalb $2(a + s)$ liegt rein elastisches Verhalten vor
- innerhalb s herrscht die gleichförmige Zugspannung σ_F (ideal plastisch)
- am hypothetischen Riß treten keine Spannungen auf, die größer sind als σ_F (keine Singularität)

Die letzte Voraussetzung ist erfüllt, wenn die von zwei Teillösungen herrührenden Spannungssingularitäten sich gegenseitig aufheben. Die erste Teillösung hat eine Singularität der Größe

$$K_{I,\sigma} = \sigma \sqrt{\pi (a+s)} \quad (3.7)$$

und ergibt sich für einen lastfreien Riß im einachsigen Spannungsfeld. Die zweite Teillösung hat eine Singularität der Größe $K_{I,s}$ und ergibt sich für einen an den Enden mit der Druckspannung σ_F teilbelasteten Riß. Ein außermittig teilbelasteter Riß hat in seinen Endpunkten Spannungssingularitäten, die sich überlagern. Für den hypothetischen Riß, bei dem die außermittige Randspannung σ_F von a bis $a + s$ verteilt ist, ergibt sich $K_{I,s}$ zu (S. 94-96 und Kap. 4 in /54/):

$$K_{I,s} = -2\sigma_F \sqrt{\frac{a+s}{\pi}} \arccos \frac{a}{a+s} \quad (3.8)$$

Soll nun am hypothetischen RiB keine Singularität vorliegen, so muß gelten:

$$K_I = K_{I\sigma} + K_{I_s} = 0 \quad (3.9)$$

Mit Gl. (3.7) und Gl. (3.8) erhält man schließlich über eine Reihenentwicklung unter Vernachlässigung der Glieder höherer Ordnung die Länge der Fließzone s:

$$s = \frac{\pi}{8} \frac{K_I^2}{\sigma_F^2} \quad (3.10)$$

Die Verschiebung der RiBufer im EDZ läßt sich berechnen aus (S. 72 in /54/)

$$v = 2(1 + \nu) \cdot \frac{K_I}{E'} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left(2 - 2\nu - \cos^2 \frac{\theta}{2} \right) \quad (3.11)$$

Liegt der Ursprung ($x = 0$) im Ende des hypothetischen Risses, so erhält man für das Ende des physikalischen Risses ($r = s$ und $\theta = \pi$) die RiBöffnungsverschiebung $2v$:

$$2v = \frac{K_I^2}{E' \cdot \sigma_F} \quad \text{ESZ} \quad (3.12) \quad 2v = \frac{K_I^2}{E' \cdot \sigma_F} (1 - \nu^2) \quad \text{EDZ} \quad (3.12a)$$

Bei einigen Polymeren werden die Crazes mit dem Dugdale-Modell nur ungenau beschrieben; dies liegt wahrscheinlich an der Annahme einer konstanten Fließspannung σ_F innerhalb der Zone. Qualitative und quantitative Angaben über den Spannungsverlauf innerhalb der Fließzone nach dem Dugdale-Modell findet man bei Kramer et al. /14,15,16/.

Eine Weiterentwicklung stellt das Modell von Barenblatt /17/ dar, der eine Verteilung von Kohäsionskräften innerhalb der Zone annimmt und in seiner Autonomiehypothese fordert, daß für einen gegebenen Werkstoff unter gleichen Bedingungen (z.B. σ_∞) die Ausdehnung der Endzonen und die Verteilung der Kohäsionskräfte darin bei allen Rissen gleich ist. Die Verteilung selbst ist jedoch nicht bekannt.

3.1.2 Fließzonen in Thermoplasten

Die Fließzonen in thermoplastischen Polymeren (Crazes) haben eine spezielle Struktur (Abb. 3.4). Die Spannungsüberhöhungen in der Umgebung von Fehlstellen, die durch Anlegen einer äußeren Last auftreten, führen dazu, daß ganze Bündel von Molekülketten aus dem verknäuelten Bulk-Material herausgezogen und hochgradig verstreckt werden. Die so entstehenden Fibrillen können hohe Spannungen tragen und sind innerhalb der Crazes in Richtung der lokalen Spannung orientiert. Die Ausbreitungsrichtung ist senkrecht zur Belastungsrichtung.

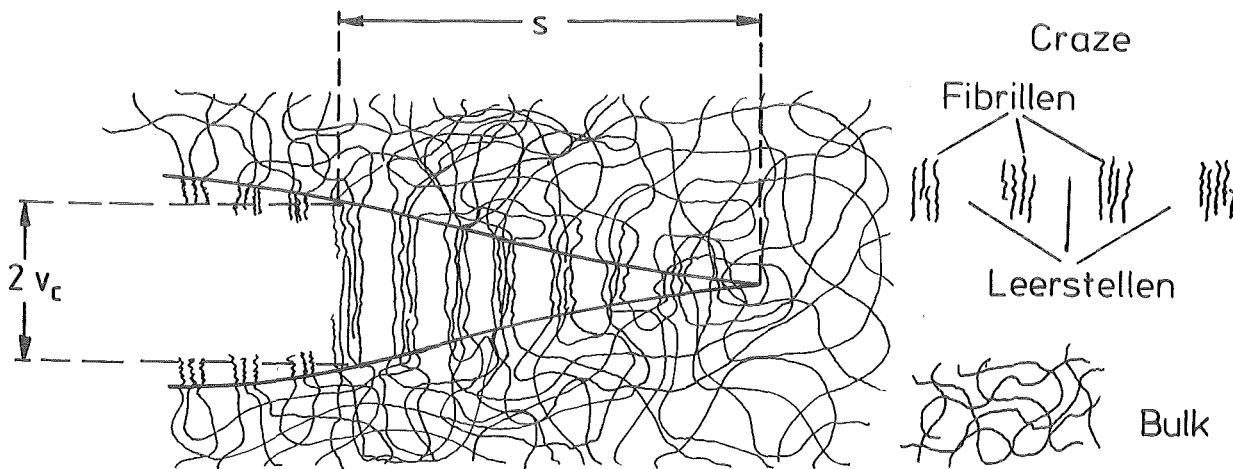


Abb. 3.4: Struktur der Fließzonen (Crazes) in Thermoplasten

Für die Entstehung solcher Craze-Strukturen gibt es unterschiedliche Vorstellungen /18 - 24/. Eine davon /24/ setzt die Existenz kritischer Spannungen voraus. Danach müssen folgende Bedingungen erfüllt sein:

- $\max(\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3) = \sigma_1 \geq \sigma_{cr}$
- $\sigma_1 \neq \sigma_2$ und $\sigma_1 \neq \sigma_3$
- $I_1 = \sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3 > 0$

I_1 ... Invariante des Spannungstensors

Die erste (notwendige) Bedingung verlangt lokal das Überschreiten eines gewissen Spannungsschwellwertes. Erst mit Erreichen dieses Wertes ist die Craze-Bildung möglich. Die zweite Bedingung besagt, daß ein Craze eine treibende, anisotrope Kraft benötigt, damit er sich senkrecht zur äußeren Bela-

stungsrichtung ausbreiten kann. Aus der dritten Bedingung folgt, daß der Craze-Bildungsprozeß unter Volumenzunahme stattfindet. Dies führt dazu, daß zwischen den orientierten Fibrillen ein hoher Leerstellenanteil vorhanden ist. Die Dichte im Craze beträgt deshalb nur ca. 60 % des Wertes des umgebenden Bulk-Materials. Diese unterschiedliche Dichte eröffnet die Möglichkeit bei transparenten Polymeren Crazes mit Hilfe der Interferenzoptik zu detektieren und die Abmessungen zu bestimmen. Zahlreiche Untersuchungen auf diesem Gebiet wurden von Döll /25/, Kambour /26/ und Opfermann /27/ vorgenommen, die ein breites Spektrum der Literatur über Crazes angeben. Neuere Erkenntnisse sind bei Kausch /28/ zusammengefaßt.

Die Abmessungen solcher Crazes hängen stark vom jeweiligen Material, sowie von Parametern wie Temperatur, Molekulargewicht usw. ab. Die maximale Craze-Dicke $2v_c$ beträgt einige Mikrometer während die Längenausdehnung s wesentlich größer ist. Allgemein gilt, daß das Verhältnis $s/2v_c$ stets größer als zehn ist. Die Craze-Kontour kann mit dem Dugdale-Modell beschrieben werden und stimmt mit dem experimentell ermittelten Verlauf gut überein.

Bis auf wenige Ausnahmen /29 - 32/ sind Crazes bei tiefen Temperaturen kaum untersucht. Schirrer /31/ findet bei bestimmten, materialspezifischen Temperaturen einen Übergang vom einzelnen Craze zum "multiple-crazing". Bei diesen Prozeß entstehen vor der Rispspitze viele kleinere Einzelcrazes.

Um den Einfluß der Crazes auf das Bruchverhalten bei tiefen Temperaturen erfassen zu können, sind noch umfangreiche Untersuchungen über die Abmessungen und die Eigenschaften der Craze-Materie notwendig.

3.2 Energetische Betrachtungen zur plastischen Deformation

Während des Deformationsvorganges läßt sich für die Energieumsetzung in der Fließzone eine einfache Leistungsbilanz aufstellen: die pro Zeit in der Zone als Wärme gespeicherte Energie \dot{W}_{gesp} ergibt sich aus der in dieser Zeit dissipierten Energie \dot{W}_{diss} und der in der gleichen Zeit durch Wärmediffusion aus der Zone abgeführten Energie \dot{W}_{WL} :

$$\dot{W}_{\text{gesp.}} = \dot{W}_{\text{diss}} + \dot{W}_{\text{WL}} \quad (3.14)$$

Die pro Zeit als Wärme gespeicherte Energie ergibt sich aus dem Volumenintegral des Produktes der spezifischen Wärme c , der Dichte ρ und der Temperatur T . Die pro Zeit dissipierte Energie erhält man aus dem Volumenintegral der je-

nigen Wärmemenge, die durch irgendeinen Deformationsprozeß $g(\epsilon(t), T)$ entstanden ist. Die pro Zeit abgeführte Energie ergibt sich schließlich aus dem Oberflächenintegral der Wärmeleitfähigkeit λ und dem Gradienten der Temperatur. Dieses Oberflächenintegral kann mit dem Integralsatz von Gauß in ein Volumenintegral überführt werden, wodurch sich die Integration über das Volumen der Fließzone für alle drei Energieanteile aufhebt.

$$\dot{W}_{\text{gesp.}} = \frac{d}{dt} \int_{V_{\text{pl}}} \int_0^T c(T) \cdot \rho(T) dT dV \quad (3.15)$$

$$\dot{W}_{\text{diss.}} = \frac{d}{dt} \int_{V_{\text{pl}}} \int_{\epsilon_{\text{max}}} g(\epsilon(T), T) d\epsilon dV \quad (3.16)$$

$$\dot{W}_{\text{WL}} = \int_{A_{\text{pl}}} -\lambda(T) \text{grad } T dA = \int_{V_{\text{pl}}} \text{div} (-\lambda(T) \text{grad } T) dV \quad (3.17)$$

Die thermodynamischen Voraussetzungen für den Deformationsprozeß in der Fließzone werden durch die thermische Ausgleichszeit τ_{th} *) und die Zeitdauer t_w bestimmt, innerhalb der eine Erwärmung stattfindet:

- für $\tau_{\text{th}} \ll t_w$ verläuft die Deformation isotherm ($\dot{W}_{\text{diss}} = \dot{W}_{\text{WL}} \longrightarrow \Delta T = 0$)
- für $\tau_{\text{th}} \gg t_w$ verläuft die Deformation adiabatisch, wobei durch die Wärmeentwicklung eine relative Temperaturerhöhung ΔT in der Fließzone auftritt. Für diesen Fall gilt $\dot{W}_{\text{WL}} = 0$ und die Temperaturerhöhung wird durch das Ausmaß der Deformation festgelegt: $\Delta T = \Delta T(g(\epsilon(t), T))$.

Im Übergangsbereich zwischen beiden Grenzfällen hängt das Auftreten einer Temperaturerhöhung auch von der Erwärmungszeit t_w ab: $\Delta T = \Delta T(g(\epsilon(t), T), t_w)$.

3.2.1 Abschätzung der Temperaturerhöhung in der Fließzone

Die Temperaturerhöhung in der Fließzone ist aus Gl. (3.18) berechenbar:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{W_{\text{diss}}}{\rho \cdot c} \right) - a_T \text{div grad } T \quad (3.18)$$

a_T ... Temperaturleitzahl

Darin ist $w_{\text{diss}} = \int_{\epsilon_{\text{max}}} g(\epsilon(t), T) d\epsilon$ die pro Dehnung dissipierte Energiedichte.

*) τ_{th} ist die Zeit, innerhalb der Temperaturgradienten im Festkörper auf $1/e$ abgebaut werden und läßt sich aus der Temperaturleitzahl $a_T = \lambda/(\rho c)$ bestimmen

Die in der Fließzone dissipierte Energie läßt sich nicht exakt angeben. Die Temperaturerhöhung kann daher nur grob abgeschätzt und die Größenordnung ermittelt werden. Für die Bestimmung von w_{diss} bieten sich zwei Möglichkeiten an:

- die Wärmeentwicklung in der Fließzone erfolgt durch innere Reibung; diese drückt sich im Verlustfaktor $\tan \delta$ aus. Definitionsgemäß (s. Anhang B) ist bei sinusförmiger Belastung innerhalb einer viertel Periode $\tan \delta$ das Verhältnis aus dissipierter zu elastisch gespeicherter Energie:

$$\tan \delta = \partial w_{diss} / \partial w_{el} \cdot$$

Für eine dreiecksförmige Belastung gilt näherungsweise (Grundschiwingung):

$$\partial w_{diss} = \tan \delta \cdot \partial w_{el} = \tan \delta \cdot \sigma \partial \epsilon = \tan \delta \cdot E' \cdot \epsilon \partial \epsilon \quad (3.19)$$

E' ... Tangentenmodul

Unter adiabatischen Bedingungen erhält man aus Gl. (3.18) und Gl. (3.19) die relative Temperaturänderung $\partial T / \partial \epsilon$:

$$\frac{\partial T}{\partial \epsilon} = \frac{\tan \delta}{c} \cdot \frac{E'}{\rho} \cdot \epsilon \quad (3.20)$$

Diese relative Temperaturänderung $\partial T / \partial \epsilon$ wurde aus Meßergebnissen /34,44/ berechnet und ist in Abb. 3.5 als Funktion der Temperatur für eine Dehnung $\epsilon = 10\%$ dargestellt.

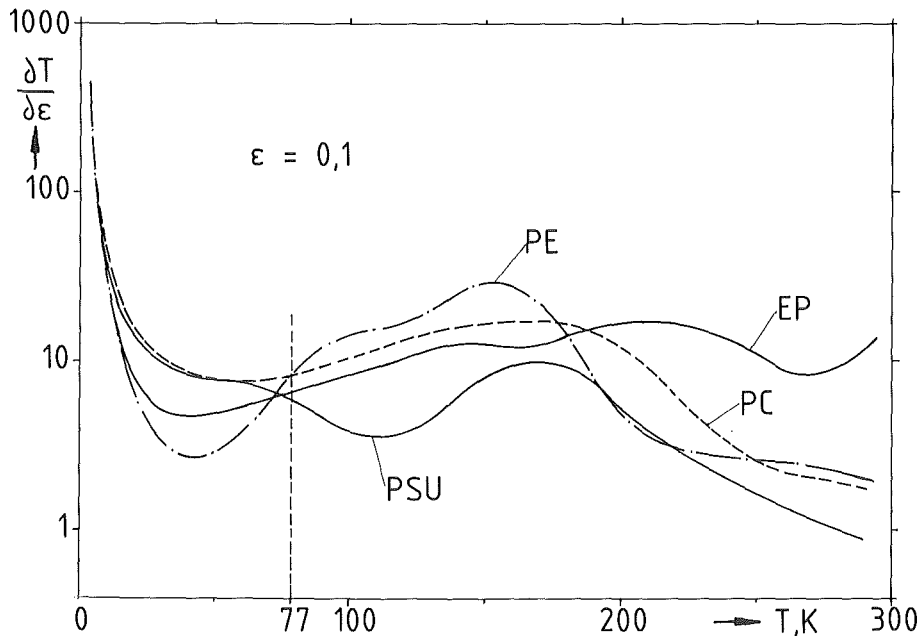


Abb. 3.5: Relative Temperaturänderung $\partial T / \partial \epsilon$ für verschiedene Materialien als Funktion der Temperatur

Die Temperaturerhöhung berechnet sich aus Gl. (3.20) durch die Integration über ϵ . Dabei ergeben sich jedoch Schwierigkeiten, da erstens die maximale Dehnung in der Fließzone als obere Integrationsgrenze nicht genau bekannt ist und zweitens der aus einer linearen Theorie definierte $\tan \delta$ nicht bis zur Bruchdehnung anwendbar ist. Nur für die anfängliche Deformation in der Fließzone hat Gl. (3.20) Gültigkeit und kann dazu dienen, eine Tendenz der Anfangserwärmung zu geben.

Bei einer Ausgangstemperatur $T = 77$ K erkennt man, daß in Abb. 3.5 die Kurven für PE, PC und EP positive Steigungen besitzen. Das bedeutet, daß die durch Dehnung erzeugte Temperaturerhöhung bei erhöhter Temperatur zunimmt und sich gewissermaßen selbst "aufschaukelt". Bei PSU dagegen ist es anders. Die negative Steigung ist ein Zeichen dafür, daß die spezifische Wärme stärker mit der Temperatur ansteigt als die durch Dehnung erzeugte Wärme pro Volumeneinheit $\partial w_{\text{diss}} = \tan \delta \cdot E' \cdot \epsilon \partial \epsilon$.

- eine den experimentellen Gegebenheiten besser als $\tan \delta$ angepaßte Größe ist die Energiefreisetzungsrate, deren kritischer Wert G_{IC} alle Prozesse erfaßt, die von Beginn der Deformation bis zur Materialtrennung auftreten:

$$G_{\text{IC}} = G_{\text{Oberfläche}} + G_{\text{Plastifizierung}} + G_{\text{kinetisch}} + \dots$$

Somit sind alle irreversiblen Deformationsprozesse bis zum Bruch automatisch beinhaltet, die bei der Ausbildung von Fließzonen stattfinden und eine Wärmeentwicklung bewirken. Die in den Fließzonen vor den Rispspitzen entstandene Wärme macht ca. 60 bis 80 % /11/ des Wertes von G_{IC} aus. Zur Abschätzung der Temperaturerhöhung wurde ein Anteil von 60 % als dissipierte Energie w_{diss} eingesetzt.

Nimmt man an, daß bei den geringen Abmessungen der verwendeten Proben ein ebener Spannungszustand (ESZ) vorliegt, dann läßt sich G_{IC} aus den gemessenen Größen K_{IC} und E' berechnen. Es gilt:

$$G_{\text{IC}} = \frac{K_{\text{IC}}^2}{E'} \quad \text{ESZ} \quad (3.21)$$

E' ... Elastizitätsmodul

Die Energiefreisetzungsrate ist eine flächennormierte Größe. Die Fließzonen haben jedoch eine endliche Dicke d und zur Angabe der dissipierten Energie in der Fließzone muß G_{IC} auf deren Volumen bezogen werden: $w_{\text{diss}} = w_{\text{diss}}(G_{\text{IC}}/d)$. Die Dicke d der Fließzonen kann mit Hilfe von Modellen (Abschnitt 3.1) abgeschätzt werden.

Für den adiabatischen Grenzfall ($\dot{W}_{WL} = 0$) ergibt sich die Temperaturerhöhung ΔT mit Gl. (3.18) aus

$$\Delta T_{ad} = \frac{W_{diss}}{\rho \cdot c} \approx 0.6 \cdot \frac{G_{IC}}{\rho \cdot c \cdot d} \quad (3.22)$$

Bei Berücksichtigung der Wärmeabfuhr aus der Fließzone ($\dot{W}_{WL} \neq 0$) läßt sich Gl. (3.18) näherungsweise lösen, wenn man alle Größen als temperaturunabhängig betrachtet:

$$\Delta \dot{T} + a_T \frac{\Delta T}{\Delta x^2} = \frac{\dot{W}_{diss}}{\rho \cdot c} \quad (3.23)$$

$$\Delta T = \frac{\dot{W}_{diss}}{\rho \cdot c \cdot B} \left(1 - e^{-B \cdot t_w} \right) \quad (3.24)$$

$$\Delta T = \frac{\Delta T_{ad}}{B \cdot t_w} \left(1 - e^{-B \cdot t_w} \right) \quad (3.25)$$

$$B = a_T / \Delta x^2$$

Die adiabatische Temperaturerhöhung ΔT_{ad} wurde ausgehend von der Temperatur $T_0 = 77$ K für PE, PC und EP *) nach Gl. (3.22) abgeschätzt. Wegen der starken Temperaturabhängigkeit der spezifischen Wärme erfolgte die Berechnung iterativ. Zur Bestimmung der Fließzonendicke wurde das Dugdale-Modell verwendet; die Fließzone wurde dabei als Quader der Höhe $d = v$ angenommen und für σ_F die Bruchspannung in Gl. (3.12) eingesetzt (das Modell von Irwin entspricht der realen Form einer Fließzone weniger). Die Ergebnisse der Rechnung sind in Tab. 3.1 zusammengefaßt. $\bar{c}(\bar{T})$ ist der Wert der spezifischen Wärme für $T = T_0 + \Delta T_{ad}/2$.

Polymer	$G_{IC}(T_0)$, J/m ²	$\rho(T_0)$, g/cm ³	$\bar{c}(\bar{T})$, J/(kg·K)	$d(T_0)$, µm	ΔT_{ad} , K
PE	9200 /4/	1,04	1280	18,00	230
PC	2000 /33/	1,25	935	3,80	270
EP	440 /4/	1,24	840	1,13	225

Tab. 3.1: Daten zur Berechnung von ΔT_{ad} ($T_0 = 77$ K)

*) Für PSU konnte wegen fehlender Materialdaten keine Abschätzung vorgenommen werden.

ΔT_{ad} gilt dabei für die höchsten Deformationsgeschwindigkeiten im Experiment ($\dot{\epsilon} \approx 580 \text{ s}^{-1}$). Die aufgrund des thermoelastischen Effektes auftretende Abkühlung beträgt nur wenige Grade und kann vernachlässigt werden.

Die adiabatische Temperaturerhöhung ist für die drei betrachteten Polymere mit $220 \text{ K} < \Delta T < 270 \text{ K}$ etwa gleich groß. Diese Abschätzung kann jedoch nur als obere Grenze von ΔT angesehen werden, da wegen der hohen Reißgeschwindigkeit bei der Messung von G_{IC} /4,33/ die verwendeten Werte für adiabatische Zustände an der Reißspitze gelten, die bei den maximal erreichten Deformationsgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon}$ der vorliegenden Experimente nur teilweise gegeben sind.

Die Abschätzung der Temperaturerhöhung bei nicht-adiabatischen Bedingungen nach Gl. (3.23) ist äußerst problematisch, da man t_w nicht kennt. Es ist jedoch stark anzunehmen, daß die gesamte Erwärmungszeit während des Deformationsvorganges deutlich kürzer ist als die im Experiment gemessene Gesamtbruchzeit t_B . Die Deformationsvorgänge an der Reißspitze verlaufen dadurch näher am adiabatischen Grenzfall als es sich aus der Bruchzeit t_B ergibt. In Ermangelung einer genauen Erwärmungszeit wurde in Gl. (3.23) für t_w die Gesamtbruchzeit t_B eingesetzt und eine untere Grenze einer nicht vollständig adiabatischen Temperaturerhöhung abgeschätzt. Für die experimentell größten Deformationsgeschwindigkeiten erhält man:

$$\Delta T_{PE} \approx 95\text{K}$$

$$\Delta T_{PC} \approx 23\text{K}$$

$$\Delta T_{EP} \approx 3\text{K}$$

Selbst aus dieser groben Abschätzung erhält man somit für PE eine größere Temperaturerhöhung als für PC und EP. Für diesen nicht vollständig adiabatischen Fall sind die niedrigen Werte für PC und EP auf die geringe Fließzonnendicke d und das daraus resultierende ungünstige Verhältnis von Oberfläche zu Volumen zurückzuführen.

Aus dieser Abschätzung wird die im Experiment gefundene Tendenz deutlich, daß für eine Plastifizierung (s. Diskussion) unterschiedlich große Deformationsgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon}$ erforderlich sind.

4 Experiment

In den durchgeführten Zugversuchen wurde die Geschwindigkeitsabhängigkeit des Bruchverhaltens verschiedener Polymere bei tiefen Temperaturen untersucht. In den folgenden Abschnitten werden die verwendeten Materialien und Probenformen, die Versuchsanlage und die Versuchsdurchführung sowie die Erfassung der Meßwerte beschrieben.

4.1 Untersuchte Materialien

4.1.1 Auswahlkriterien

Die untersuchten Materialien wurden nach technologischen und physikalischen Gesichtspunkten ausgewählt:

- Der Einsatz von Polymeren als Matrix in Faserverbundwerkstoffen ist von großer technologischer Bedeutung. Bisher wurden dazu vornehmlich Epoxidharze (EP) verwendet, obwohl sie für die Tieftemperaturanwendung zu spröde sind. Ein häufig eingesetztes System wurde deshalb in die Untersuchungen einbezogen.

Bestimmte Thermoplaste, wie PC und PSU (oder auch PES (Polyethersulfon)) zeigen im Tieftemperaturbereich merklich höhere Bruchdehnungen als Epoxidharze. Dies prädestiniert sie neben ihren guten Verarbeitungseigenschaften als bessere Matrices für Faserverbunde in der Tieftemperaturtechnologie.

- Das physikalische Auswahlkriterium stellten die Dämpfungsspektren dar. Dabei sind die Temperaturen T_{β} von solchen sekundären Maxima von Interesse, die eine gewisse Beweglichkeit der Hauptketten signalisieren. In PE werden bei einer Anregung von 12 Hz bei $T_{\beta} = 160$ K Umlagerungen von Hauptkettensegmenten in den amorphen Bereichen wirksam, die nach Schatzki /5,6/ crankshaft-Bewegungen genannt werden. Bei PC und PSU setzt eine Segmentbeweglichkeit erst bei höheren Temperaturen ein und bei Epoxidharzen noch später ($T_{\beta} = 215$ K, 10 Hz). Eine derartige Beweglichkeit bewirkt eine gewisse Plastifizierung der Polymere, die für diese Experimente von entscheidender Bedeutung ist.

Die Polymere wurden einmal nach einer möglichst tiefen Temperatur T_{β} (PE) und zum anderen nach weit auseinanderliegenden T_{β} (PE, PSU, PC bis EP) aus- gesucht. Die Dämpfungsspektren dieser Polymere sind in Abb. 4.1 dargestellt. Sie wurden im Torsionsschwingversuch bei sinusförmiger Anregung mit einer Frequenz von ca. 10 Hz gemessen /34/. Im Experiment treten jedoch je nach der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ sowohl niedrigere als auch wesentlich höhere Frequenzen auf, sodaß sich die Lagen der Dämpfungsmaxima gemäß der Arrhenius- Beziehung (2.2) verschieben. Diese frequenzbedingte Verschiebung dT_{β} / df der in Abb. 4.1 angedeuteten Maxima T_{β} wurde für die Frequenzen f bestimmt, die den geringsten und höchsten Deformationsgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon}$ des Experimentes entsprechen. Zwischen f und $\dot{\epsilon}$ besteht die Beziehung $f = \dot{\epsilon} / 4 \epsilon_{\beta} = 1 / 4 t_{\beta}$ (s. Anhang B). Danach ergibt sich im Experiment für $\dot{\epsilon}_{\min} \approx 0.04 \text{ s}^{-1}$ eine Frequenz $f_{\min} = 0.12 \text{ Hz}$ und für $\dot{\epsilon}_{\max} \approx 580 \text{ s}^{-1}$ eine Frequenz $f_{\max} = 1670 \text{ Hz}$. Die hierfür berechneten Temperaturen T_{β} und die Aktivierungsenergien ΔU sind in Tab. 4.1 angegeben. ΔU wurde graphisch bestimmt aus der Steigung der Geraden in einem $(\log f, 1/T)$ -Diagramm, die durch die Punkte $(1/T_{\beta}, \log f_{\text{exp}} \approx 1)$ und $(1/T = 0, \log v_0 = 13.5 / 35/)$ festgelegt wurden.

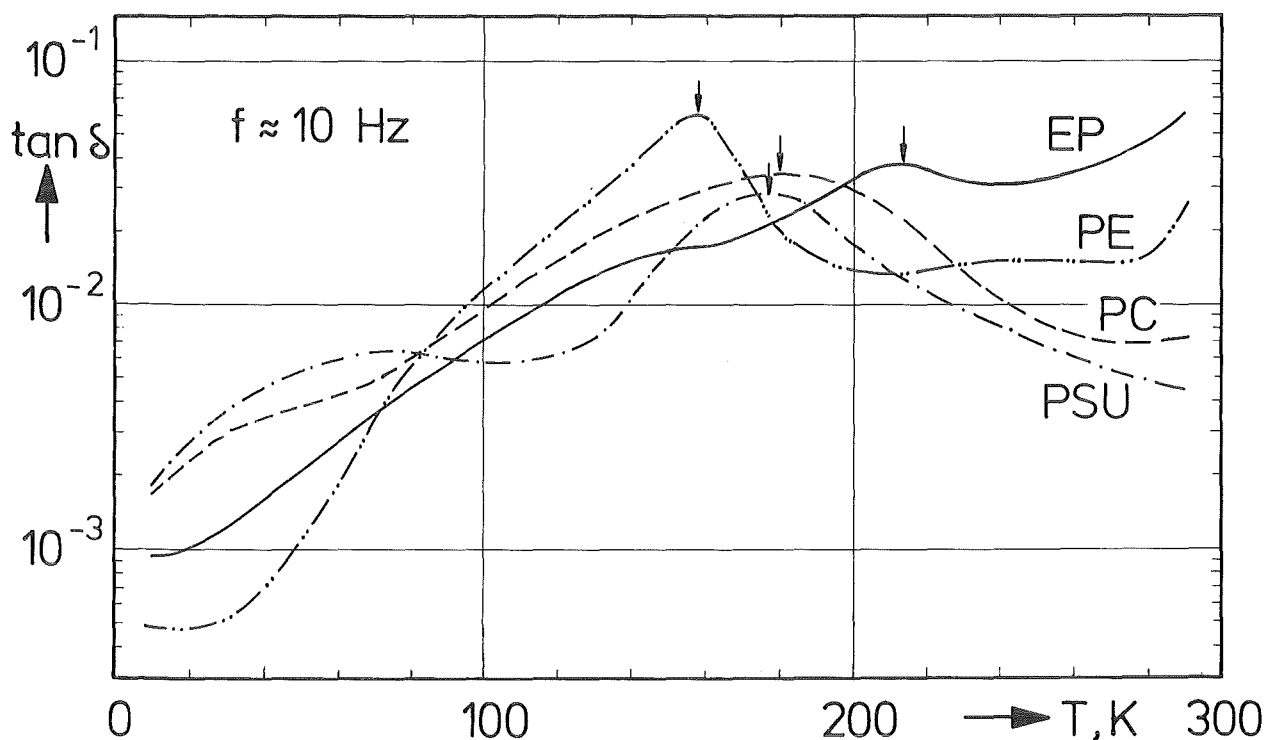


Abb. 4.1: Dämpfungsspektren der untersuchten Polymere bei ca. 10 Hz (ent- spricht $\dot{\epsilon} \approx 2.5 \text{ s}^{-1}$)

Polymer	ΔU kJ/mol	T_{β} (10Hz), K gemessen ($\dot{\epsilon} \approx 2.5 \text{ s}^{-1}$)	T_{β} (0,12 Hz), K berechnet für $\dot{\epsilon}_{\min} \approx 0.04 \text{ s}^{-1}$	T_{β} (1670 Hz), K berechnet für $\dot{\epsilon}_{\max} \approx 580 \text{ s}^{-1}$
PE	37.0	160	134	188
PSU	42.3	178	153	215
PC	42.3	180	153	215
EP	52.0	215	189	265

Tab. 4.1: Aktivierungsenergien ΔU und Temperaturlagen der Dämpfungsmaxima (gemessen und berechnet für minimales und maximales $\dot{\epsilon}$ des Experimentes)

4.1.2 Chemischer Aufbau und Molekularbeweglichkeit der untersuchten Materialien

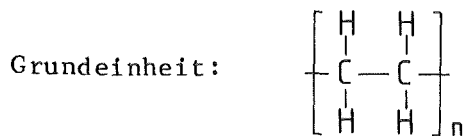
Polyethylen (PE): Thermoplast, teilkristallin

MM (mittelmolekular): $M_W = 500\,000 \text{ g/mol}$ (Gewichtsmittelwert der Molekularmasse)

HM (hochmolekular): $M_W = 1\,000\,000 \text{ g/mol}$

linearer Aufbau mit geringem Anteil an Verzweigungen (HDPE)

Halbzeughersteller: Thyssen/Schulte

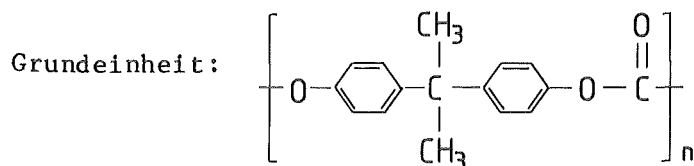


sekundäres Dispersionsgebiet bei $T_{\beta} = 160 \text{ K}$ (12 Hz), Auftauen von begrenzter Kettenbeweglichkeit (crankshaft motions) in den amorphen Bereichen.

Polycarbonat (PC): Thermoplast, amorph

$M_W = 32\ 000\ \text{g/mol}$

Halbzeughersteller: TKG Ensinger



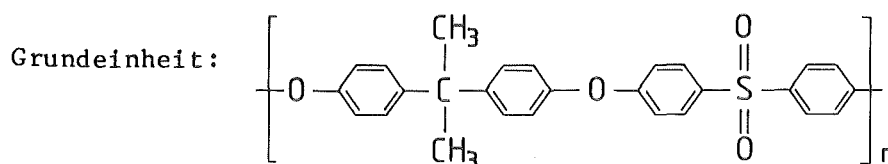
sekundäres Dispersionsgebiet großer Halbwertsbreite (ca. $\pm 60\ \text{K}$) bei $T_\beta = 180\ \text{K}$ (8 Hz)

Auftauen von Kettenbeweglichkeit durch Rotation um die Sauerstoffbrücken der Hauptketten

Polysulfon (PSU): Thermoplast, amorph

$M_W = 35\ 000\ \text{g/mol}$

Halbzeughersteller: TKG Ensinger



sekundäres Dispersionsgebiet bei $T_\beta = 178\ \text{K}$ (8 Hz)
gleicher Mechanismus wie bei PC (ähnliche Grundstruktur)

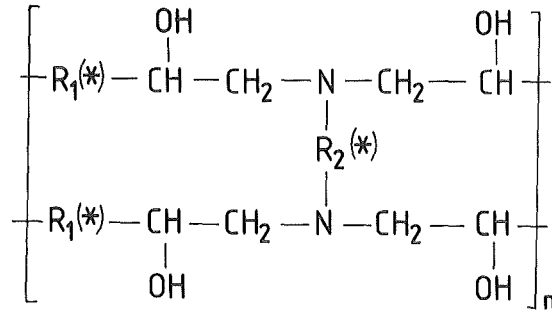
Epoxidharz (EP): Duroplast, amorph

mittlere Vernetzungsdichte, bei Raumtemperatur semiflexibel

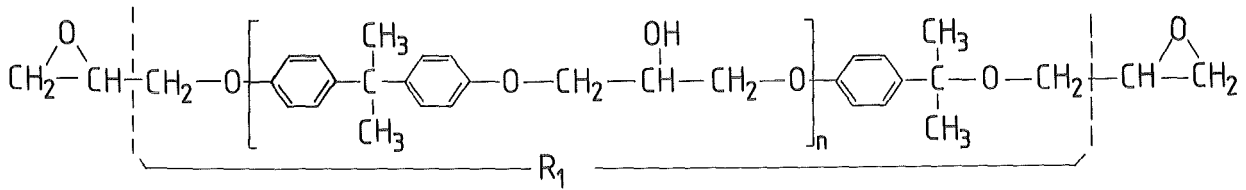
Hersteller: Ciba-Geigy

Das Harz vom Typ CY 221 ist eine Mischung aus einem Harz auf der Basis von Bisphenol A und einem langkettigen Harz auf der Basis von Polypropylenglycol und Epichlorhydrin. Der Härter vom Typ HY 979 besteht aus einem aromatischen und einem cycloaliphatischen Amin.

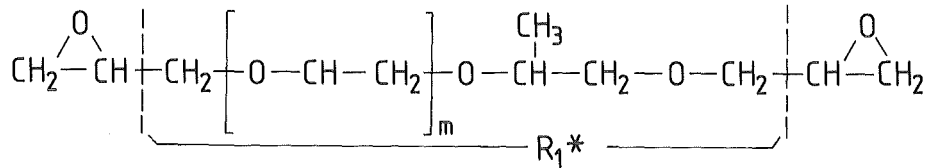
Grundeinheit:



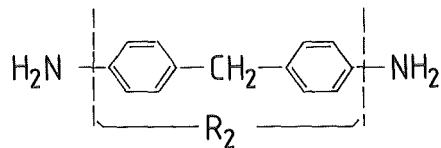
R₁ ist die Anzahl der Zwischenglieder beider Harzsysteme vom Typ



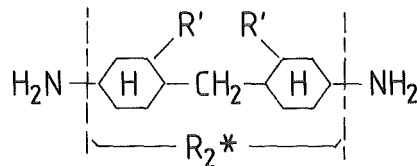
und



R₂ ist die Anzahl der beiden Härtertypen mit dem Aufbau



und



R' ist eine niedermolekulare Seitengruppe (z.B. CH₃)

sekundäres Dispersionsgebiet bei T_β = 215 K (10 Hz) durch Rotation um die Sauerstoffbrücken

4.2 Probenform

Zur Durchführung der Experimente waren zwei Forderungen an die Probenform vorherrschend:

- eine kleine Meßlänge l_0 , um bei einer begrenzten Abzugsgeschwindigkeit der Maschine v_A eine möglichst hohe Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ in der Meßlänge zu erreichen:

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} = \frac{d}{dt} \left(\frac{\Delta l}{l_0} \right) = \frac{1}{l_0} \frac{d(\Delta l)}{dt} = \frac{v_A}{l_0} \quad (4.1)$$

- eine geeignete Krafteinleitung, die auch bei hohen Deformationsgeschwindigkeiten und tiefen Temperaturen den Bruchvorgang innerhalb der Meßlänge stattfinden läßt.

Die Messungen bei 77 K wurden mit abgewandelten Formen (Abb. 4.2 und Abb. 4.3) einer ASTM-Normprobe /36/ durchgeführt. Die Normprobe hat zwischen den Übergängen zu den Auflagern einen konstanten Querschnitt. Durch die ungünstige Krafteinleitung erfolgte bei den extremen Beanspruchungsbedingungen der Bruch stets im Übergangsradius oder in den Einspannungen selbst. Solche Brüche lassen jedoch keine vernünftige Aussage zu.

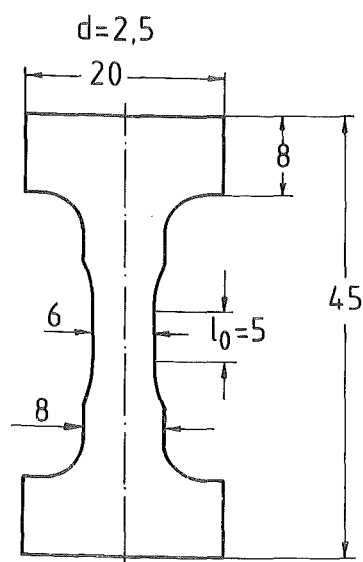


Abb. 4.2: Flachprobe

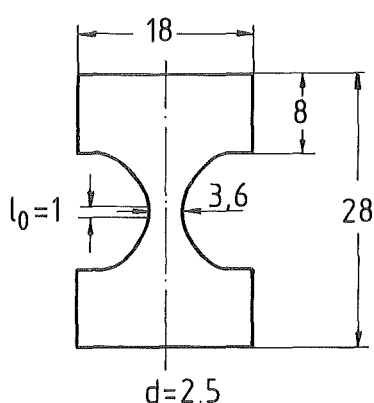


Abb. 4.3: Flachprobe für hohe Deformationsgeschwindigkeiten

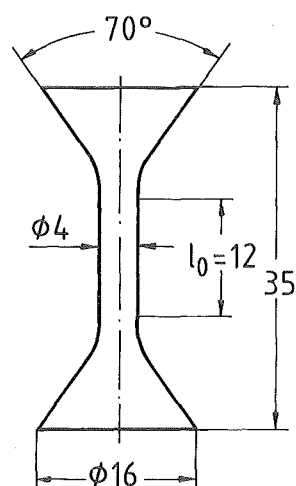


Abb. 4.4: Rundprobe

Spannungsoptische Beobachtungen im polarisierten Licht zeigten, daß sich bei den abgeänderten Flachproben bei Belastung eine deutlich bessere Krafteinleitung ergibt und sich in der Meßlänge l_0 *) (s. Abbildungen) eine homogene Spannungsverteilung einstellt. Diese Proben brechen in den meisten Fällen in der Meßlänge und liefern klare Ergebnisse.

Um den Einfluß einer Kerbwirkung, die von den Kanten der Flachproben ausgeht, zu untersuchen, wurden an PC einige Meßreihen mit Rundproben (Abb. 4.4) durchgeführt. Die Ergebnisse von Rund- und Flachproben stimmten bei 77 K jedoch sehr gut überein.

Eine weitere Verbesserung der Probenform für die Messungen bei 4.2 K wurde durch die zusätzliche Taillierung der Rundproben gemäß Abb. 4.5 erreicht.

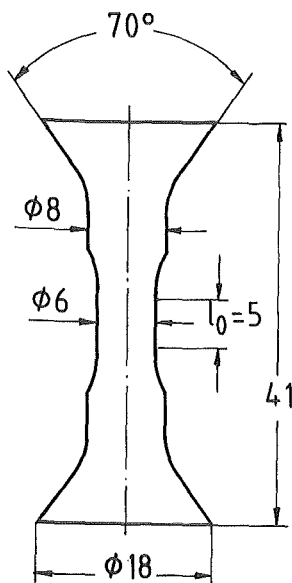


Abb. 4.5:
Taillierte Rundprobe

Die untersuchten Thermoplaste sind im Handel in Plattenform erhältlich, Harz und Härter des Epoxidharzes müssen erst zu Blöcken vergossen und ausgehärtet werden. Nach der Herstellung auf NC-gesteuerten Maschinen werden die Proben drei Tage bei Temperaturen von ca. 20 °C unterhalb der jeweiligen Glasstemperatur spannungsfrei getempert.

) Die Meßlänge l_0 ist nicht zu verwechseln mit der scheinbaren Meßlänge l_0^ (s. Abschnitt 4.6), mit der sich die lokale Dehnung in der Meßlänge berechnen läßt.

4.3 Versuchsanlage

Im Experiment wurde angestrebt, das kryogene Bruchverhalten von Polymeren bis zu möglichst hohen Deformationsgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon} \sim v_A$ zu ermitteln. Hohe Geschwindigkeiten v_A sind erreichbar mit einfachen Pendel- und Fallapparaturen sowie hydraulisch angetriebenen Zerreimaschinen. Pendelgerte, die zur Ermittlung der Brucharbeit im Schlagzug- oder Schlagbiegeversuch (DIN 53 448 und 53 453) verwendet werden, haben den Nachteil, da whrend der Beanspruchung die Geschwindigkeit abnimmt und sich auerdem nur in einem sehr begrenzten Bereich variieren lt. Im Sinne klar definierter Materialeigenschaften ist man bestrebt, whrend des gesamten Verformungsvorganges eine konstante Geschwindigkeit einzuhalten. Dies ist mit Hydropulsanlagen in einem groen Bereich bis zu mehreren Metern pro Sekunde mglich.

Einer beliebigen Steigerung der Deformationsgeschwindigkeit steht als obere physikalische Grenze die Schallgeschwindigkeit c_s der Longitudinalwellen gegenber, mit der sich ein Spannungszustand im Festkrper ausbreitet. Bei Belastung der Probe an einem Ende wird die Spannungswelle (c_s) am festgehaltenen Ende reflektiert und luft so mehrmals durch die Probe. Nach etwa zehn Durchlufen kann man von einem gleichmigen Spannungszustand ber der gesamten Probenlnge ausgehen /37/ (Thermalisierung). Eine Erweiterung des konventionellen Zugversuches zu hheren Deformationsgeschwindigkeiten ist nur bis zu dieser Grenzbedingung, $t_B > 10 \cdot t_s$, sinnvoll. Sie wurde bei allen hier beschriebenen Experimenten erfllt *).

t_s ... Zeit fr den einmaligen Durchlauf der Spannungswelle in der Probe

Auch vom metechnischen Standpunkt aus lt sich die Deformationsgeschwindigkeit nicht beliebig steigern. Klare Aussagen knnen nur dann getroffen werden, wenn sich der reale Kraftverlauf mit der Kraftmeeinrichtung innerhalb tolerierbarer Fehlergrenzen unverflscht aufzeichnen und auswerten lt. Fr den Grenzfall (worst case) eines sgezahnfrmigen Kraftimpulses, wie er beim Sprdbruch realisiert ist, ergeben sich nach Grimmering /38/ bestimmte Anforderungen an das Kraftmesystem (s. Abschnitt 4.5.1).

*) Reine Schlagbeanspruchung wrde nur fr $t_B < t_s$ vorliegen, soda die Probe am beanspruchten Ende bricht whrend das andere noch undeformiert ist. Im Bereich $t_s < t_B < 10 \cdot t_s$ stellen Stowellenerscheinungen eine zustzliche, undefinierte Beanspruchung dar.

4.3.1 Beschreibung der verwendeten Versuchsanlage

Die Experimente wurden an zwei im Prinzip baugleichen Hydropulsanlagen der Firma Schenck (Darmstadt) ausgeführt. Eine der Anlagen *) ist für Zugversuche mit Prüfgeschwindigkeiten bis maximal 1 m/s und für Langzeitversuche im kryogenen Temperaturbereich ausgelegt. Die zweite Anlage **) ermöglicht höhere Prüfgeschwindigkeiten bis maximal 8.5 m/s, ist jedoch nur bei Temperaturen bis ca. -50 °C einsetzbar. Durch ein einfaches, experimentelles Verfahren (s. Abschnitt 4.4.1) konnten auch an dieser Anlage Tieftemperaturversuche durchgeführt werden.

Der Aufbau beider Anlagen, die sich lediglich durch den Hub des Arbeitszylinders unterscheiden, ist schematisch in Abb. 4.6 dargestellt. Eine zentrale Einheit enthält die Starkstrom- und Energieversorgung für die gesamte Anlage, Steuerung und Schaltung für das Hydraulikaggregat und die Absaugeinheit für das anfallende Lecköl, Sollwert- und Funktionsvorgabeeinrichtungen, einen PID-Regelverstärker und Meßverstärker sowie gegebenenfalls weitere Zusatzeinrichtungen. In einer zweiten Einheit sind Anzeige- und Registriergeräte vereinigt.

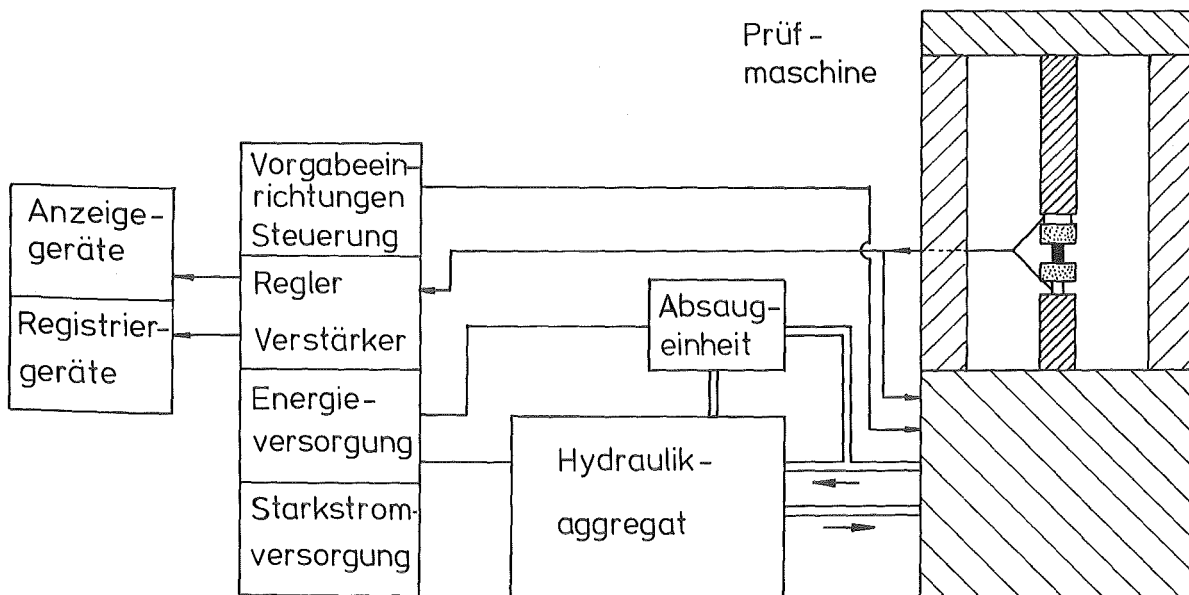


Abb. 4.6: Schematischer Aufbau der Hydropulsanlagen

*) Kernforschungszentrum Karlsruhe, IMF IV

**) Fraunhofer-Institut ICT, Pfinztal-Berghausen

Vom Hydraulikaggregat wird ein Öldruck von ca. 280 bar geliefert. Über zwei bzw. drei Servo-Durchfluß-Regelventile wird der Druckölzufluß auf einen Kolben im Arbeitszylinder gesteuert, durch den über ein Gestänge die Prüfkraft in das Meßobjekt eingeleitet wird. In diesem Kolben ist der Tauchanker eines induktiven Wegaufnehmers befestigt, dessen Ausgangssignal über den Meßverstärker als Istwert dem Regelverstärker zur Wegregelung und zur Erfassung der Änderung des Klemmenabstandes einem Registriergerät zugeführt wird.

Zur Erzielung einer konstanten Abzugsgeschwindigkeit muß der Energiespeicher von der Probeneinspannung abgekoppelt sein. Die Abkopplung erfolgt durch einen frei über einem Slack-Adapter (Abb. 4.7) beweglichen Zylinder (Energiespeicher), der durch den Antriebskolben auf die gewünschte Geschwindigkeit gebracht wird, die dann aufgrund seiner großen Masse konstant bleibt. Eine kraftschlüssige Verbindung wird durch den Slack-Adapter erst nach dem Erreichen der konstanten Geschwindigkeit hergestellt.

Erfolgt der Kraftschluß durch rein elastischen Stoß, so treten heftige Prellerscheinungen auf. Die Geschwindigkeit der Klemme überschreitet durch die völlige Energieübertragung kurzzeitig die Geschwindigkeit des bewegten Zylinders und wird durch die Probe wieder abgebremst. Dieser Vorgang kann sich mehrmals wiederholen und belastet die Probe zusätzlich. Durch die konische Form des Slack-Adapters und die dadurch auftretenden Reibungskräfte erfolgt der Stoß anelastisch. Die Prellerscheinungen werden somit weitgehend vermieden.

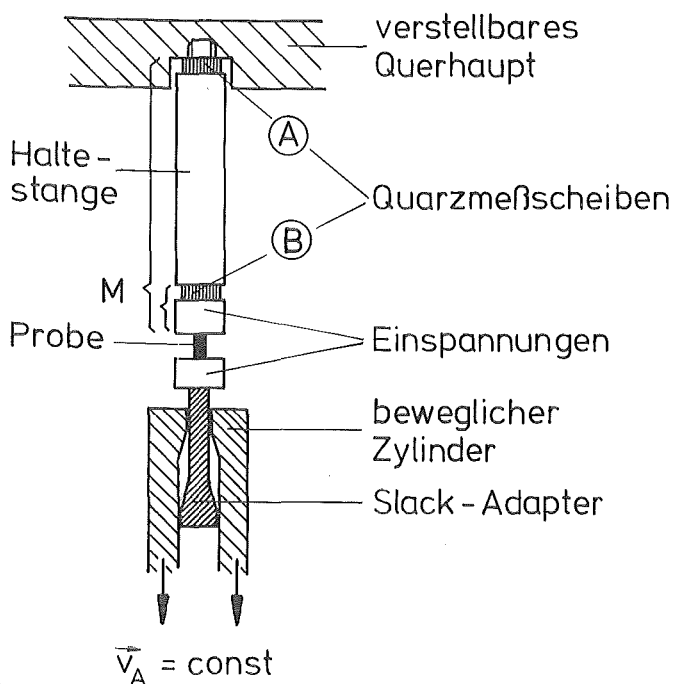


Abb. 4.7:
Einrichtung zur Erzielung konstanter Abzugsgeschwindigkeit

4.4 Versuchsdurchführung

Experimente bei tiefen Temperaturen erfordern naturgemäß ein hohes Maß an Vorbereitungszeit (einschließlich Abkühlungszeit) und kryotechnischen Vorkehrungen. Bei Kurzzeitversuchen steht dies in einem ungünstigen Verhältnis zur reinen Meßzeit. Für Messungen bei 4.2 K und 77 K sind darüberhinaus die Apparaturen meist nicht ausgelegt (s. Anlage für hohe Abzugsgeschwindigkeiten). Es mußte daher nach einer sinnvollen Lösung zur Durchführung der Experimente gesucht werden.

Bei hinreichend kurzer Versuchsdauer ($t_B < 0.5$ s) wurden die Messungen bei 77 K mit den Flachproben folgendermaßen durchgeführt: die Proben werden in flüssigem Stickstoff auf 77 K abgekühlt und mit einer Pinzette (gleichfalls auf 77 K abgekühlt) in die auf Raumtemperatur befindlichen Halterungen eingehängt. Zwischen der Entnahme aus der Kühlflüssigkeit und dem Bruch der Probe vergehen dabei zwei bis maximal vier Sekunden.

Um sicherzustellen, daß die Temperatur der Probe bis zum Bruch nicht zu stark angestiegen ist, wurde mehrmals der Temperaturverlauf im Bereich der Meßlänge l_0 an der Probenoberfläche und im Inneren der Probe *) mit einem Widerstandsthermometer Pt 100 gemessen (Abb. 4.8). Die Versuchsbedingungen wurden dabei exakt nachvollzogen. Der Temperaturgradient zwischen Probenoberfläche und dem Inneren der Probe nach der maximalen Experimentierzeit von vier Sekunden ist mit ca. 3 K vernachlässigbar und man kann von einer Meßtemperatur von 77 K ausgehen.

Die Temperatur der Probenteile in der warmen Einspannung ist sicher höher als im Bereich der Meßlänge gemessen wurde. Dies wirkt sich insofern günstig aus, als aufgrund der größeren Zähigkeit der wärmeren Probenteile in der Einspannung Brüche in diesem Bereich nur sehr selten auftreten.

Messungen bei 77 K für $t_B > 1$ s und mit Probenformen, die eine zeitaufwendige Einspannung erfordern würden (z.B. Rundproben), sowie Messungen bei 4.2 K können auf die beschriebene Weise nicht durchgeführt werden. Durch ein einfa-

*) Zur Messung der Temperatur im Inneren der Probe wurden zwei Flachproben miteinander verklebt und die Temperatursonde derart in eine Bohrung zwischen beiden Proben eingeklebt, daß sie gerade von soviel Material umgeben war wie es der halben Probendicke entspricht.

ches, experimentelles Verfahren konnten mit der Entwicklung eines Minikryostaten zwei Probleme gelöst werden:

- in nicht-kryogenen Apparaturen sind Zugversuche bei 77 K ($t_B < 20$ s) und bei 4.2 K ($t_B < 5$ s) mit allen Probenformen durchführbar
- die notwendigen kryotechnischen Vorkehrungen und die dadurch bedingten langen Vorbereitungsphasen sind auf ein Minimum beschränkt.

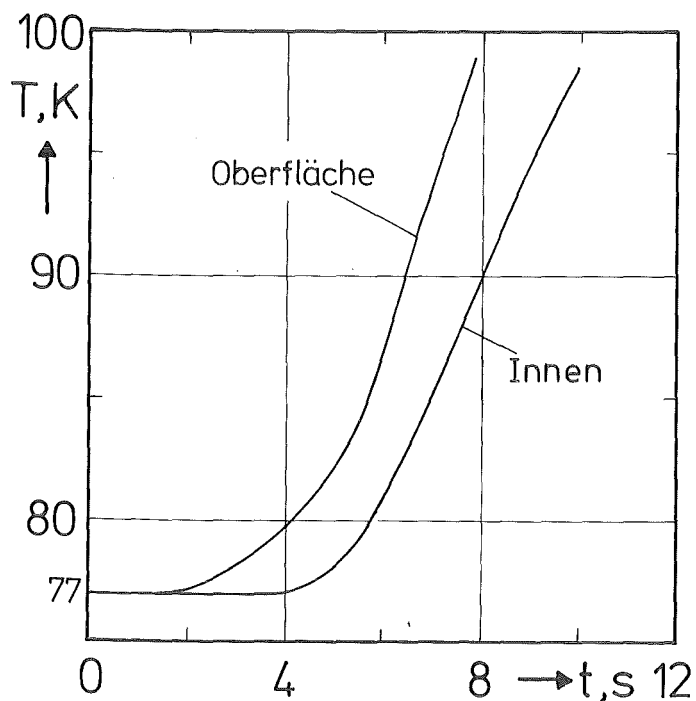


Abb. 4.8:
Temperaturverlauf nach
der Probenentnahme aus LN₂

4.4.1 Prinzip des Verfahrens mit einem Minikryostaten

Die experimentelle Vorgehensweise mit einem Minikryostaten im Zugversuch ist schematisch in Abb. 4.9 wiedergegeben. Die Probe wird bei Raumtemperatur (RT) in den Minikryostaten eingebaut und anschließend zusammen mit dem Minikryostaten in einem 3 l-Dewargefäß in flüssigem Stickstoff auf 77 K abgekühlt. Soll das Experiment bei dieser Temperatur ausgeführt werden, wird der Minikryostat mit Hilfe eines einfachen Einhängemechanismus gleich in die Prüfmaschine eingehängt. Für Messungen bei 4.2 K wird der Minikryostat in einem Zwischenschritt in einen Heliumkryostaten umgesetzt und in flüssigem Helium auf 4.2 K abgekühlt. Ist diese Temperatur erreicht, wird der Minikryostat in die Prüfmaschine eingehängt und der Zugversuch ausgeführt. Nach dem Wiedererwärmen des Minikryostaten kann eine neue Probe eingebaut werden.

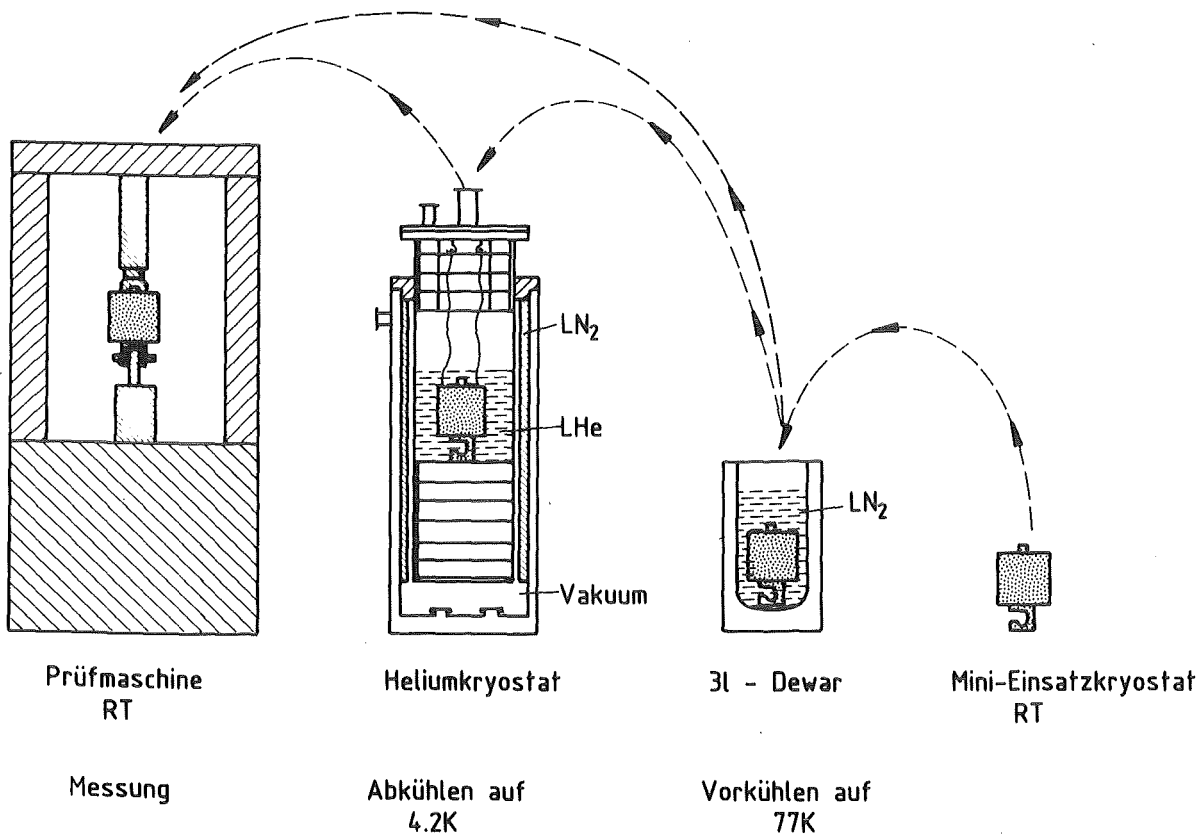


Abb. 4.9: Experimentelles Verfahren für Zugversuche mit dem Minikryostaten

Der wesentliche Vorteil dieses Verfahrens besteht darin, daß alle Teile der Prüfapparatur auf RT belassen werden können und nur der kleine Minikryostat auf die Meßtemperatur abgekühlt werden muß. Dies macht deutlich, daß bei geringen Vorkehrungen auch in nicht-kryogenen Apparaturen bei tiefen Temperaturen gemessen werden kann.

4.4.2 Aufbau des Minikryostaten

Der Aufbau des Minikryostaten ist in Abb. 4.10 dargestellt. Im wesentlichen besteht er aus drei Teilen:

- einem Oberteil, das den Bolzen für den oberen Einhängemechanismus und alle Teile der oberen Einspannung (Klammer, Halbschalen, Anpreßstempel) enthält
- einem Unterteil, das aus den Teilen der unteren Einspannung, dem Boden und der Gabel für den unteren Einhängemechanismus besteht und
- einem GFK-Rohr.

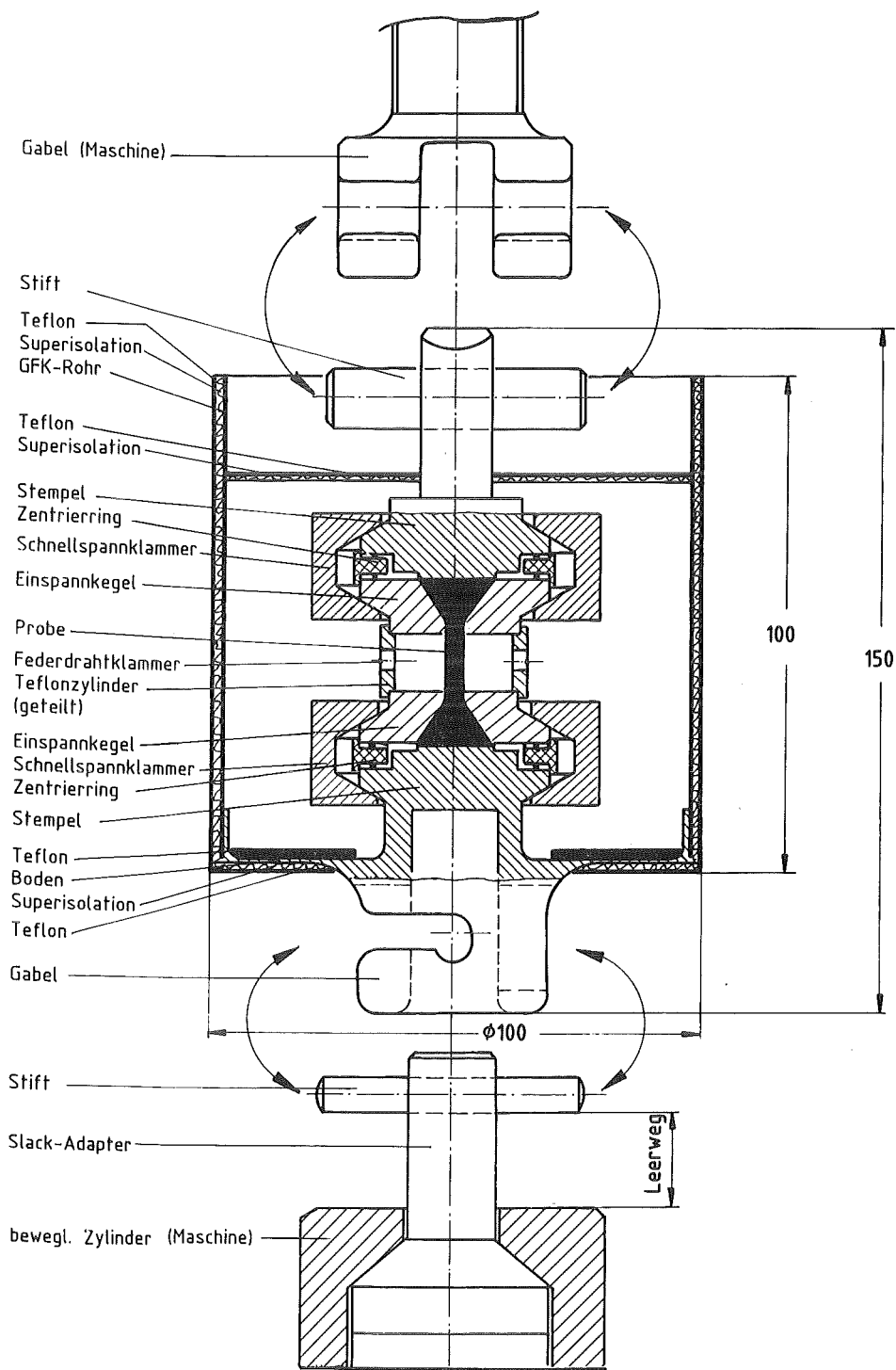


Abb. 4.10: Aufbau des Minikryostaten

Dieses GFK-Rohr wird auf den Boden des Unterteiles aufgesetzt und mit einem Klebeband befestigt und zugleich abgedichtet, sodaß der entstehende "Topf" mit Kühlflüssigkeit gefüllt werden kann. Alle Außenseiten des Minikryostaten

sind von mehreren Schichten Superisolations- und Teflonfolien abgedeckt, wodurch eine sehr gute Isolation erzielt wird. Unter Verwendung verschiedener Halbschalen in der Einspannung können sowohl Rund- als auch Flachproben eingebaut werden. Ein geteilter Teflonzylinder zwischen oberer und unterer Einspannung schützt die kleinen Proben vor Biegebelastungen während der Handhabung des Minikryostaten. Eine achsiale Zentrierung in Zugrichtung ist gewährleistet, da ausschließlich Drehteile verwendet wurden. Die Gabel des oberen Einhängemechanismus ist in eine Haltestange eingeschraubt und stellt eine steife Verbindung mit der Prüfmaschine her. Der Bolzen für den unteren Einhängemechanismus im Slack-Adapter gibt die Verbindung mit dem beweglichen Zylinder. Die Bolzen können unter genügend Spiel in die Gabeln eingelegt werden. Durch diesen einfachen Einhängemechanismus ist der Einbau des Minikryostaten in die Maschine nach der Entnahme aus der Kühlflüssigkeit innerhalb von maximal 10 bis 12 s möglich.

4.4.3 Anwendbarkeit des Verfahrens

Die Anwendbarkeit des Verfahrens hinsichtlich der Temperaturkonstanz wurde zunächst grob abgeschätzt /39/. Die Messung der Probentemperatur in jedem einzelnen Experiment wäre zu umständlich; daher wurde in mehreren Modellversuchen die Temperatur der Probe im Minikryostaten nach der Entnahme aus dem Kühlmittel mit einer Si-Temperaturmeßsonde gemessen. So konnte ermittelt werden, ob die maximale Experimentierzeit (= Entnahme aus der Kühlflüssigkeit, Einhängen in die Maschine, Zugversuch) kurz genug ist, sodaß eine konstante Meßtemperatur (77 K bzw. 4.2 K) gewährleistet ist. Weiterhin konnten in diesen Modellversuchen die Zykluszeiten (= Abkühlen auf die Meßtemperatur, Einhängen, Zugversuch, Wiedererwärmung, Montage) und der Verbrauch an Kühlflüssigkeit bestimmt werden. Die Ergebnisse aus den Modellversuchen sind in Tab. 4.2 zusammengefaßt.

Die maximal verfügbare Experimentierzeit wird dabei weder bei 4.2 K noch bei 77 K ausgeschöpft. Der überraschend große Zeitraum von 20 s (Abb. 4.11) für Messungen bei 4.2 K ist auf die geringen geometrischen Abmessungen und auf die sehr gute Isolation zurückzuführen.

Die kurzen Zykluszeiten erlauben einen raschen experimentellen Ablauf und gewinnen an Bedeutung, wenn man die langen Vorbereitungsphasen von ca. 1 bis 2 Tagen für Versuche bei 4.2 K in kryotechnisch optimal ausgelegten Apparatu-

Meßtemperatur	77 K	4,2 K
verfügbare Experimentierzeit (T = const)	50 s	20 s
Zykluszeit	15 min	20 min
Kühlmittelverbrauch	3-4l LN ₂	3-4l LN ₂ 6-8l LHe

Tab. 4.2: Ergebnisse aus den Modellversuchen

ren gegenüberstellt. Der Verbrauch an flüssigem Helium ist mit 6 bis 8 Litern pro Messung sehr gering und vor allem durch die Vorkühlung auf 77 K mit flüssigem Stickstoff bedingt.

Durch diese Modellversuche konnte gezeigt werden, daß das vorgestellte Verfahren prinzipiell anwendbar ist, das Experiment bei konstanter Temperatur von 77 K bzw. 4.2 K durchführbar ist und daß außerdem schnell und wirtschaftlich gemessen werden kann.

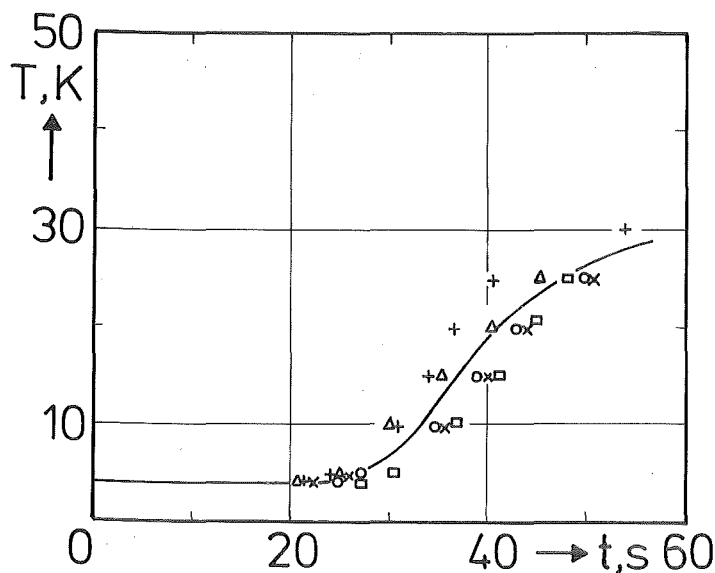


Abb. 4.11:
Zeitlicher Temperaturverlauf
an der Probe im Minikryostaten
($T_{\text{Anfang}} = 4.2 \text{ K}$)

Der gesamte Prüfeinsatz des Minikryostaten konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr für hohe Belastungsgeschwindigkeiten optimiert werden. Seine Anwendbarkeit wurde jedoch bei langsamen und mittleren Geschwindigkeiten demonstriert.

4.5 Meßwerterfassung

Zur Untersuchung der Geschwindigkeitsabhängigkeit des Bruchverhaltens wurden unter Variation der Abzugsgeschwindigkeit v_A in jedem Versuch Kraft-Zeitdiagramme bis zum Bruch mit einem Transientenrekorder bzw. mit einem Speicheroszillogoskop aufgenommen.

4.5.1 Deformationsgeschwindigkeit

Die Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ ist gegeben durch die konstante Abzugsgeschwindigkeit v_A und eine Referenzlänge l_0^* (scheinbare Meßlänge, s. Abschnitt 4.5.2), die die Dehnung in der Meßlänge l_0 und von Probesteilen außerhalb l_0 berücksichtigt. Die ermittelten Materialeigenschaften werden stets als Funktion der mittleren Deformationsgeschwindigkeit $\bar{\dot{\epsilon}}$ angegeben:

$$\bar{\dot{\epsilon}} = \frac{v_A}{l_0^*} = \frac{\epsilon_B}{t_B} = \frac{1}{t_B} \int_0^{t_B} \dot{\epsilon}(t) dt \quad (4.2)$$

$\epsilon_B, t_B \dots$ Dehnung und Zeit beim Bruch

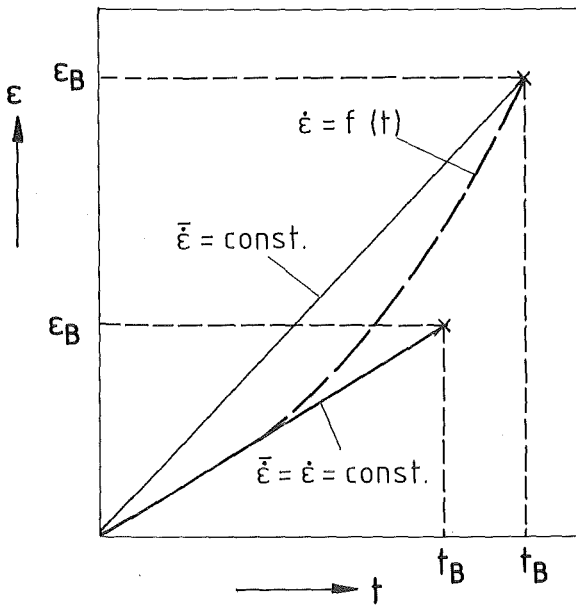


Abb. 4.12:

Mittlere Deformationsgeschwindigkeit für lineares (—) und nicht-lineares (---) Materialverhalten

Mit der für dieses Experiment maximal möglichen Abzugsgeschwindigkeit $v_A = 8.5 \text{ m/s}$ und den gewählten Probenabmessungen konnte ein Bereich der Deformationsgeschwindigkeit $0.01 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 1000 \text{ s}^{-1}$ abgedeckt werden.

4.5.2 Ermittlung der Bruchdehnung

In den einzelnen Experimenten war zur Ermittlung der Bruchdehnung ϵ_B die Abstandsänderung Δl der Probenklemmen gegeben, die sich aus der gemessenen Bruchzeit und der konstanten Abzugsgeschwindigkeit v_A errechnet. Aus dieser Abstandsänderung muß die lokale Dehnung ^{*)} in der Meßlänge l_0 bestimmt werden (Bereich mit dem kleinsten, konstanten Querschnitt, in dem der Bruch erfolgt). Zur Abstandsänderung Δl trägt jedoch nicht nur die Dehnung in der Meßlänge bei, sondern auch die Deformationen der Probenteile außerhalb dieses Bereiches (einschließlich Einspannköpfe). Zur Ermittlung der lokalen Dehnung aus Δl benötigt man somit eine geeignete Referenzlänge, die scheinbare Meßlänge l_0^* , für die Umrechnung beider Größen.

Bei Proben mit großen Meßlängen l_0 , wie sie z.B. im konventionellen Zugversuch bei "normalen" Temperaturen verwendet werden, kann man für l_0^* direkt l_0 einsetzen. In diesem Fall sind die Deformationen in der Meßlänge so groß, daß man alle anderen Deformationen, die zu Δl beitragen, vernachlässigen kann. Für das Experiment waren jedoch Proben mit sehr kurzen Meßlängen erforderlich (s. Abschnitt 4.2), bei denen diese Vernachlässigung nicht möglich ist. Für solche Proben unterscheiden sich l_0 und l_0^* stark voneinander.

Die scheinbare Meßlänge l_0^* hängt primär von der Form und der Geometrie der Probe und der dadurch bedingten Art der Einspannung ab. Sie ist materialspezifisch und wegen der Temperatur- und Zeitabhängigkeit der Elastizitätsparameter eine Funktion der Meßtemperatur und der Deformationsgeschwindigkeit. Die Geschwindigkeitsabhängigkeit wird möglicherweise dadurch beeinflusst, daß im Gegensatz zur Meßlänge in den übrigen Probenteilen (vor allem in den Einspannköpfen) mehrachsige, komplexere Spannungsverhältnisse herrschen und die Geschwindigkeitsabhängigkeit in diesen Bereichen verschieden sein kann. Durch die unterschiedlichen Querschnitte über der gesamten Probenlänge ergibt sich bei nicht-linearem Materialverhalten zusätzlich eine Abhängigkeit von der Dehnung. Eine Abweichung vom linearen Verhalten setzt zuerst in der Meßlänge ein (kleinster Probenquerschnitt) und der Beitrag der Deformation in diesem Bereich zu Δl gewinnt mit zunehmender Dehnung vermehrt an Gewicht (Verringerung von l_0^*).

^{*)} Wegen des großen Aufwandes wurde die lokale Dehnung in der Meßlänge nur in Eichversuchen gemessen und mit Δl korreliert.

Insgesamt sind somit folgende Abhängigkeiten zu erwarten:

$$l_0^* = l_0^* (\text{Form, Material, } T, \dot{\epsilon}, \epsilon)$$

Die scheinbare Meßlänge l_0^* läßt sich in Eichversuchen ermitteln, in denen die lokale Dehnung ϵ in der Meßlänge l_0 während des gesamten Deformationsvorganges bis zum Bruch gemessen wird. Die Änderung des Klemmenabstandes ist zu jedem Zeitpunkt bekannt und man erhält die Eichkurve

$$l_0^* = \frac{\Delta l}{\epsilon} \quad (4.3)$$

Die Eichversuche wurden in einem Bereich der Abzugsgeschwindigkeit $0.01 \text{ m/s} < v_A < 8.5 \text{ m/s}$ durchgeführt. Im Rahmen der Genauigkeit in der Bestimmung von l_0^* ($\Delta l_0^* \approx \pm 1.5 \text{ mm}$) konnte bei keinem Material eine Geschwindigkeitsabhängigkeit festgestellt werden.

Aus den Eichkurven, die somit für alle Geschwindigkeiten gelten, läßt sich für jedes beliebige Δl_B zum Zeitpunkt des Bruches die entsprechende scheinbare Meßlänge l_0^* entnehmen (Δl_B kann aufgrund der Meßwertstreuung und der Geschwindigkeitsabhängigkeit der Bruchdehnung in einem relativ großen Bereich variieren). Durch die Eichkurven läßt sich auch ohne direkte Dehnungsmessung im Experiment die lokale Dehnung in der Meßlänge l_0 bestimmen.

Für die lokale Dehnungsmessung in den Eichversuchen sind von den herkömmlichen Aufnehmern wegen der geringen Probenabmessungen Anklemmdehnungsaufnehmer vom Typ DD 1 (Firma HBM) bzw. kapazitive Aufnehmer nicht einsetzbar. Dehnungsmeßstreifen sind in geeigneter Größe für die zu erwartenden Dehnungen kommerziell nicht lieferbar. Zusätzlich haben alle diese Dehnungsaufnehmer eine mehr oder weniger starke Kerbwirkung, die zu einer Verfälschung der tatsächlichen Dehnung führt. Es bleibt die Möglichkeit einer berührungslosen, optischen Beobachtung von Markierungen in der Meßlänge, z.B. mit Hilfe einer Kamera.

Die experimentelle Durchführung der Eichversuche erfolgte wie in Abschnitt 4.4 beschrieben. Kontrastreiche Markierungen auf der Probenoberfläche in der Meßlänge wurden während des Zugversuches mit einer Hochgeschwindigkeitskamera (HYCAM) im Gegenlicht- (PC, PSU, EP) bzw. im Auflichtverfahren (PE) aufgenommen. Durch eine Bildaufteilung (1/4-Format) konnten Filmgeschwindigkeiten bis 32 000 Bilder/s erreicht werden, sodaß bei allen Abzugsgeschwindigkeiten für den Deformationsvorgang eine ausreichende Bildzahl zu Verfügung stand.

Abb. 4.13 zeigt den Filmausschnitt des Bruchvorganges eines Eichversuches an PSU bei 77 K mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 8.5 m/s.

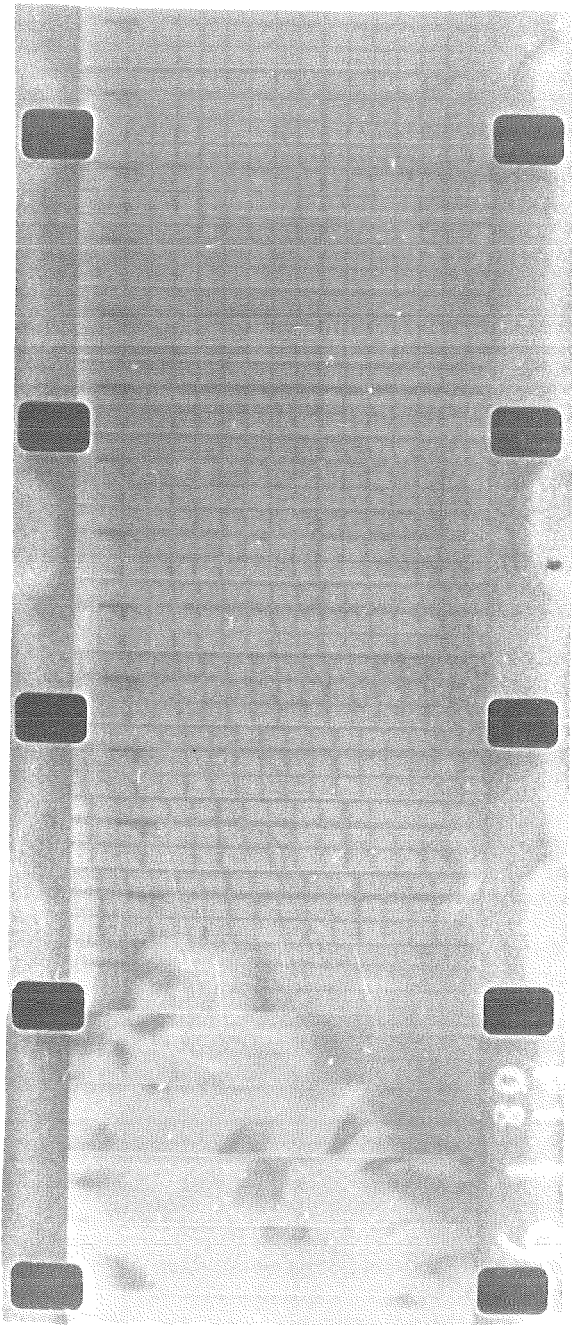
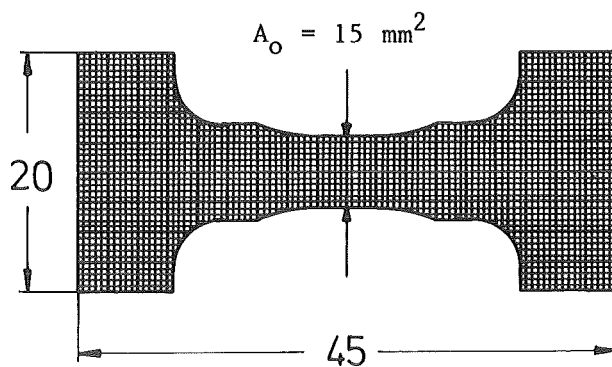


Abb. 4.13:
Filmausschnitt eines Eichversuchs

PSU
77 K

Linienabstand: 0.5 mm
Filmgeschwindigkeit: 32 000 B/s
Bildabstand: 30.5 μ s
 $v_A = 8.5$ m/s
—→ Zugrichtung



Mit Hilfe eines Auswertegerätes (40-fache Vergrößerung) ließ sich aus den Filmen die Dehnung in Abhängigkeit von der Versuchszeit mit einer Genauigkeit von ca. ± 0.2 bis ± 0.4 % ermitteln. Die folgenden Abbildungen zeigen die Ergebnisse aus den Eichversuchen für die verschiedenen Materialien und Probenformen.

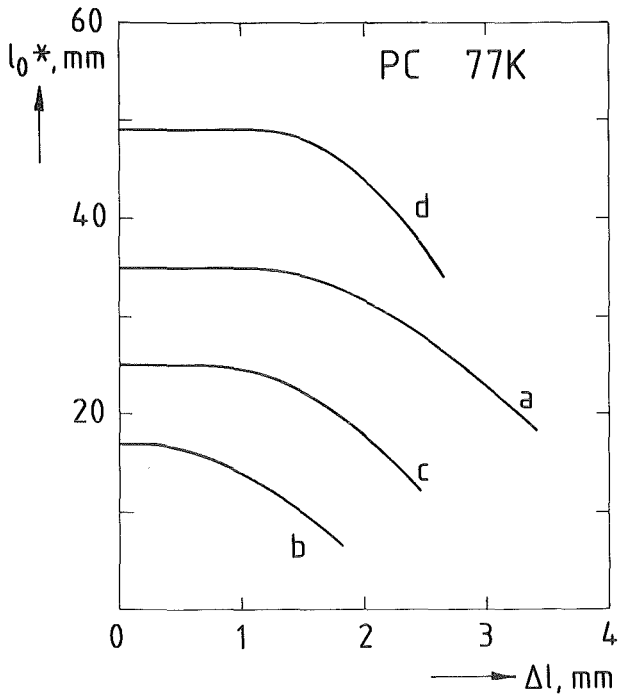


Abb. 4.14:
Eichkurven von PC für verschiedene Probenformen bei 77 K

- a: Form nach Abb. 4.2
- b: Form nach Abb. 4.3
- c: Form nach Abb. 4.4
- d: Form nach Abb. 4.5

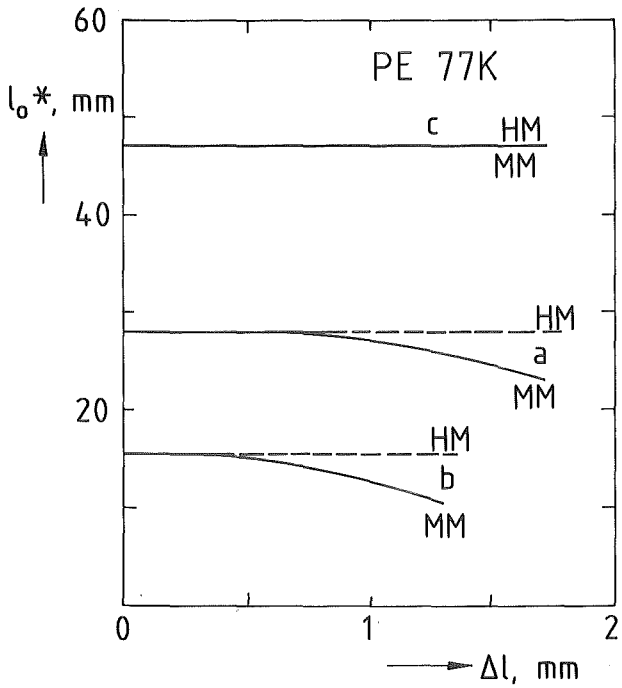


Abb. 4.15:
Eichkurven von PE für verschiedene Probenformen bei 77 K

- a: Form nach Abb. 4.2
- b: Form nach Abb. 4.3
- c: Form nach Abb. 4.5

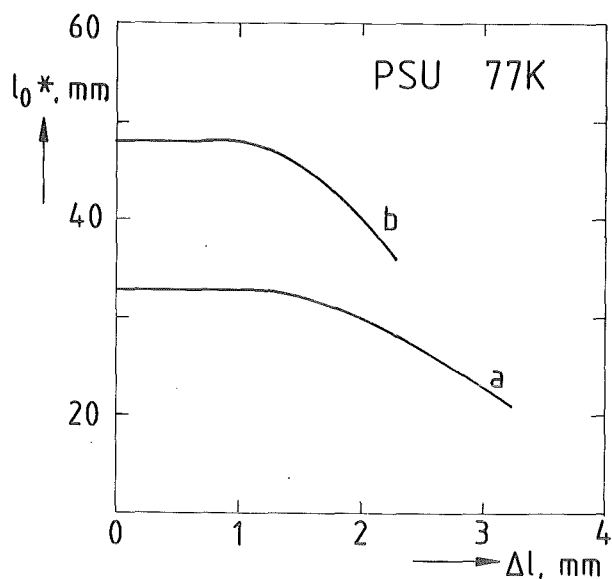


Abb. 4.16:
Eichkurven von PSU für verschiedene Probenformen bei 77 K

a: Form nach Abb. 4.2
b: Form nach Abb. 4.5

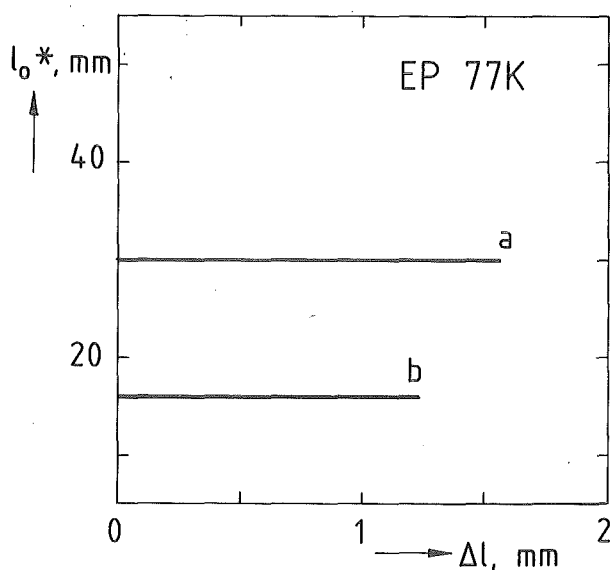


Abb. 4.17:
Eichkurven von EP für verschiedene Probenformen bei 77 K

a: Form nach Abb. 4.2
b: Form nach Abb. 4.3

Bei PC, PSU und PE MM, die bei 77 K ein mehr oder weniger ausgeprägtes, nicht-lineares Deformationsverhalten besitzen (s. Abschnitt 5), zeigt sich eine deutliche Abhängigkeit der scheinbaren Meßlänge l_0^* von der Dehnung. Die nicht-linearen Deformationen (überwiegend in der Meßlänge) tragen immer stärker zur Abstandsänderung der Probenklemmen bei. Mit zunehmendem Δl nimmt daher l_0^* ab. Für EP und PE HM bleibt l_0^* für alle Probenformen unabhängig von Δl , da das Verhalten bis zum Bruch linear ist.

4.5.3 Ermittlung der Bruchspannung

Die Messung des zeitlichen Kraftverlaufes erfolgte mit Hilfe von Quarzmeßscheiben, deren Signale im Speicheroszilloskop oder im Transientenrekorder registriert wurden. Aus der Kraft zum Zeitpunkt des Bruches F_B und dem kleinsten Probenquerschnitt im unbelasteten Zustand A_0 läßt sich die Bruchspannung $\sigma_B = F_B/A_0$ berechnen.

Bei stoßartigen Belastungen, wie sie bei schnellen Abzugsgeschwindigkeiten auftreten, ist die Erfassung des zeitlichen Kraftverlaufes erschwert, da sich Eigenschwingungen des gesamten Kraftaufnehmersystems überlagern können. Man ist bestrebt, diesen Einfluß möglichst klein zu halten und damit eine gute Interpolation des idealen Kraftverlaufes zu ermöglichen.

Zur Messung von Zugkräften müssen Quarzmeßscheiben, die nach dem piezoelektrischen Prinzip arbeiten, vorgespannt werden. Mit den dafür notwendigen Vorspannelementen und den weiteren Verbindungselementen zwischen Quarzmeßscheibe und Probe entsteht ein gedämpftes Feder-Masse-System. Abb. 4.18 zeigt das Ersatzschaltbild für ein solches, vorgespanntes Kraftmeßsystem.

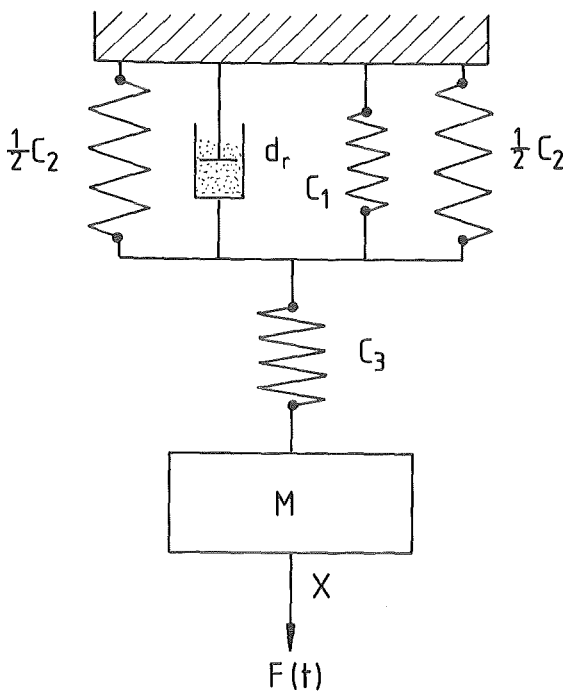


Abb. 4.18:

Ersatzschaltbild eines vorgespannten Kraftmeßsystems

C_1 ... Steifigkeit Quarzmeßscheibe

C_2 ... Steifigkeit des Vorspannbolzens

C_3 ... Steifigkeit der Verbindungselemente

d_r ... Dämpfungskonstante

M ... Gesamtmasse aus QMS, Vorspanneinrichtung und Verbindungselementen

x ... Auslenkung

C ... Gesamtsteifigkeit des Systems

$$C = \left[\frac{1}{C_1 + C_2} + \frac{1}{C_3} \right]^{-1}$$

Das Verhalten bei Einwirken einer Stoßkraft $F(t)$ (z.B. sägezahnförmiger Kraftimpuls) läßt sich durch die Differentialgleichung (4.4) beschreiben:

$$M\ddot{x} + d\dot{x} + cx = F(t) \quad (4.4) \quad F(t) = \begin{cases} F_B \cdot \frac{t}{t_B} & \text{für } 0 \leq t \leq t_B \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (4.5)$$

Das Kraftmeßsystem muß richtig dimensioniert sein, damit die einwirkende Stoßkraft $F(t)$ in tolerierbaren Fehlergrenzen noch unverfälscht aufgezeichnet werden kann. Eine entscheidende Größe ist dabei die Eigenfrequenz f_0 des Systems:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{c}{M}} \quad (4.6)$$

Abb. 4.19 zeigt schematisch den Einfluß der Eigenfrequenz auf die Registrierung eines Kraftimpulses.

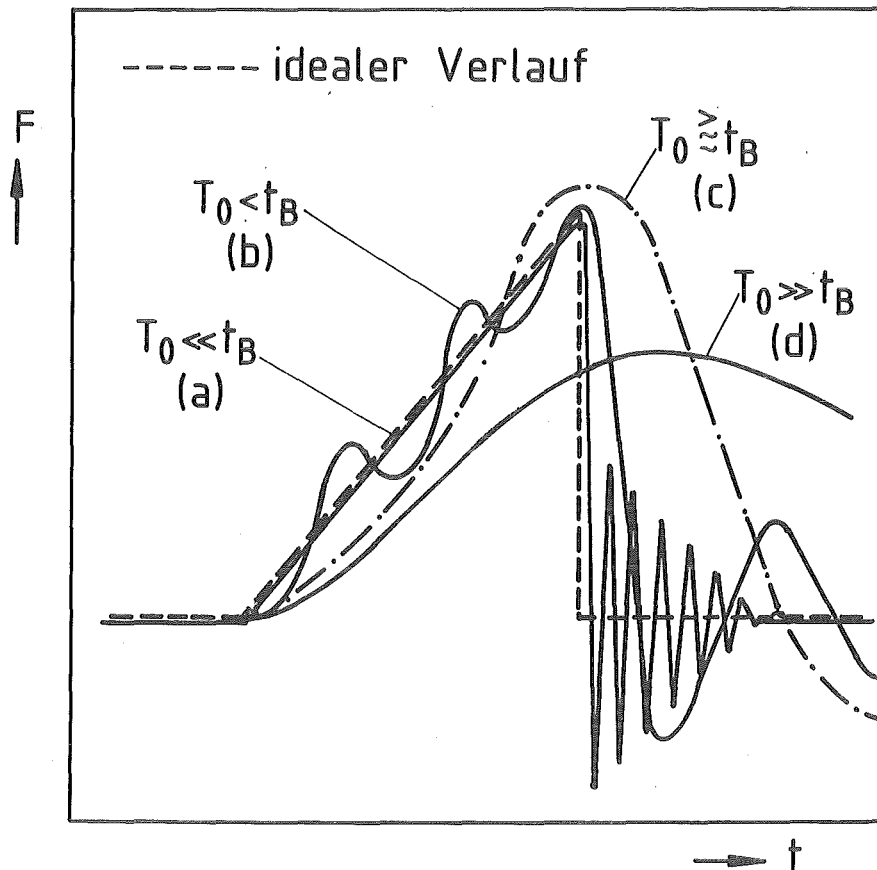


Abb. 4.19: Kraftverlauf (schematisch) bei verschiedenen Eigenfrequenzen der Kraftmeßeinrichtung (C, M)

Im Idealfall sollte die Schwingungsdauer des Systems $T_0 = 1/f_0$ wesentlich kleiner sein als die Impulsdauer t_B ($T_0 \ll t_B$). Trägheitseinflüsse der Massen M (Kurve a) sind dann vernachlässigbar und die Messung von $F(t)$ beruht gemäß

Gl. (4.4) mit $M \cdot \ddot{x} \ll C \cdot x$ auf einer reinen Federkraftmessung: $F(t) = C \cdot x$.

Je mehr T_0 der Impulsdauer t_B zustrebt, desto träger wird das System und der ideale Kraftverlauf wird zunehmend verfälscht (Kurven b, c, d). Ist die Eigenfrequenz noch genügend groß (Kurve b), so sind die überlagerten Eigenschwingungen von geringer Größe und der ideale Kraftverlauf läßt sich durch Interpolation ermitteln.

Nach Gl. (4.6) kann eine hohe Eigenfrequenz durch eine Steigerung der Gesamtsteifigkeit C und eine Verringerung der Massen M erreicht werden. Beide Einflüsse wurden unter Verwendung verschiedener Kraftmeßsysteme experimentell demonstriert. Die Variation von M und C erfolgte durch den Einsatz unterschiedlich großer (steifer) Quarzmeßscheiben (Variation von C_1, C_2 und M) und den Einbau in verschiedenen Abständen von der Probe (Orte A und B in Abb. 4.7, dadurch Variation von C_3 und M). Die weichere Quarzmeßscheibe wurde dabei nur an der Stelle B, die steifere an den Stellen A und B eingesetzt. Die nach Gl. (4.6) berechneten Eigenfrequenzen und die dafür notwendigen Daten sind in Tab. 4.3 zusammengestellt. Gleichzeitig sind die tatsächlichen Eigenfrequenzen $f_{0,exp}$ angegeben, die sich experimentell durch Stoßanregung (leichtes Klopfen mit dem Hammer) ermitteln lassen. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung mit den berechneten Eigenfrequenzen.

Einbaustelle QMS	C_1	C_2	C_3	C	M kg	f_0 Hz	$f_{0,exp}$ Hz
	N/m						
A QMS _{groß}	$43 \cdot 10^9$	$20 \cdot 10^9$	$\approx 1,6 \cdot 10^9$	$1,56 \cdot 10^9$	12,0	1 820	2 270
B QMS _{groß}	$43 \cdot 10^9$	$20 \cdot 10^9$	$\approx 59 \cdot 10^9$	$30,5 \cdot 10^9$	3,8	14 250	14 600
B QMS _{klein}	$6 \cdot 10^9$	$2,2 \cdot 10^9$	$\approx 2,5 \cdot 10^9$	$1,92 \cdot 10^9$	0,6	9 010	9 520

Tab. 4.3: Berechnete (f_0) und tatsächliche ($f_{0,exp}$) Eigenfrequenzen verschiedener Kraftmeßsysteme und Daten zur Berechnung

Der Abstand (Masse M , Nachgiebigkeit $1/C$) von der Probe zur Einbaustelle A ist etwa zwölfmal so groß wie zur Einbaustelle B. Damit läßt sich bei gleicher Steifigkeit der Quarzmeßscheibe (C_1) nur eine relativ geringe Eigenfrequenz erzielen, da einerseits die Masse der Verbindungselemente sehr groß wird, aber gleichzeitig auch deren geringe Steifigkeit (C_3) die Gesamtsteifigkeit (C) stark herabsetzt. Durch den geringeren Abstand zur Probe (B) läßt

sich mit der gleichen Quarzmeßscheibe wegen der Massenersparnis und dem Gewinn an Steifigkeit (C_3) die Eigenfrequenz erheblich steigern. Eine weitere Massenreduzierung durch Verwendung einer kleineren Quarzmeßscheibe wird durch den Steifigkeitsverlust überkompensiert und die Eigenfrequenz wird wieder geringer. Die Einflüsse von Steifigkeit und Masse sind bei der Dimensionierung eines Kraftmeßsystems somit stets sinnvoll abzuwägen, wobei der Einbau des Kraftaufnehmers möglichst in Probennähe erfolgen sollte.

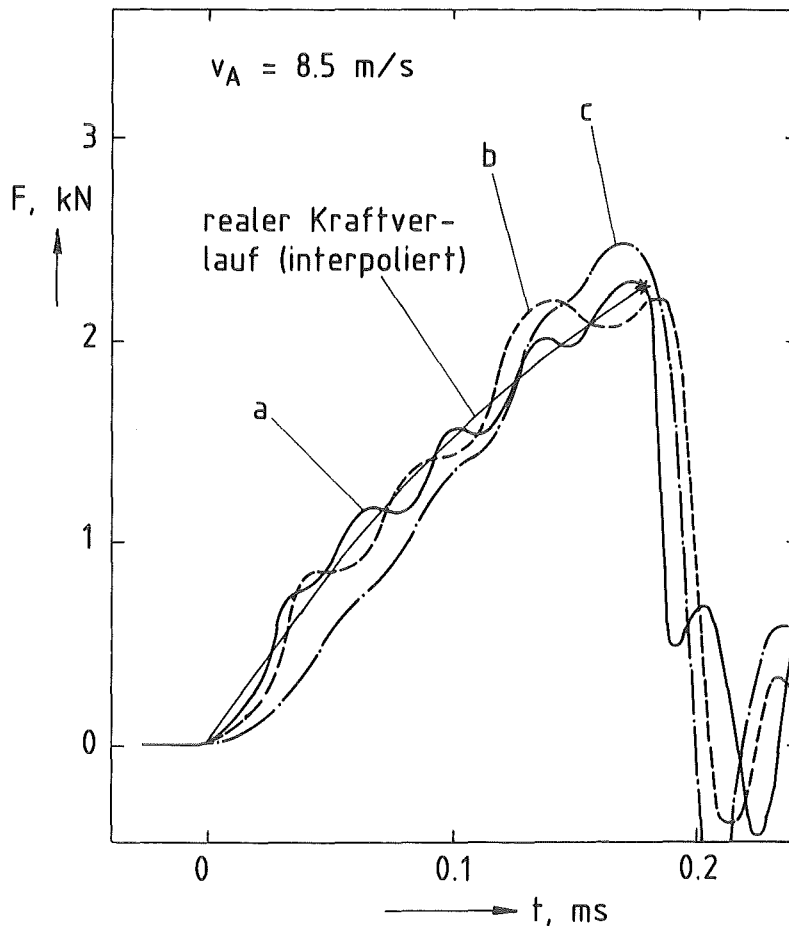


Abb. 4.20: Gemessene Kraftverläufe (a: Einbaustelle B, große QMS; b: Einbaustelle B, kleine QMS; c: Einbaustelle A, große QMS)

Abb. 4.20 zeigt zeitliche Kraftverläufe, die mit den verschiedenen Kraftmeßsystemen bei einer Abzugsgeschwindigkeit $v_A = 8.5 \text{ m/s}$ gemessen wurden. Die Amplituden der überlagerten Schwingungen sind im gesamten Bereich kleiner als ca. 10 % der Maximalkraft. Durch Interpolation lassen sich der reale Kraftverlauf und die Bruchkraft eindeutig ermitteln. Selbst das System mit der geringsten Eigenfrequenz (c) ermöglicht eine relativ genaue Bestimmung der Bruchkraft. Der Kraftverlauf selbst wird jedoch etwas verzerrt.

5 Darstellung der Meßergebnisse

5.1 Bruchverhalten bei 77 K

In den folgenden Abschnitten wird im einzelnen die Geschwindigkeitsabhängigkeit des Bruchverhaltens der untersuchten Materialien bei 77 K beschrieben. Die aufgetragenen Bruchwerte sind stets Mittelwerte aus 4 bis 10 Einzelmessungen; die dazugehörigen Standardabweichungen sind als Fehlerbalken eingezeichnet. Eine Abschätzung der Meßgenauigkeit von Bruchspannung und Bruchdehnung ist im Anhang D angegeben.

5.1.1 Polycarbonat (PC)

In Abb. 5.1 sind die Bruchspannung σ_B und die Bruchdehnung ϵ_B von PC in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ dargestellt. Die Bruchdehnung besitzt im Bereich $0.006 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 0.1 \text{ s}^{-1}$ einen konstanten Wert $\epsilon_B = 15.0 \%$. Im Anschluß daran fällt ϵ_B mit zunehmender Deformationsgeschwindigkeit kontinuierlich um ca. 50 % ab und erreicht bei $\dot{\epsilon} \approx 45 \text{ s}^{-1}$ ein Minimum mit einem Wert von $\epsilon_B = 7.75 \%$. Bei weiterer Steigerung der Deformationsgeschwindigkeit nimmt die Bruchdehnung wieder zu und erreicht bei $\dot{\epsilon} = 850 \text{ s}^{-1}$ mit $\epsilon_B = 14.8 \%$ etwa den Wert bei langsamen Deformationsgeschwindigkeiten.

Die Bruchspannung steigt im Bereich $0.01 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 10 \text{ s}^{-1}$ nur wenig von 188 MPa auf 200 MPa linear mit $\log \dot{\epsilon}$ an (4 MPa pro Dekade). Im weiteren Verlauf nimmt σ_B immer stärker zu und erreicht bei der größten Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon} = 850 \text{ s}^{-1}$ einen Wert von 260 MPa. Die Abweichung vom linearen Anstieg der Bruchspannung fällt auf der Geschwindigkeitsskala mit dem Einmünden der Bruchdehnung in das Minimum zusammen.

Die Streuung der Meßwerte in Bezug auf die Bruchspannung ist relativ gering und liegt zwischen 1 % und 5 % vom Mittelwert. Die größten Streubreiten treten bei den höheren Deformationsgeschwindigkeiten auf. Die Streubereiche für die Bruchdehnung sind nahezu unabhängig von $\dot{\epsilon}$ und mit 4 % bis 12 % relativ hoch.

Bei PC wurden zusätzlich Rundproben (s. Abb. 4.4) für die Messungen bei 77 K verwendet, um den Einfluß der Kerbwirkung zu untersuchen, die von den Kanten der Flachproben zu erwarten ist. Es wurden damit jedoch keine besseren Ergebnisse erzielt. Die Mittelwerte von σ_B und ϵ_B passen sehr gut in den ermittel-

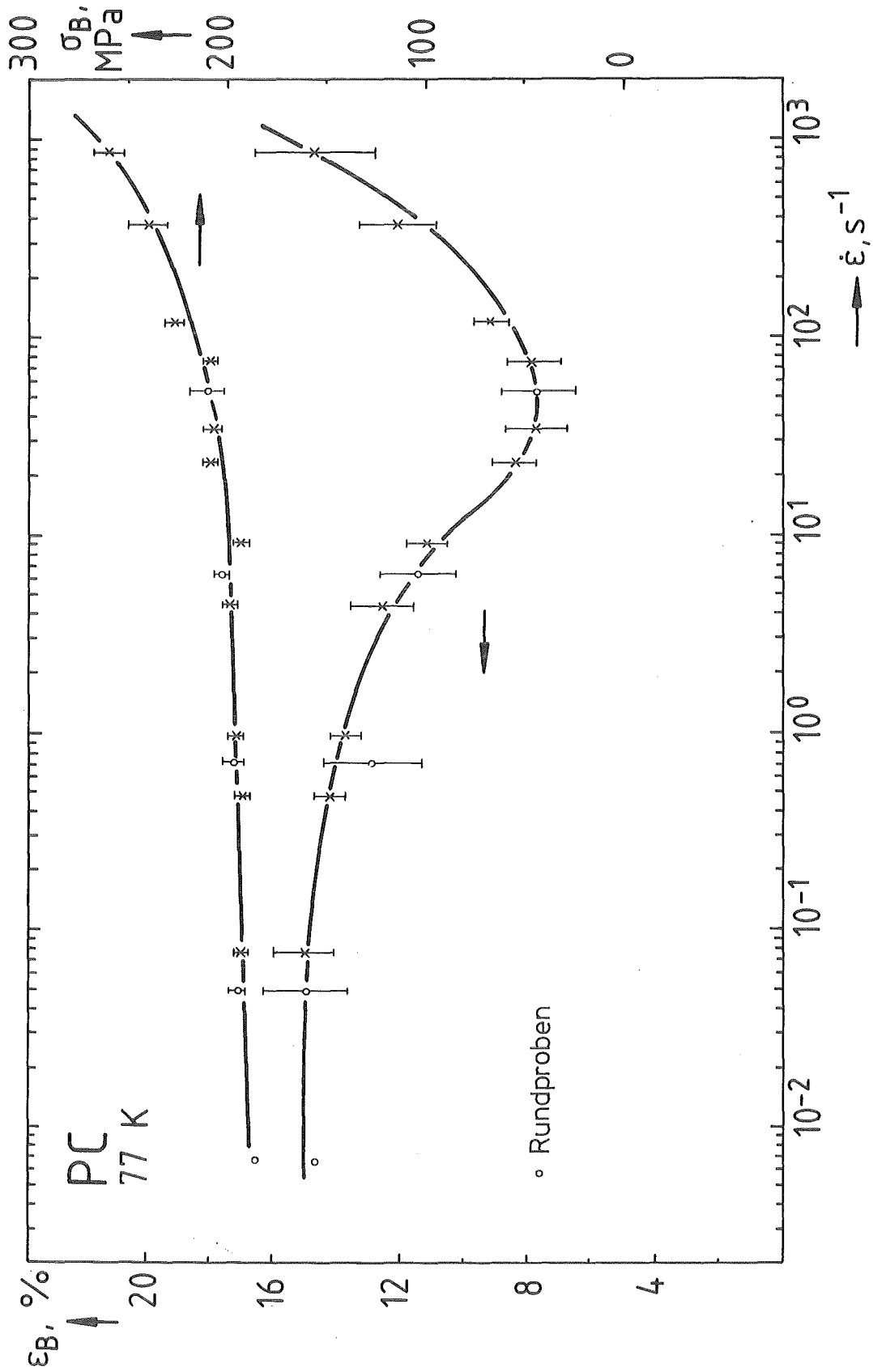


Abb. 5.1: Bruchspannung σ_B und Bruchdehnung ϵ_B von PC bei 77 K in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$

ten Kurvenverlauf. Allerdings ergaben sich gerade mit runden Proben für die Bruchdehnung sehr große Meßwertstreuungen bis zu 16 %. Dies ist vermutlich auf eine schlechtere Oberflächenqualität zurückzuführen, die durch den unterschiedlichen Bearbeitungsprozeß bedingt ist (Rundproben wurden gedreht, Flachproben gefräst).

Das Zug-Dehnungsverhalten von PC ist im gesamten Geschwindigkeitsbereich nicht-linear. Abb. 5.2 zeigt typische Spannungs-Dehnungsdiagramme für eine geringe ($\dot{\epsilon} \approx 0.05 \text{ s}^{-1}$) und die höchsten ($\dot{\epsilon} \approx 850 \text{ s}^{-1}$) Deformationsgeschwindigkeiten, sowie für $\dot{\epsilon} \approx 45 \text{ s}^{-1}$, für das die Bruchdehnung ein Minimum besitzt. Bei geringem $\dot{\epsilon}$ erkennt man ein duktiles Verhalten mit ausgeprägt nicht-linearem σ, ϵ -Verlauf. Bei steigendem $\dot{\epsilon}$ wird das Verhalten immer spröder und bei $\dot{\epsilon} \approx 45 \text{ s}^{-1}$ ist das σ, ϵ -Verhalten nur noch wenig nicht-linear. Für höhere $\dot{\epsilon}$ erhält man wiederum ein zäheres, ausgeprägt nicht-lineares Verhalten. Die gestrichelte Kurve in Abb. 5.2 ist eine mittlere Grenzkurve (Envelope) des Bruches und wird durch die Wertepaare σ_B und ϵ_B bei allen vorkommenden Deformationsgeschwindigkeiten festgelegt (eingezeichnete Punkte).

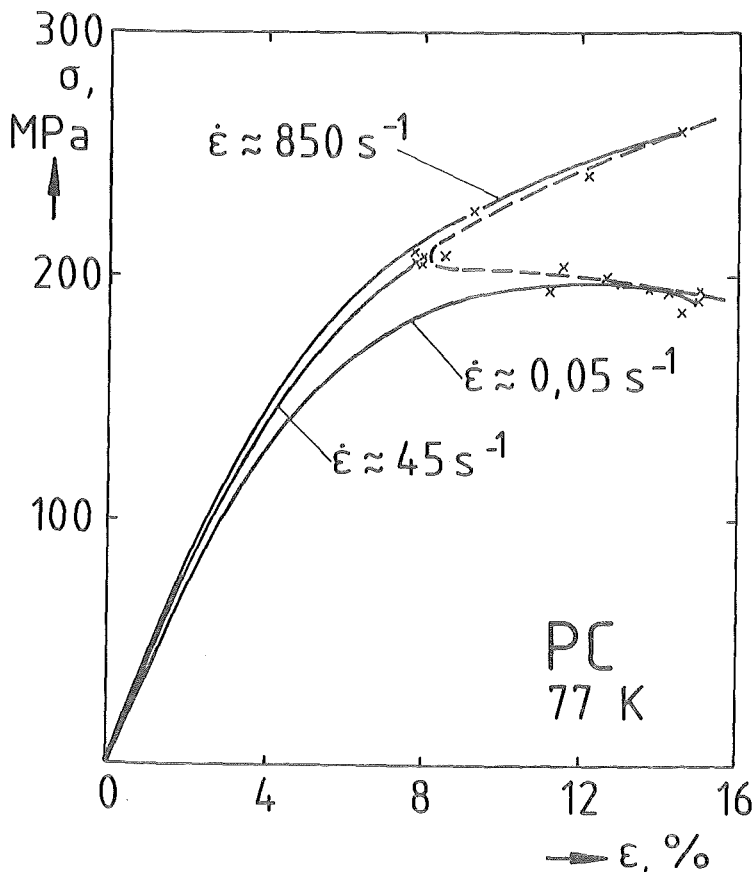


Abb. 5.2:
Zug-Dehnungsverhalten von PC bei 77 K für verschiedene $\dot{\epsilon}$
x: Mittelwerte weiterer Messungen

Y. Imai und N. Brown /40/ haben das Bruchverhalten von PC bis $\dot{\epsilon} \approx 10 \text{ s}^{-1}$ bei 77 K untersucht. In dem mit den Experimenten der vorliegenden Arbeit überlappenden Geschwindigkeitsbereich finden auch diese Autoren einen leichten Anstieg in der Bruchspannung. Die Werte von σ_B stimmen sehr gut überein, die Bruchdehnung ist jedoch generell wesentlich niedriger. Zur Bestimmung von ϵ_B werden allerdings keine Angaben gemacht.

J.R. Kastelic und E. Baer /41/ stellten einen Einfluß von flüssigem Stickstoff (LN_2) auf das Deformationsverhalten von PC fest. Sie erhielten bei Messungen in LN_2 eine geringere Bruchdehnung und Bruchspannung als im Vakuum und führen dies auf die eine Hohlräumbildung fördernde Wirkung von LN_2 zurück. Durch die Flüssigkeit wird die Oberflächenenergie in den Crazes verringert und die kritische Spannung für die Hohlräumbildung herabgesetzt. Dies führt zu Brüchen in den Crazes bevor eine größere Gesamtdeformation des Prüfkörpers auftreten kann. Dieser Effekt wurde im untersuchten $\dot{\epsilon}$ -Bereich der vorliegenden Arbeit nicht gefunden, obwohl Versuche mit und ohne LN_2 als Umgebungsmedium durchgeführt wurden (Messungen mit und ohne Minikryostat).

5.1.2 Polysulfon (PSU)

Die Verläufe der Bruchspannung σ_B und der Bruchdehnung ϵ_B als Funktion der Deformationsgeschwindigkeit bei 77 K sind für PSU in Abb. 5.3 gezeigt. Die Bruchdehnung besitzt für $\dot{\epsilon} < 0.1 \text{ s}^{-1}$ einen konstanten Wert $\epsilon_B = 13.0 \%$. Mit zunehmendem $\dot{\epsilon}$ fällt ϵ_B um ca. 60 % stetig ab und erreicht bei der experimentell größten Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon} = 270 \text{ s}^{-1}$ den geringsten Wert $\epsilon_B = 5.3 \%$. Bei $\dot{\epsilon} \approx 4 \text{ s}^{-1}$ zeigt der Kurvenverlauf einen Wendepunkt und flacht dann zunehmend ab. Dadurch deutet sich das Einmünden in ein Minimum der Bruchdehnung wie bei PC an. Konkret konnte ein solches Minimum innerhalb des untersuchten $\dot{\epsilon}$ -Bereiches aber nicht festgestellt werden.

Die Bruchspannung nimmt in gleichem Maße wie bei PC mit dem Logarithmus der Deformationsgeschwindigkeit (4 MPa pro Dekade) linear zu. Für $\dot{\epsilon} = 0.04 \text{ s}^{-1}$ ergibt sich ein Wert von $\sigma_B = 176 \text{ MPa}$. Mit steigendem $\dot{\epsilon}$ weicht die Bruchspannung bei $\dot{\epsilon} \approx 10 \text{ s}^{-1}$ vom linearen Verlauf ab und nimmt etwas stärker zu. Bei $\dot{\epsilon} = 270 \text{ s}^{-1}$ wird ein Wert von 210 MPa erreicht. Auch dieser Verlauf läßt die Existenz eines Minimums in der Bruchdehnung vermuten.

Die $\dot{\epsilon}$ -Abhängigkeit von σ_B stimmt für PSU ebenfalls gut mit den Ergebnissen anderer Autoren /40/ überein und gibt eine Ergänzung zu höheren Deformationsgeschwindigkeiten.

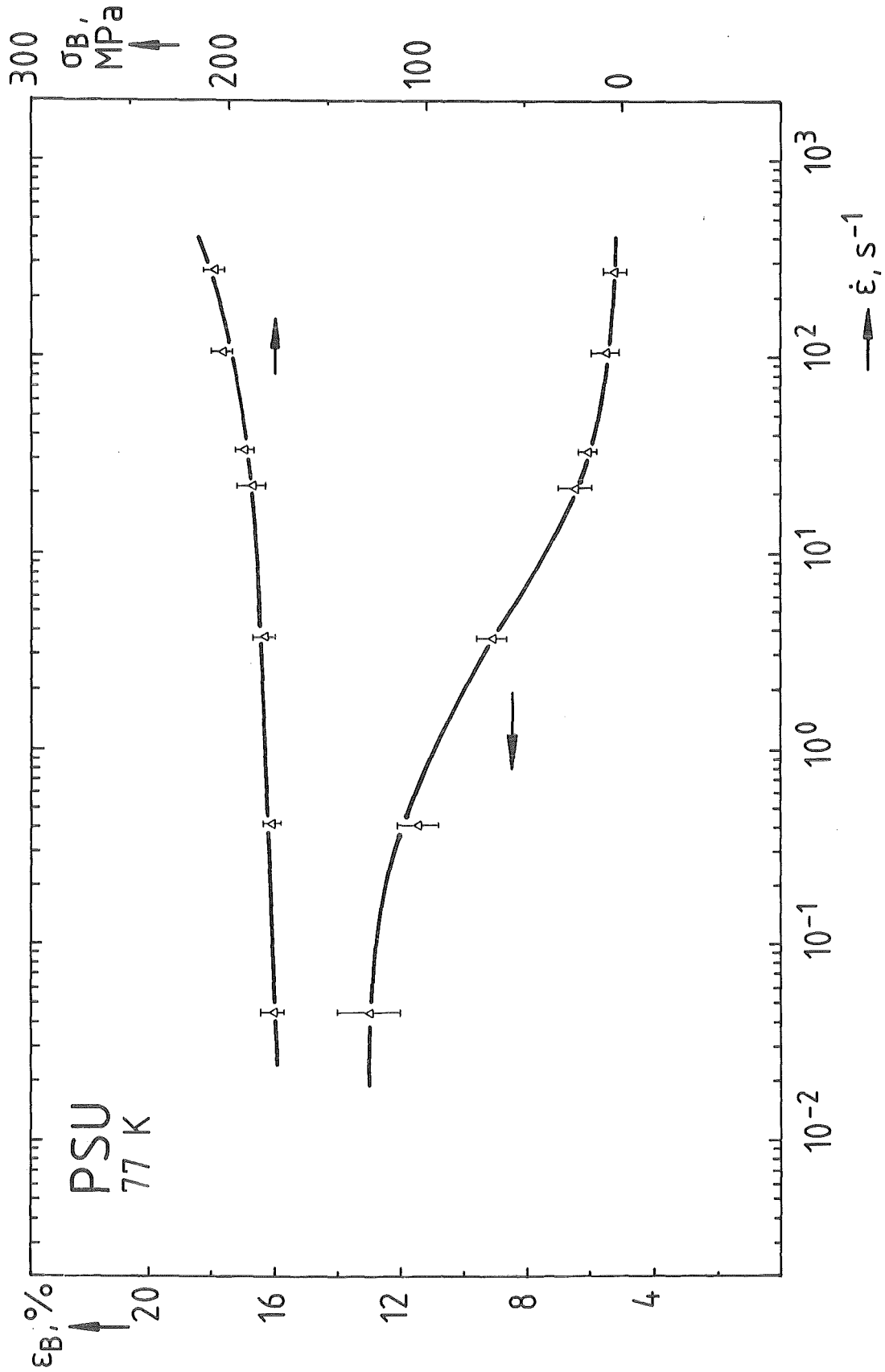


Abb. 5.3: Bruchspannung σ_B und Bruchdehnung ϵ_B von PSU bei 77 K in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$

Die Streuung der Meßwerte liegt für die Bruchspannung zwischen 2 % und 4 % vom Mittelwert. Für die Bruchdehnung sind die Streubereiche unabhängig von $\dot{\epsilon}$ mit 3 % bis 8 % etwas geringer als bei PC.

In Abb. 5.4 sind die Spannungs-Dehnungsdiagramme von PSU für langsame und sehr hohe Deformationsgeschwindigkeiten dargestellt. Auch dieses Material zeigt bei geringem $\dot{\epsilon}$ ein ausgeprägt nicht-lineares Verhalten. Mit zunehmender Geschwindigkeit äußert sich die Materialversprödung in den σ, ϵ -Diagrammen wiederum durch einen zunehmend linearer werdenden Kurvenverlauf. Bei $\dot{\epsilon} \approx 270 \text{ s}^{-1}$ ist nur noch eine geringe Nicht-Linearität vorhanden. Die gestrichelte Kurve ist wie bei PC auch hier als mittlere Grenzkurve des Brucheintrittes anzusehen. Sie wird wiederum durch σ_B, ϵ_B -Wertepaare für verschiedene $\dot{\epsilon}$ festgelegt.

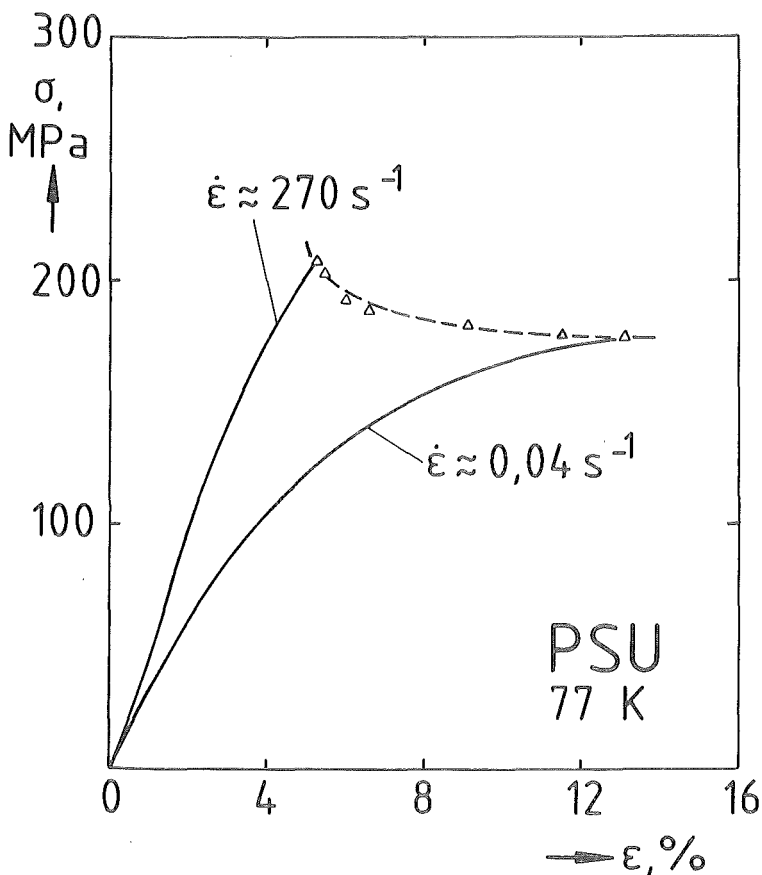


Abb. 5.4:
Zug-Dehnungsverhalten von
PSU bei 77K für verschie-
dene $\dot{\epsilon}$

Δ : Mittelwerte weiterer
Messungen

5.1.3 Polyethylen (HDPE)

Bei PE wurden Untersuchungen an zwei verschiedenen Typen durchgeführt (s. Abschnitt 4.1.2). Die Ergebnisse sind für PE MM (mittelmolekular) und PE HM (hochmolekular) in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit gemeinsam in Abb. 5.5 dargestellt.

Für $\dot{\epsilon} < 0.1 \text{ s}^{-1}$ besitzt die Bruchdehnung für PE MM einen konstanten Wert von $\epsilon_B = 6.5 \%$ und für PE HM von $\epsilon_B = 5.6 \%$. Dieser Unterschied ist bei etwa gleicher Bruchspannung auf das leicht nicht-lineare Zug-Dehnungsverhalten von PE MM zurückzuführen. Erst für $\dot{\epsilon} > 30 \text{ s}^{-1}$ erhält man bei diesem Material lineare σ, ϵ -Diagramme. Das Verhalten von PE HM ist dagegen im gesamten Bereich linear. Mit steigender Deformationsgeschwindigkeit nimmt die Bruchdehnung für beide Materialien kontinuierlich ab, wobei die Kurven mehr und mehr aufeinander zulaufen. Nach einem Abfall um ca. 55 % bei PE MM bzw. ca. 50 % bei PE HM erreichen beide Kurvenzüge bei $\dot{\epsilon} \approx 36 \text{ s}^{-1}$ denselben Minimalwert der Bruchdehnung $\epsilon_B = 2.9 \%$. Der weitere Verlauf ist dann identisch und zeigt einen starken Anstieg. Für PE MM erhält man bei $\dot{\epsilon} \approx 300 \text{ s}^{-1}$ einen Wert $\epsilon_B = 5.6 \%$. Aufgrund höherer Deformationsgeschwindigkeiten ($\dot{\epsilon} \approx 550 \text{ s}^{-1}$) wurden für PE HM sogar Werte von $\epsilon_B = 7.5 \%$ erreicht, die deutlich über dem "quasistatischen" Wert für kleine $\dot{\epsilon}$ liegen.

Die Bruchspannungen sind für PE MM und PE HM etwa gleich und liegen für alle $\dot{\epsilon}$ auf demselben Kurvenzug. Im Bereich $0.03 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 10 \text{ s}^{-1}$ nimmt σ_B ausgehend von einem Wert von 156 MPa linear mit $\log \dot{\epsilon}$ zu. Die Steigung ist mit ca. 2 MPa pro Dekade etwas geringer als bei PC und PSU. Bei zunehmender Deformationsgeschwindigkeit steigt σ_B oberhalb $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ immer stärker an und erreicht bei $\dot{\epsilon} = 550 \text{ s}^{-1}$ mit $\sigma_B = 252 \text{ MPa}$ sehr hohe Werte (ca. 60 % höher als der "quasistatische" Wert für kleines $\dot{\epsilon}$). Der steile Anstieg der Bruchspannung fällt mit dem $\dot{\epsilon}$ -Bereich zusammen, in dem die Versprödung im Verformungsverhalten allmählich beendet ist (Minimum von ϵ_B) und das Material zunehmend zäher reagiert.

Die Meßwertstreuung ist bei PE relativ gering. Bezüglich der Bruchspannung liegt die Standardabweichung zwischen 1 % und 3 % vom Mittelwert. Für die Bruchdehnung findet man bei PE HM einen Streubereich von 2 % bis 5.5 % und bei PE MM von 4 % bis 6.5 %. Nur in wenigen Ausnahmefällen ist die Streuung von ϵ_B höher (ca. 11 %).

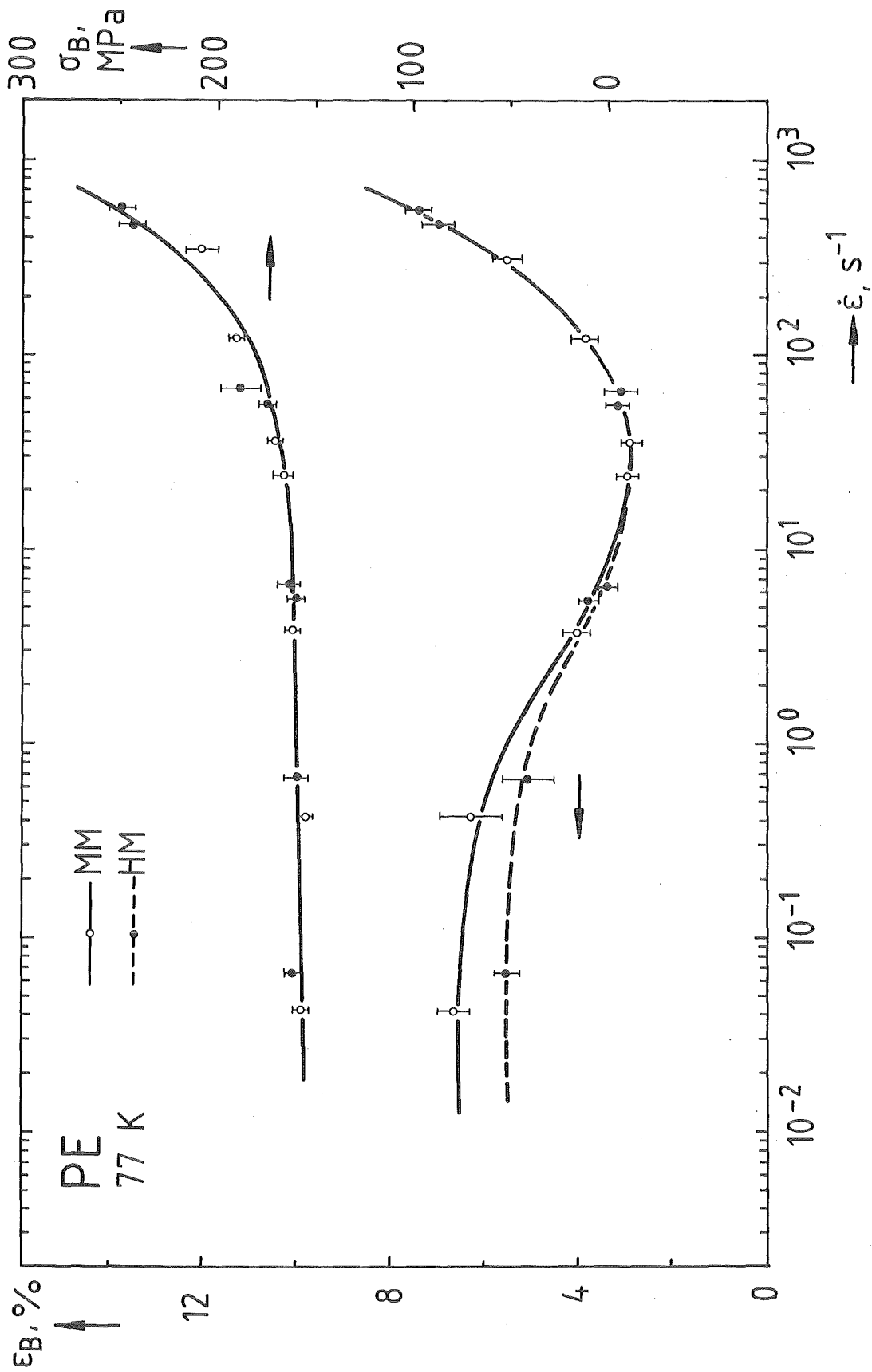


Abb. 5.5: Bruchspannung σ_B und Bruchdehnung ϵ_B von PE MM (o) und PE HM (●) bei 77 K in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$

N. Brown und I.M. Ward /42/ haben PE mit einer Molekularmasse $M_w = 220\,000$ g/mol bis 95 K untersucht. Für $\dot{\epsilon} = 0.011\text{ s}^{-1}$ finden sie bei nicht-linearem Verhalten mit $\epsilon_B = 7.0\%$ und $\sigma_B = 150\text{ MPa}$ Werte, die gut zu den Ergebnissen von PE MM passen. Es zeigt sich, daß bei tiefen Temperaturen eine mittlere Molekularmasse ein günstiges, nicht-lineares Deformationsverhalten bewirkt.

5.1.4 Epoxidharz (EP)

Die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Bruchspannung und der Bruchdehnung von EP ist in Abb. 5.6 gezeigt. Auch für dieses Polymer findet man eine ähnliche Abhängigkeit wie für PC und PE.

Die Bruchdehnung besitzt für $\dot{\epsilon} < 0.2\text{ s}^{-1}$ den konstanten Wert $\epsilon_B = 4.8\%$. Mit zunehmender Deformationsgeschwindigkeit fällt ϵ_B zunächst stärker und dann etwas schwächer um ca. 40 % ab. Bei $\dot{\epsilon} \approx 60\text{ s}^{-1}$ wird mit $\epsilon_B = 2.8\%$ ein Minimum erreicht. Bei weiterer Erhöhung von $\dot{\epsilon}$ steigt die Bruchdehnung stark an und hat bei $\dot{\epsilon} = 480\text{ s}^{-1}$ mit $\epsilon_B = 5.6\%$ den doppelten Wert des Minimums.

Die Bruchspannung steigt bei kleineren und mittleren Geschwindigkeiten auch hier linear mit $\log \dot{\epsilon}$ an (ca. 4 MPa pro Dekade). Bei $\dot{\epsilon} \approx 0.03\text{ s}^{-1}$ ergeben sich Werte von $\sigma_B \approx 150\text{ MPa}$. Ab $\dot{\epsilon} \approx 20\text{ s}^{-1}$ (Einmünden von ϵ_B in das Minimum) nimmt die Steigung der Kurve ständig zu und bei $\dot{\epsilon} = 480\text{ s}^{-1}$ werden für die Bruchspannung Werte von $\sigma_B \approx 194\text{ MPa}$ erreicht.

Das Deformationsverhalten ist für EP im gesamten Geschwindigkeitsbereich linear. Die Streuung der Meßwerte ist mit Standardabweichungen von 3 % bis 7 % für die Bruchdehnung bzw. 1 % bis 4 % für die Bruchspannung mit den anderen Materialien vergleichbar.

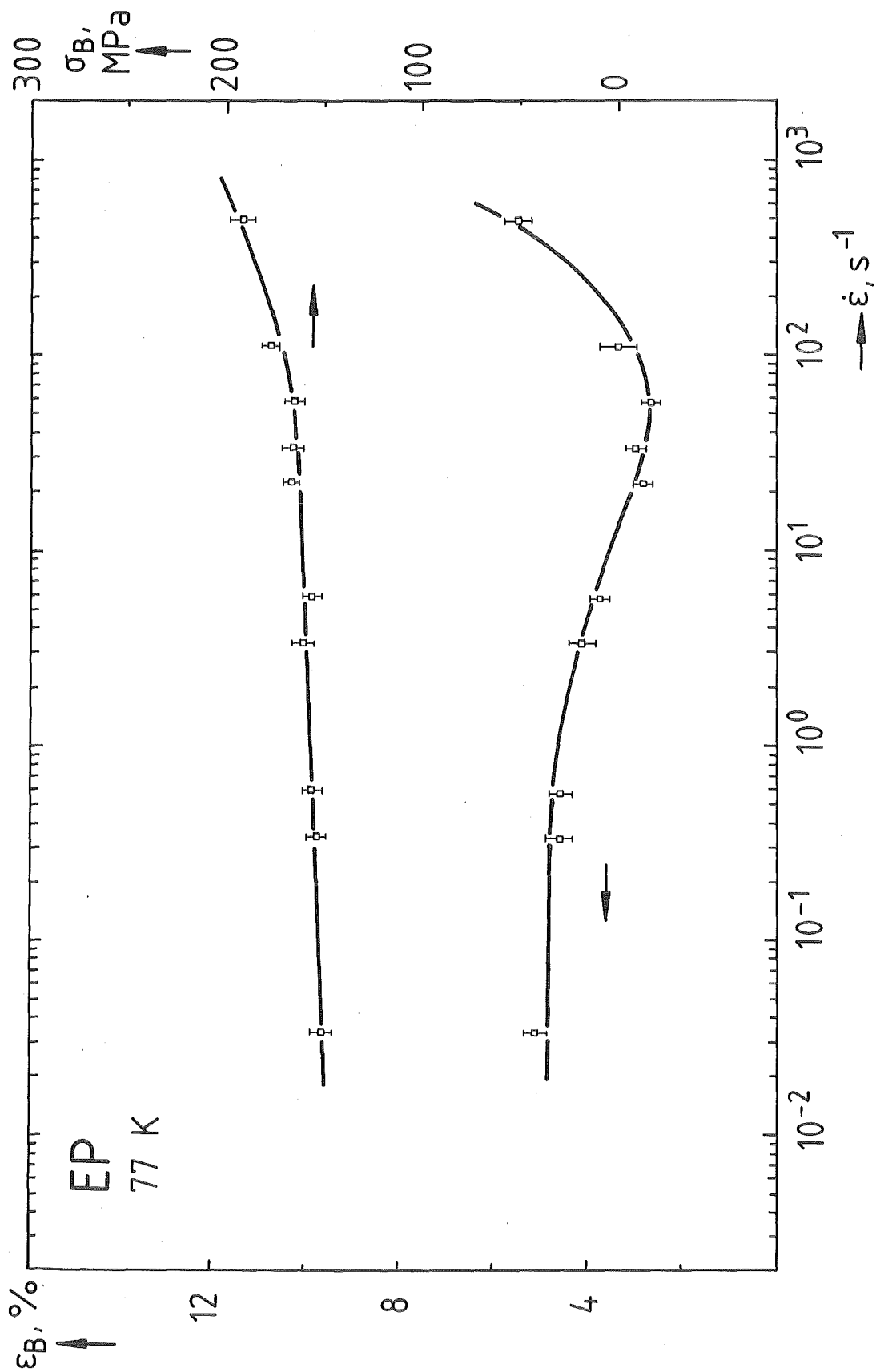


Abb. 5.6: Bruchspannung σ_B und Bruchdehnung ϵ_B von EP bei 77 K in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$

5.1.5 Morphologie der Bruchflächen

Die vorliegende Arbeit sollte in erster Linie Aufschluß über die Prozesse vor der RiBausbreitung geben. Bruchflächen zeigen jedoch vorwiegend Spuren der RiBausbreitung selbst. Dadurch werden möglicherweise Anzeichen auf Prozesse, die dem Bruch vorausgehen, verschmiert oder ganz überdeckt. Quantitative Schlüsse lassen sich aus der Morphologie der Bruchflächen daher nicht ziehen. Die Untersuchung der Bruchflächen im Rasterelektronenmikroskop ist aus diesem Grund als Ergänzung zu den Messungen anzusehen. Nachfolgend sind Bruchbilder der untersuchten Materialien beigelegt, die zumindest einige qualitative Aussagen zulassen.

Die Abbildungen 5.7 bis 5.9 zeigen Bruchflächen von PC und PSU. Als Ursache des Bruches erkennt man allgemein Einschlüsse, Hohlräume oder Oberflächenfehler mit Abmessungen von ca. 20 μm bis 100 μm . Um das Bruchzentrum herum sieht man deutlich zwei verschiedene Bereiche: eine kreisförmige, glatte Spiegelfläche und daran anschließend ein Gebiet makroskopisch hoher Rauigkeit. Für den Bereich des Spiegels ist anzunehmen, daß Sprödbbruch stattfindet. Die Bruchgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ steigt von Null auf einen hohen Wert am Anfang des Gebietes der hohen Rauigkeit an, bei dem eine Plastifizierung bewirkt wird. Die darin erreichte hohe Geschwindigkeit (aus Vergleichen mit Messungen an CT-Proben etwa ein Drittel der Schallgeschwindigkeit /4,43/) dürfte groß genug sein, um eine adiabatische Erwärmung an der Bruchfront und eine durchgehende Plastifizierung dieses Bereiches der Bruchfläche zu bewirken.

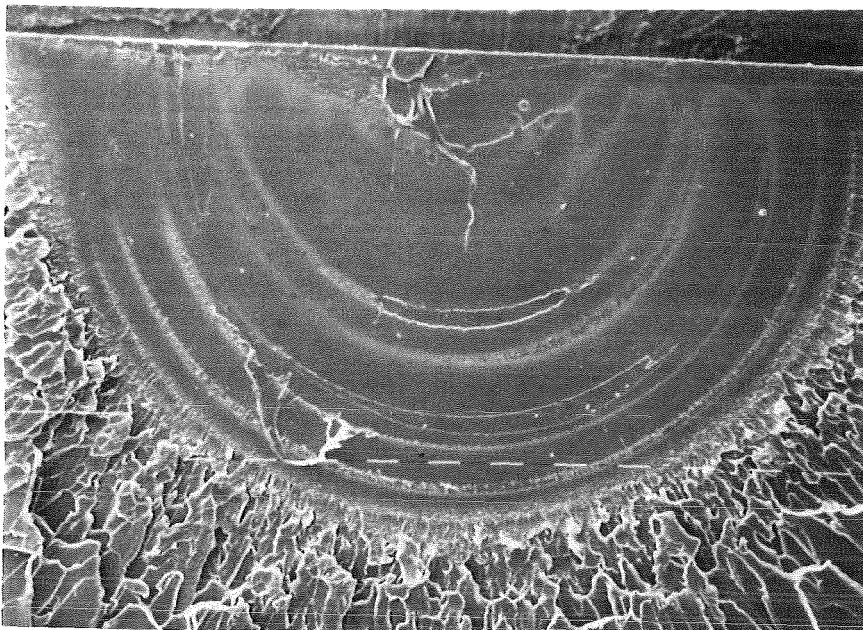


Abb. 5.7:
Bruchfläche von PC
bei 77 K
 $\dot{\epsilon} = 4.48 \text{ s}^{-1}$
 $\sigma_B = 200 \text{ MPa}$
 $\epsilon_B = 13.7 \%$

Marker: 100 μm

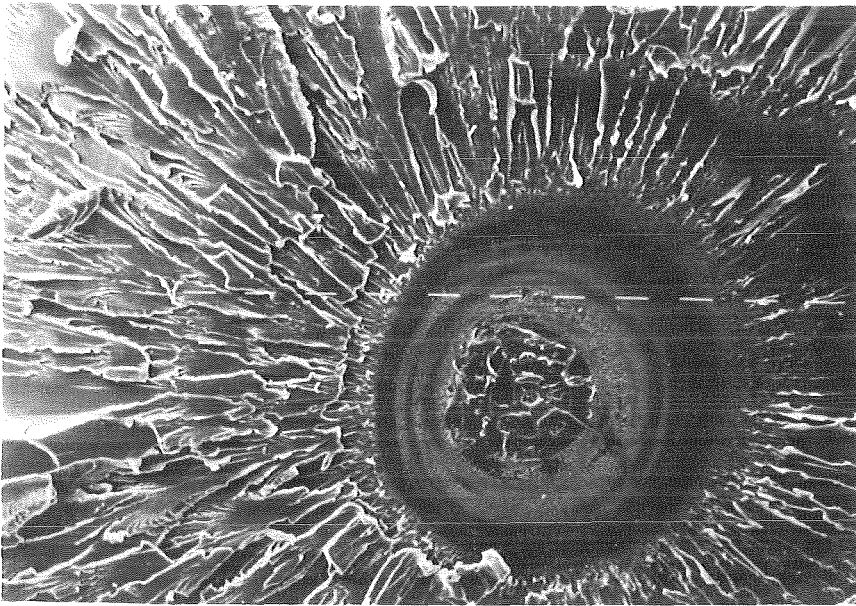


Abb. 5.8:
Bruchfläche von PC
bei 77 K
 $\dot{\epsilon} = 538 \text{ s}^{-1}$
 $\sigma_B = 253 \text{ MPa}$
 $\epsilon_B = 14.2 \%$

Marker: 100 μm

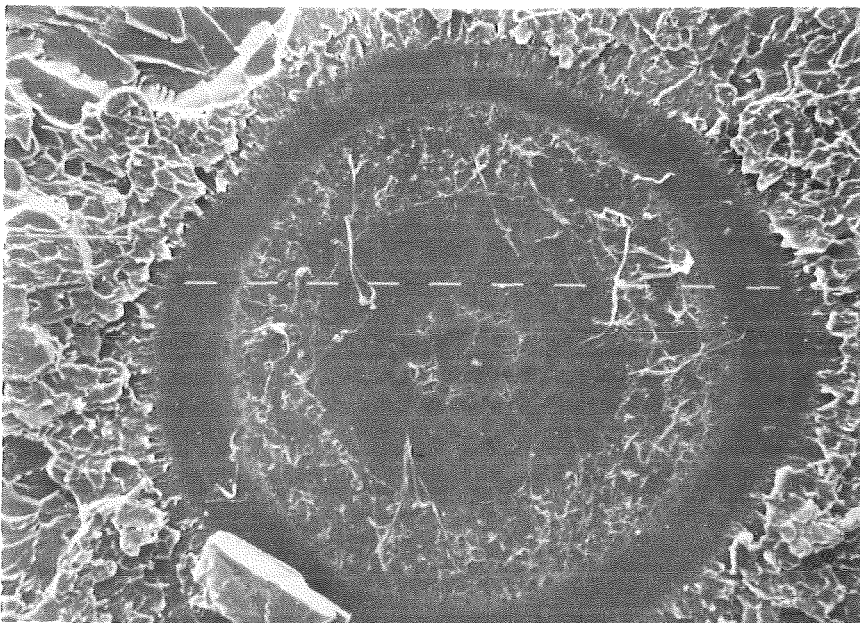


Abb. 5.9:
Bruchfläche von PSU
bei 77 K
 $\dot{\epsilon} = 0.415 \text{ s}^{-1}$
 $\sigma_B = 180 \text{ MPa}$
 $\epsilon_B = 11.8 \%$

Marker: 100 μm

In Abb. 5.7 und Abb. 5.8 ist an PC demonstriert, daß die Größe des glatten Bruchspiegels mit zunehmender Deformationsgeschwindigkeit deutlich abnimmt. Dies liegt an der vor der Rißausbreitung eingebrachten Leistung, die mit steigendem $\dot{\epsilon}$ zunimmt. Dadurch kann die Bruchgeschwindigkeit schneller auf ihren Maximalwert ansteigen.

Im Bruchspiegel sind sowohl bei PC als auch bei PSU mehr oder weniger stark ausgeprägte, konzentrische Ringe zu erkennen, die sich bei näherer Betrachtung (Abb. 5.10 und Abb. 5.11) als hochgradig plastisch deformierte Materie identifizieren lassen. Das Ausmaß dieser plastischen Deformationen scheint sich mit der Deformationsgeschwindigkeit in gleicher Weise zu verändern wie die Bruchdehnung des Materials.

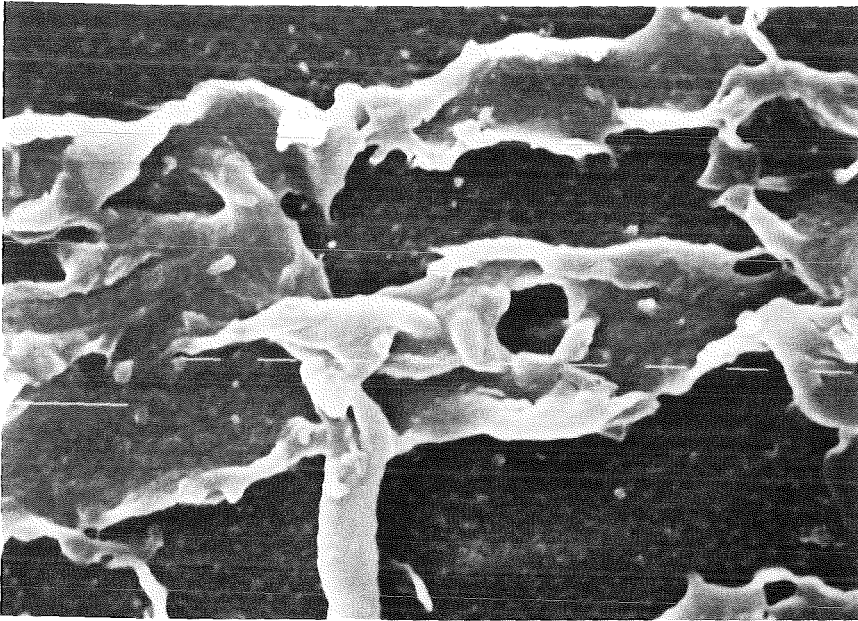


Abb. 5.10:
Ausschnitt des plastisch deformierten Bereiches im Bruchspiegel rechts vom Bruchzentrum in Abb. 5.8 (PC)

Marker: 1 μm

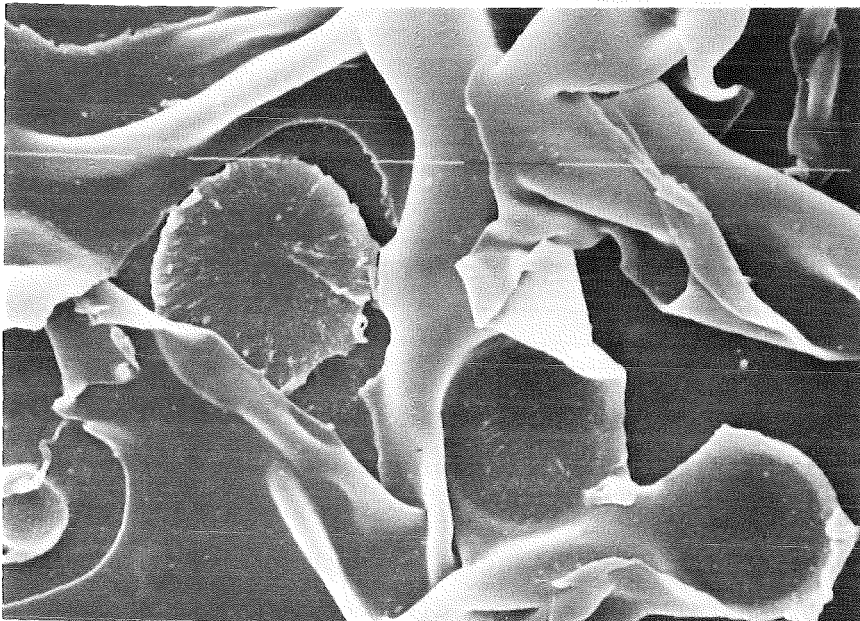


Abb. 5.11:
Ausschnitt des plastisch deformierten Bereiches im Bruchspiegel unterhalb des Bruchzentrums in Abb. 5.9 (PSU)

Marker: 10 μm

Für die konzentrisch angeordneten Ringe läßt sich nur schwer eine generelle Erklärung finden. Es könnte sein, daß die an der Stelle eines Ringes erreichte Reißgeschwindigkeit mit der dazugehörigen Erwärmung für eine gewisse Plastifizierung ausreicht. Dabei wird jedoch die Geschwindigkeit (und damit auch die Erwärmung) an der Bruchfront reduziert, was zunächst wieder eine "spröde" Reißausbreitung mit einer glatten Bruchfläche bewirkt. Erst im Bereich hoher Rauigkeit ist die Geschwindigkeit und die Spannungskonzentration als treibende Bruchkraft groß genug, um eine durchgehende Plastifizierung zu bewirken.

Bei PSU findet man auf der gesamten Bruchfläche sehr viele Sekundärbruchstellen, die hyperbel- oder rosettenartig ausgebildet sind und deren Zentren in Richtung Primärbruchstelle zeigen (Abb. 5.12). Bei PC treten diese Strukturen in deutlich geringerem Ausmaß auf.

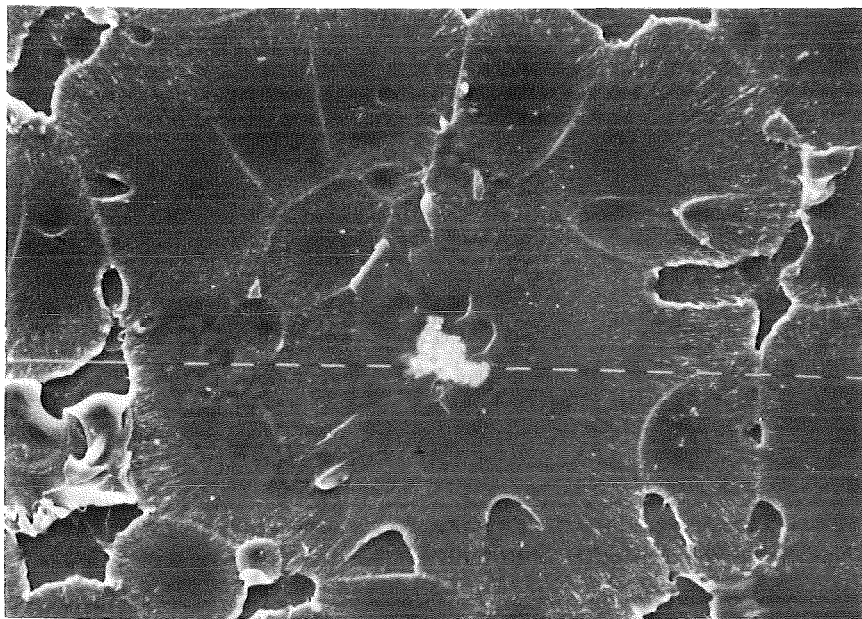


Abb. 5.12:
Sekundärbruchstellen
um das Bruchzentrum
aus Abb. 5.9 (PSU)

Marker: 10 μm

Bei EP ist die Bruchstelle von einem kleinen, kaum strukturierten Bruchspiegel umgeben (Abb. 5.13). Es schließt sich ein mehr oder weniger breiter Übergangsbereich an, der kontinuierlich in das Gebiet makroskopisch großer Rauigkeit übergeht. Außerhalb des Bruchspiegels ist auch bei EP die gesamte Bruchfläche mit Sekundärbruchstellen besetzt, die deutliche Spuren plastischer Deformationen aufweisen (Abb. 5.14). Der Bruchspiegel wird mit steigendem $\dot{\epsilon}$ wiederum kleiner. Ansonsten lassen sich keine Änderungen in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit erkennen.

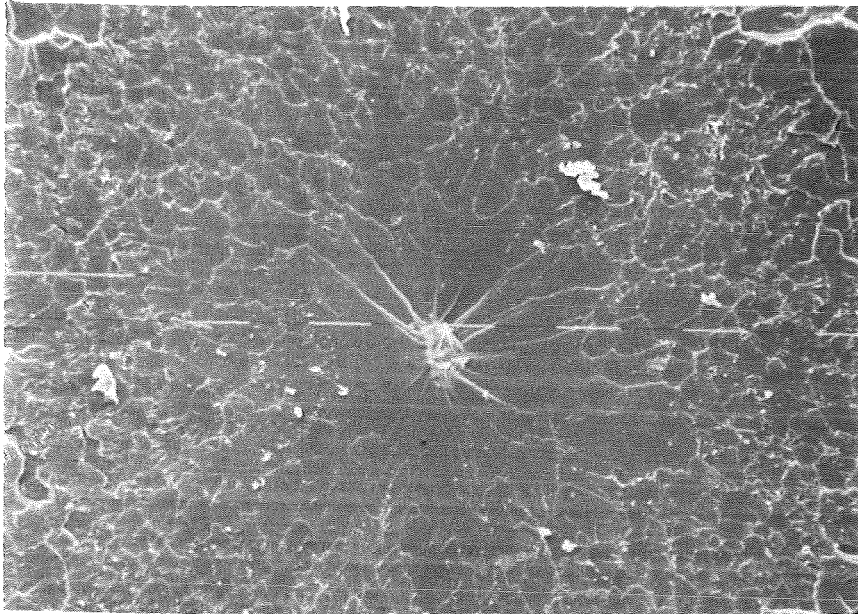


Abb. 5.13:
Bruchfläche von EP
bei 77 K
 $\dot{\epsilon} = 3.33 \text{ s}^{-1}$
 $\sigma_B = 163 \text{ MPa}$
 $\epsilon_B = 4.15 \%$

Marker: 100 μm

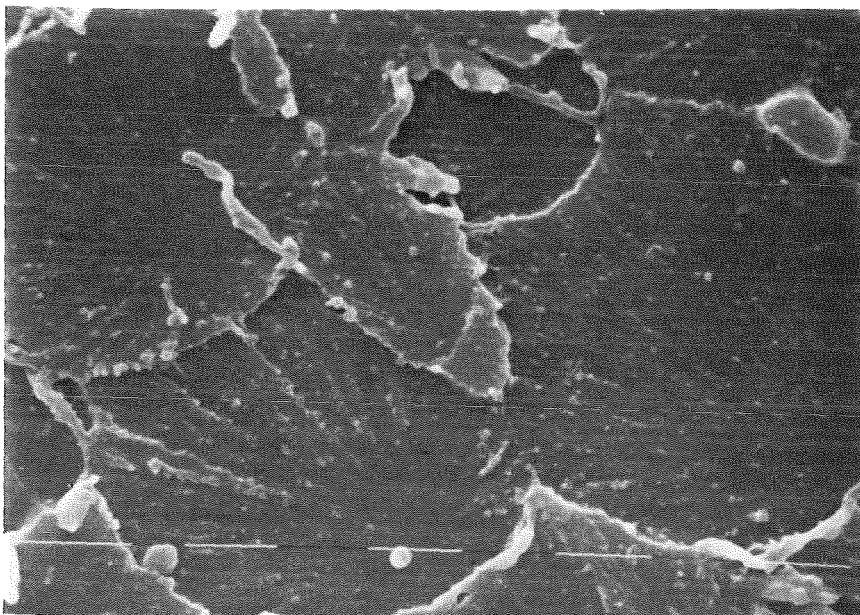


Abb. 5.14:
Sekundärbruchstellen
aus dem Übergangsbe-
reich in Abb. 5.11
(EP)

Marker: 10 μm

Bei PE MM läßt sich ebenfalls eine Aufteilung der Bruchfläche in einen Spiegel und ein Gebiet hoher Rauigkeit vornehmen (Abb. 5.15). Allerdings können diese Bereiche nicht mehr scharf voneinander getrennt werden und bereits in der Umgebung des Bruchzentrums ist eine feine Rauigkeit vorhanden (Abb. 5.16). Außerhalb des "Bruchspiegels" erkennt man eine schuppenförmige (Abb. 5.17) oder "patchwork"-artige (Abb. 5.18) Struktur mit deutlichen Anzeichen plastischer Deformationen.

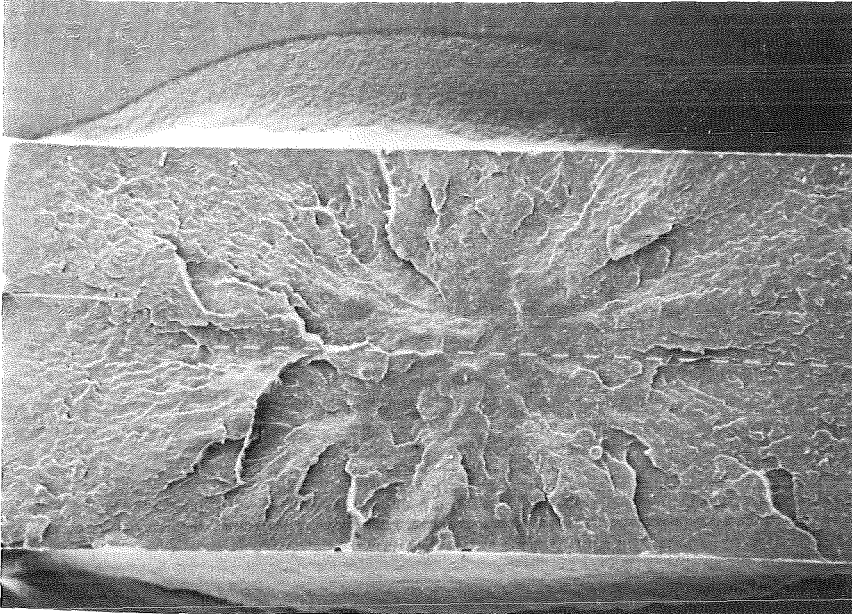


Abb. 5.15:
Bruchfläche von
PE MM bei 77 K
 $\dot{\epsilon} = 114 \text{ s}^{-1}$
 $\sigma_B = 190 \text{ MPa}$
 $\epsilon_B = 3.65 \%$

Marker: 100 μm

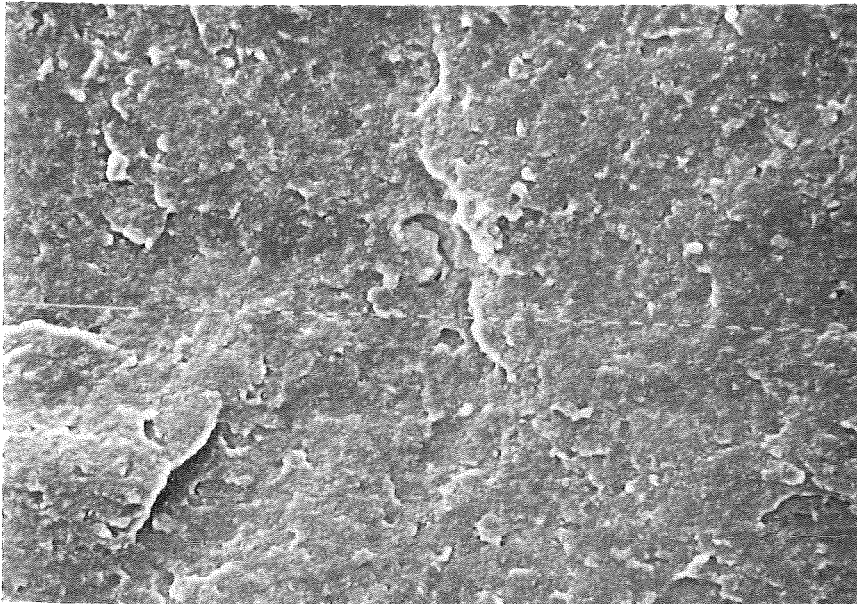


Abb. 5.16:
Ausschnitt aus dem
Bruchzentrum in
Abb. 5.15 (PE MM)

Marker: 10 μm

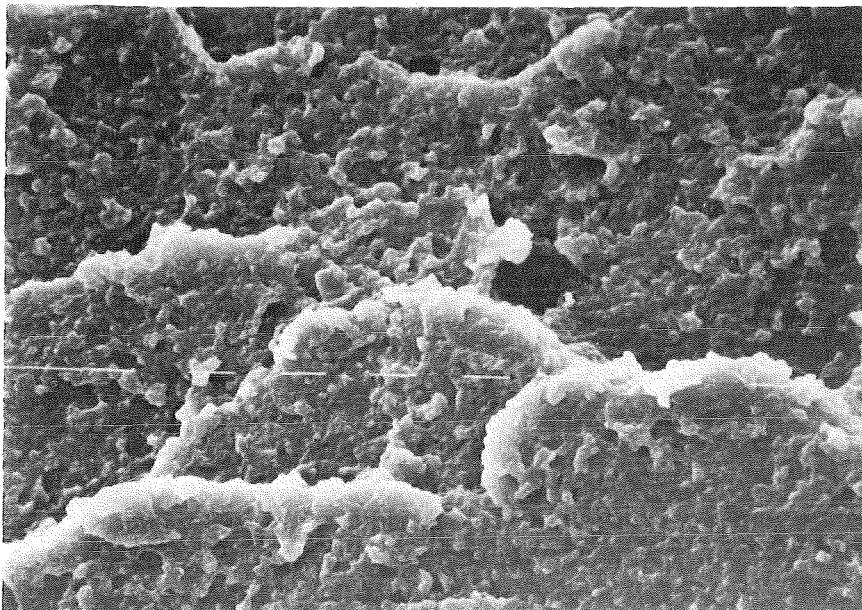


Abb. 5.17:
Schuppenförmige
Strukturen aus dem
Bereich hoher Rau-
higkeit in Abb. 5.15
(PE MM)

Marker: 10 μm

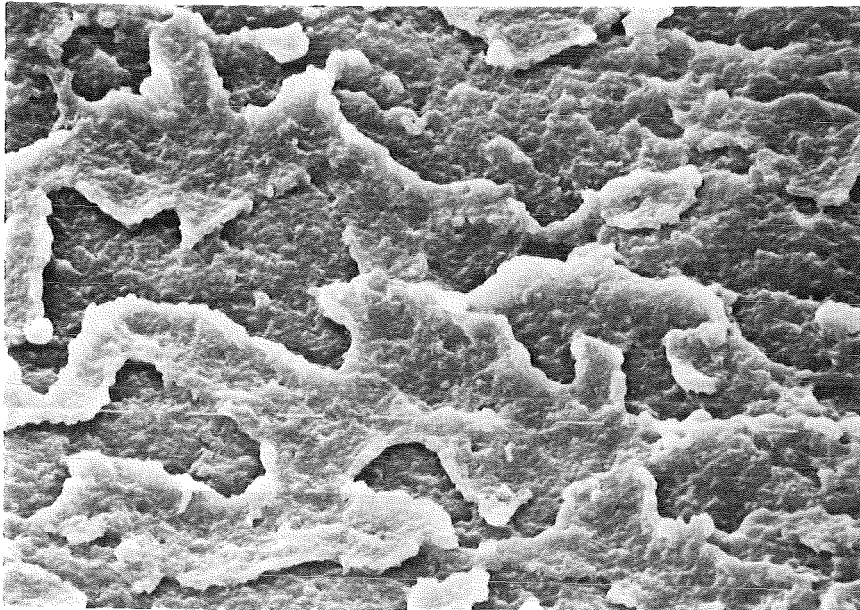


Abb. 5.18:
"patchwork"-artige
Strukturen aus dem
Bereich hoher Rau-
higkeit in Abb. 5.15
(PE MM)

Marker: 10 μm

Die Morphologie der Bruchflächen von PE HM (Abb. 5.19) unterscheidet sich deutlich von der des PE MM. Man findet überall Sekundärbruchstellen (Abb. 5.20) und eine Aufteilung der Bruchfläche in verschiedene Bereiche läßt sich nicht erkennen. Plastische Deformationen treten an den Randzonen der Sekundärbruchstellen auf.

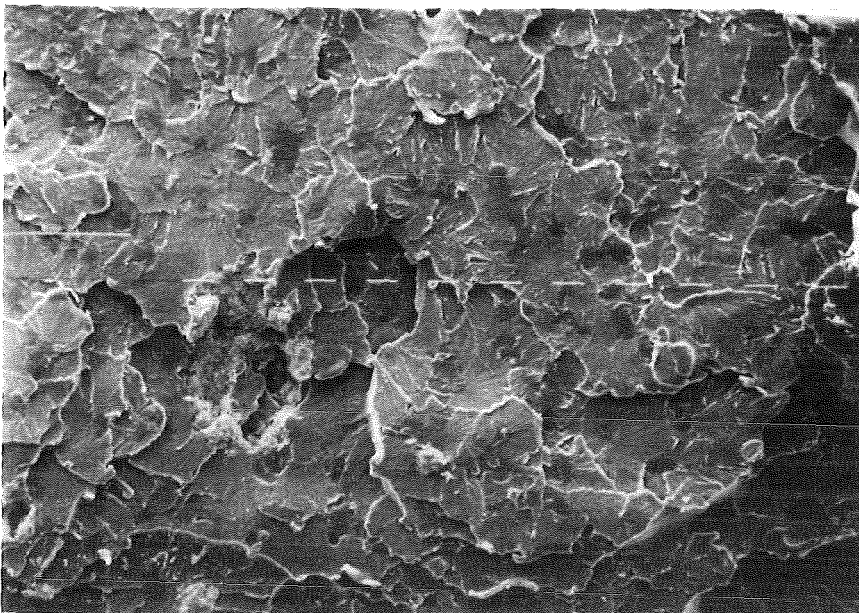


Abb. 5.19:
Bruchfläche von
PE HM bei 77 K
 $\dot{\epsilon} = 0.645 \text{ s}^{-1}$
 $\sigma_B = 166 \text{ MPa}$
 $\epsilon_B = 5.4 \%$

Marker: 100 μm

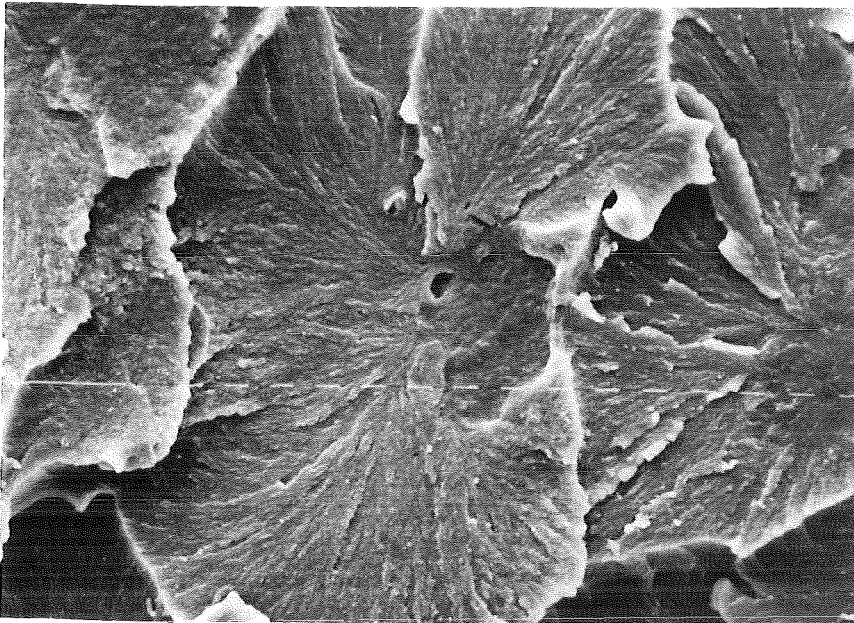


Abb. 5.20:
Sekundärbruchstelle
aus Abb. 5.19
(PE HM)

Marker: 10 μm

5.2 Bruchverhalten bei 4.2 K

Für PC, PSU und PE wurde das Bruchverhalten bei 4.2 K an Rundproben (Abb. 4.5) in einem Bereich der Deformationsgeschwindigkeit $0.02 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 2.5 \text{ s}^{-1}$ untersucht. Für PC konnten mit $\dot{\epsilon} \ll 26 \text{ s}^{-1}$ noch etwas höhere Geschwindigkeiten erreicht werden. Für diesen Bereich wurde innerhalb der Meßwertstreuung bei keinem der Materialien weder für die Bruchspannung noch für die Bruchdehnung eine Abhängigkeit von $\dot{\epsilon}$ festgestellt. In Tab. 5.1 sind somit für den gesamten Geschwindigkeitsbereich Mittelwerte für σ_B und ϵ_B für die einzelnen Polymere angegeben. Für PC erhält man Bruchwerte von $\sigma_B = 200 \text{ MPa}$ und $\epsilon_B = 5.6 \%$, für PSU von $\sigma_B = 180 \text{ MPa}$ und $\epsilon_B = 4.5 \%$. Die Werte für beide PE-Typen liegen bei $\sigma_B = 170 \text{ MPa}$ und $\epsilon_B = 3.4 \%$.

Polymer	σ_B , MPa	ϵ_B , %	$\dot{\epsilon}$ -Bereich s^{-1}
PC	200 ± 6	$5,6 \pm 0,30$	0,026 bis 26
PSU	180 ± 6	$4,5 \pm 0,25$	0,024 bis 2,4
PE	170 ± 5	$3,4 \pm 0,15$	0,021 bis 2,1

Tab. 5.1: Bruchwerte für verschiedene Polymere bei 4.2 K

Die Meßwertstreuung für die Bruchspannung liegt zwischen 3 % und 3.5 % und für die Bruchdehnung zwischen 4.5 % und 5.5 %.

Das Zug-Dehnungsverhalten bei 4.2 K ist für die untersuchten Polymere gemeinsam in Abb. 5.21 dargestellt. Sowohl für PE MM als auch für PE HM findet man bis zum Bruch lineare σ, ϵ -Diagramme. PC zeigt dagegen auch bei 4.2 K noch ein deutlich ausgeprägtes, duktileres Deformationsverhalten. Auch bei PSU ergibt sich, wenn auch in geringerem Ausmaß, ein nicht-linearer σ, ϵ -Verlauf. Die gezeigten Diagramme bleiben bei allen Materialien im untersuchten $\dot{\epsilon}$ -Bereich unverändert. Es tritt also nicht wie bei 77 K bis zu einer mittleren Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon} < 30 \text{ s}^{-1}$ eine Versprödung ein.

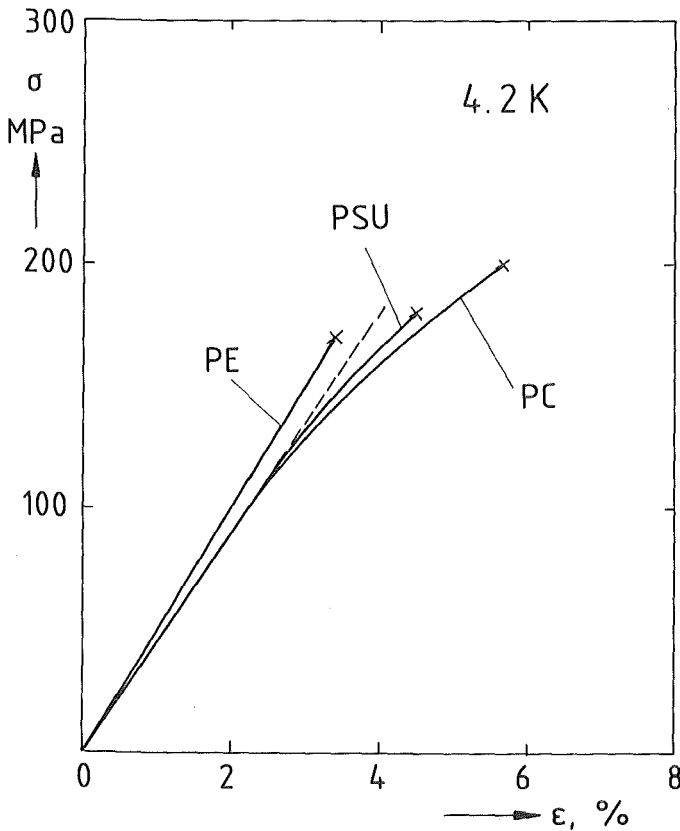


Abb. 5.21:
Zug-Dehnungsverhalten ver-
schiedener Polymere bei
4.2 K

6 Diskussion

Zur vergleichenden Diskussion der Meßergebnisse bei 4.2 K und 77 K ist in Abb. 6.1 die Bruchspannung ^{*)} und in Abb. 6.2 die normierte Bruchdehnung ϵ_B/ϵ_{B0} gemeinsam für alle untersuchten Materialien in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ dargestellt. ϵ_{B0} ist der jeweilige, etwa konstante ("quasistatische") Wert der Bruchdehnung für kleine Geschwindigkeiten ($\dot{\epsilon} < 0.1 \text{ s}^{-1}$). Man kann die Geschwindigkeitsskala prinzipiell in zwei Bereiche mit unterschiedlichem Zeitverhalten einteilen.

- Bereich I: $\dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}(\epsilon_{B,\min})$

In diesem Bereich unterhalb des jeweiligen Minimums in der Bruchdehnung ($\epsilon_{B,\min}$) wird das Verformungsverhalten bei 77 K mit steigender Geschwindigkeit zunehmend spröder; dies äußert sich bei kaum ansteigender Bruchspannung in einem stetigen Abfall der Bruchdehnung bis auf ca. 55 % des "quasistatischen" Wertes. Dieses Verhalten kann auf zeit- und temperaturabhängige, viskoelastische Relaxationsprozesse (Platzwechselforgänge) zurückgeführt werden. Durch diese Prozesse können bei langsamen Deformationsgeschwindigkeiten Spannungskonzentrationen an Rißspitzen (bzw. allgemein an Fehlstellen), die Auslöser eines Bruches sind, bis zu einem bestimmten Grad abgebaut werden; dabei bilden sich kleine Fließzonen an der Rißspitze. Die dissipativen Deformationsvorgänge in diesen Zonen verlaufen bei geringem $\dot{\epsilon}$ isotherm, da die erzeugte Wärme innerhalb der Zeitdauer t_w (s. Abschnitt 3.2.1) schnell genug abgeführt werden kann ($t_w > \tau_{th}$). Mit steigender Deformationsgeschwindigkeit wird die Beanspruchungszeit immer kürzer und spannungsausgleichende Umlagerungen können aufgrund ihrer notwendigen Relaxationszeiten immer weniger stattfinden. Die hohen Spannungskonzentrationen führen vorzeitig zum Bruch und erlauben nur eine geringe Dehnbarkeit.

Bei 4.2 K sind die Relaxationszeiten sehr viel größer als bei 77 K, sodaß selbst bei sehr langen, aber endlichen Versuchszeiten keinerlei spannungsausgleichende Umlagerungen möglich sind. Für den betrachteten $\dot{\epsilon}$ -Bereich ist daher von Anfang an eine maximale Sprödigkeit im Deformationsverhalten zu erwarten. Abb. 6.2 zeigt, daß sich die Bruchdehnung ϵ_B nicht verändert, obwohl in einem $\dot{\epsilon}$ -Bereich gemessen wurde, in dem bei 77 K eine deutliche Versprödung bemerkbar ist.

^{*)} Zur besseren Übersichtlichkeit sind nur die σ_B -Werte bei 77 K eingetragen. Die Werte bei 4.2 K sind Tab. 5.1 zu entnehmen.

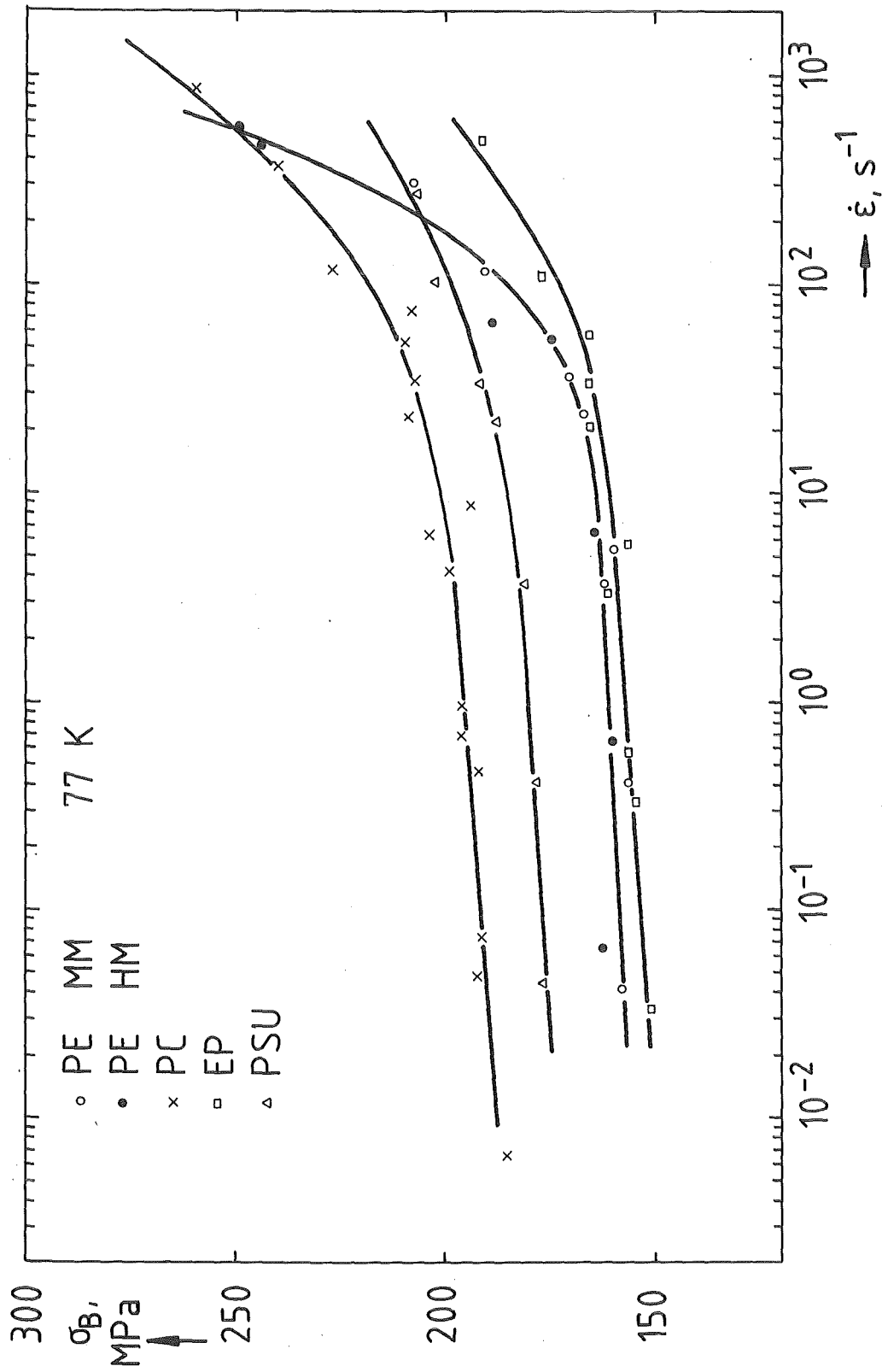


Abb. 6.1: Bruchspannung σ_B der untersuchten Polymere bei 77 K in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$.

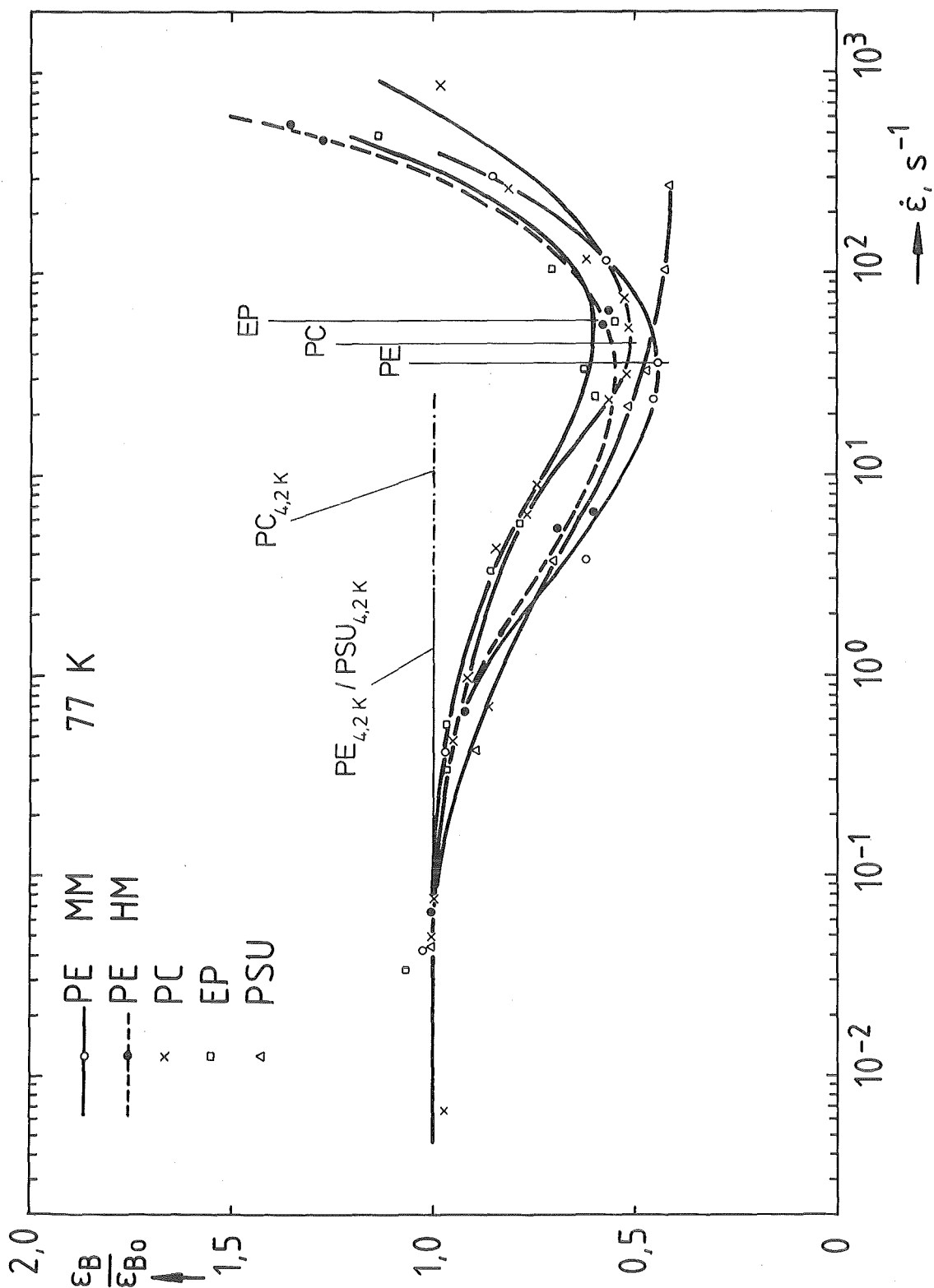


Abb. 6.2: Normierte Bruchdehnung $\epsilon_B / \epsilon_{B0}$ der untersuchten Polymere in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ (ϵ_{B0} : Wert der Bruchdehnung für $\dot{\epsilon} < 0.1 \text{ s}^{-1}$; ϵ_{B0} (77 K): PC: 15.0 %; PSU: 13.0 %; PE MM: 6.5 %; PE HM: 5.6 %; EP: 4.8 %; ϵ_{B0} (4.2 K) siehe Tab. 5.1)

- Bereich II: $\dot{\epsilon} > \dot{\epsilon}(\epsilon_{B,\min})$

Nach Durchlaufen eines Minimums in der Bruchdehnung bei materialspezifischen Werten der Deformationsgeschwindigkeit ändert sich das Bruchverhalten bei 77 K für PE, PC und EP grundlegend. Mit steigender Deformationsgeschwindigkeit werden diese Materialien zunehmend zäher. Die Bruchspannung und die Bruchdehnung zeigen einen steilen Anstieg, wobei ϵ_B zum Teil sogar den Wert von ϵ_{B0} beachtlich übersteigt.

Diese Zeitabhängigkeit kann primär nicht mehr mit dem viskoelastischen Relaxationsverhalten der Polymere erklärt werden, sondern hierfür sind andere Prozesse verantwortlich zu machen. Eine Erklärung läßt sich thermodynamisch in einer Temperaturerhöhung ΔT und einer adiabatischen Erwärmung in den Fließzonen vor der Rißspitze finden. Ab einer bestimmten Geschwindigkeit wird ein Punkt erreicht, bei dem die während der Fließzonenbildung erzeugte Wärme nicht mehr schnell genug abgeführt werden kann ($t_w < \tau_{th}$). In den Fließzonen tritt dann durch den Wärmestau eine starke Temperaturerhöhung auf. Ist diese groß genug, so kann eine mehr oder weniger starke, zusätzliche Plastifizierung erfolgen. Das Ausmaß der Plastifizierung hängt ab von der lokalen Temperaturerhöhung ΔT und von der Temperatur T_B , bei der im Spektrum ein sekundäres Dämpfungsmaximum vorhanden ist, das auf einer segmentalen Beweglichkeit in den Hauptketten der Moleküle beruht. Durch diese Beweglichkeit können in erhöhtem Maß Spannungskonzentrationen an der Rißspitze abgebaut werden und die Spannungsverteilung im Material wird wesentlich homogener. Deshalb nehmen die Beanspruchbarkeit und die Dehnbarkeit stark zu.

Die Werte von T_B sind in Tab. 4.1 für die Frequenzen angegeben, die den kürzesten Deformationszeiten des Experimentes entsprechen. In Abb. 6.2 sind die Lagen der Minima der Bruchdehnung auf der Geschwindigkeitsskala angedeutet. Es ergibt sich die gleiche Reihenfolge der Anstiege von σ_B und ϵ_B wie für die Temperaturen T_B der betrachteten Polymere. Die lokale Temperaturerhöhung ΔT an der Rißspitze bei einer Anfangstemperatur $T = 77$ K wurde in Abschnitt 3.2.1 behandelt. Für den adiabatischen Grenzfall ergab sich aus der Energiefreisetzungsrates ein oberer Grenzwert von ΔT , der bei allen Materialien für eine hohe, lokale Plastifizierung ausreichend wäre. Für den realistischen Fall eines nicht vollständig adiabatischen Zustandes ergeben sich bei einer bestimmten Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ als untere Grenze der Temperaturerhöhung für EP die geringsten und für PE die größten ΔT -Werte. Deshalb ist bei EP ein höheres $\dot{\epsilon}$ erforderlich, um die für eine Plastifizierung

notwendige Temperaturerhöhung zu erreichen. Wie man in den Abbildungen 6.1 und 6.2 erkennt, ist die Erhöhung der Bruchwerte σ_B und ϵ_B bei den etwa ähnlichen, maximal erreichten Deformationsgeschwindigkeiten für EP wesentlich geringer als bei PE. PC nimmt eine Mittelstellung zwischen diesen beiden Materialien ein.

Die Brucheigenschaften bei 77 K werden somit bei hohen Deformationsgeschwindigkeiten indirekt ebenfalls von viskoelastischen Relaxationsprozessen bestimmt, die jedoch bei einer wesentlich höheren Temperatur stattfinden. Das Bindeglied ist eine adiabatische Erwärmung an der Rißspitze. Die resultierende, lokale Temperaturerhöhung ermöglicht, daß diese Molekularbewegungen wirksam werden und Spannungskonzentrationen abbauen.

Für PSU wäre ein ähnliches Zeitverhalten wie bei den anderen Materialien zu erwarten, da auch die Temperatur T_B bei PSU ähnlich ist. Dies ist jedoch im untersuchten $\dot{\epsilon}$ -Bereich nicht der Fall, sondern ein Minimum in der Bruchdehnung deutet sich nur an. Wegen fehlender Materialdaten (G_{IC}) konnte die Temperaturerhöhung für PSU zwar nicht abgeschätzt werden, am Kurvenverlauf der Abb. 3.5 (Abschnitt 3.2.1) erkennt man jedoch die Problematik im Vergleich zu den anderen Materialien. Wenn man annimmt, daß am Anfang der Deformation eine lokale Erwärmung an der Rißspitze durch innere Reibung (ausgedrückt durch $\tan \delta$, s. Gl. (3.20)) stattfindet, dann sieht man aus Abb. 3.5, daß bei PSU die Temperaturänderung pro Dehnung $\partial T / \partial \epsilon$ bei 77 K eine negative Steigung hat. Das bedeutet, daß die temperaturabhängige, spezifische Wärme stärker ansteigt als die durch innere Reibung entstehende Wärme. Dadurch wird die Temperaturerhöhung pro Dehnung kleiner. Bei den anderen betrachteten Polymeren sind die Steigungen positiv und für PE und PC liegen auch die Absolutwerte von $\partial T / \partial \epsilon$ höher als bei PSU. Deshalb kann bei diesem Material erst bei deutlich höheren Deformationsgeschwindigkeiten ein ähnlicher Effekt wie bei den anderen Materialien erwartet werden.

- Korrelation des Zeitverhaltens mit anderen Bruchparametern

Es hat sich gezeigt /44/, daß bei tiefen Temperaturen eine Reihe von Polyeigenschaften etwa gleichen Wertebereichen zustrebt. Dies gilt insbesondere für die Elastizitätsgrößen E' und G' und für die "quasistatischen" Bruchwerte σ_B und ϵ_B . Daraus würde man schließen, daß auch die damit korrelierten

Bruchgrößen wie die Reißähigkeit K_{IC} und die kritische Energiefreisetzungsrates G_{IC} etwa gleiche Werte annehmen. Wie in einer anderen Arbeit /4/ jedoch gezeigt wurde, treten große Unterschiede auf. Es ergab sich z.B. bei 4.2 K für PE und EP

$$K_{IC}(PE) \approx 5 \cdot K_{IC}(EP)$$

obwohl für beide Polymere praktisch der gleiche "quasistatische" Bruchwert $\sigma_B = 180$ MPa gemessen wurde. Dieser scheinbare Widerspruch konnte in der vorliegenden Arbeit weitgehend geklärt werden.

Die Bruchwerte σ_B wurden "quasistatisch" bestimmt während bei der Messung von K_{IC} bei sehr tiefen Temperaturen eine unkontrollierte, sehr schnelle Reißausbreitung beteiligt war, wodurch andere Bruchmechanismen ins Spiel gebracht wurden. Zur Messung von K_{IC} ist ein definierter Primärriß erforderlich. Dieser ist materialspezifisch und muß daher bei der Meßtemperatur eingebracht werden. Bei tiefen Temperaturen und den verwendeten CT-Proben breitet sich ein Riß instabil mit etwa einem Drittel der Schallgeschwindigkeit aus. Durch diesen sehr dynamischen Prozeß bei der Einbringung des Primärrisses tritt durch die Wärmeerzeugung an der Reißspitze eine starke Temperaturerhöhung auf, die zu einer Plastifizierung der Reißspitze führt. Bei PE erreicht die Plastifizierung ein deutlich größeres Ausmaß als bei EP, da ein spröde-zäher Übergang im Dämpfungsspektrum von PE bei einer wesentlich geringeren Temperatur T_B auftritt. Bei diesem Material werden mehr spannungsausgleichende Mechanismen beweglich und bewirken größere plastische Deformationen. Kann man den Riß zum Stehen bringen, so friert der mehr oder weniger ausgeglichene Spannungszustand der Fließzonen unter einer Restspannung in Form unterschiedlich großer Arrestlinien ein. Die Primärrisse mit ihren unterschiedlich großen Arrestlinien sind Ausgangspunkt für die anschließende Messung der Reißähigkeit, die entscheidend vom Ausmaß der plastischen Deformation, d.h. von der Größe der Arrestlinie bestimmt wird. Die Auswertung der Bruchflächen im Rasterelektronenmikroskop zeigte für PE wesentlich größere Arrestlinien als für EP. Dies bestätigte die theoretischen Vorstellungen und erklärt den starken Unterschied der Reißähigkeiten für beide Materialien.

Konsequenterweise stellte sich nun die Frage, ob sich auch die Bruchwerte σ_B und ϵ_B bei sehr schnellen Deformationen im Vergleich zu einer "quasistatischen" Beanspruchung verändern und ob die Veränderung in ähnlicher Weise wie bei K_{IC} erfolgt.

Es hat sich in der vorliegenden Arbeit gezeigt, daß eine deutliche Abhängigkeit der Bruchwerte von der Deformationsgeschwindigkeit existiert und daß bei hohem $\dot{\epsilon}$ die Bruchspannung σ_B von PE merklich höher ist als die von EP. Dies

ist dieselbe Tendenz, die bei den Werten von K_{IC} und auch von G_{IC} gefunden wurde. Vergleicht man in Abb. 6.1 den Verlauf von σ_B für PE und EP, so ist anzunehmen, daß bei sehr hohen Deformationsgeschwindigkeiten (adiabatische Bedingungen) auch die Bruchspannungen sehr stark verschieden sind.

7 Zusammenfassung

Das Bruchverhalten verschiedener Polymere wurde in Abhängigkeit von der Deformationsgeschwindigkeit bei 77 K und bei 4.2 K untersucht. Dabei zeigte sich folgender Einfluß auf die ermittelten Größen der Bruchspannung und der Bruchdehnung:

- bei 77 K tritt im Bereich $0.005 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 30 \text{ s}^{-1}$ für Polyethylen, Polycarbonat und Epoxidharz eine Materialversprödung in Form abnehmender Bruchdehnungen ein. Bei materialspezifischen Werten von $\dot{\epsilon}$ ändert sich das Verhalten und wird bei sehr hohen Deformationsgeschwindigkeiten ($30 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 1000 \text{ s}^{-1}$) zäher. Die Bruchdehnung erreicht oder übersteigt die Werte bei langsamen Geschwindigkeiten. Für Polysulfon zeigte sich bis zu den erreichten Deformationsgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon} = 270 \text{ s}^{-1}$ eine kontinuierliche Abnahme der Bruchdehnung. Ein Anstieg von ϵ_B wurde nicht festgestellt, allerdings deutet sich bei sehr hohen $\dot{\epsilon}$ die Existenz eines Minimums der Bruchdehnung an.

- die Bruchspannung nimmt bei 77 K geringfügig bis $\dot{\epsilon} \approx 10 \text{ s}^{-1}$ für alle Materialien linear mit dem Logarithmus der Deformationsgeschwindigkeit zu. Die Steigung ist mit ca. 2 MPa pro Dekade für Polyethylen etwas geringer als für die anderen Polymere (ca. 4 MPa pro Dekade). Im $\dot{\epsilon}$ -Bereich des Minimums der Bruchdehnung erfolgt ein steiler Anstieg der Bruchspannung. Für Polysulfon ist die Abweichung vom linearen Anstieg dem Verlauf der Bruchdehnung entsprechend nur schwach ausgeprägt.

- Für Polyethylen, Polysulfon und Polycarbonat ist das Bruchverhalten bei 4.2 K im untersuchten Bereich $0.01 \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 30 \text{ s}^{-1}$ unabhängig von der Deformationsgeschwindigkeit. Bruchspannung, Bruchdehnung und das gesamte Deformationsverhalten zeigen keine Veränderung.

- für Polycarbonat, Polysulfon und in geringem Maß für das mittelmolekulare Polyethylen ergibt sich ein duktiles Deformationsverhalten bei 77 K. Polycar-

bonat verhält sich auch bei 4.2 K nicht-linear und weniger ausgeprägt ebenfalls Polysulfon.

Die Geschwindigkeitsabhängigkeit des Bruchverhaltens bei 77 K kann im Bereich der zunehmenden Materialversprödung bis zum Minimalwert der Bruchdehnung un- mittelbar mit zeit- und temperaturabhängigen, viskoelastischen Relaxations- prozessen (Platzwechselfvorgängen) erklärt werden. Die Veränderung zu zäherem Verhalten bei Überschreiten materialspezifischer Deformationsgeschwindigkei- ten ist indirekt ebenfalls auf bestimmte Molekularbewegungen zurückzuführen, die allerdings erst bei deutlich höheren Temperaturen wirksam werden können. Diese Temperaturen werden lokal durch eine adiabatische Erwärmung von Riß- spitzen (Fehlstellen) erreicht. Durch eine erhöhte Plastifizierung in diesen Bereichen können verstärkt Spannungskonzentrationen abgebaut werden, wodurch eine größere Beanspruchbarkeit und Dehnbarkeit des Materials ermöglicht wird. Durch diese adiabatischen Prozesse läßt sich das Bruchverhalten bei sehr hohen Deformationsgeschwindigkeiten mit der Moleküldynamik der Polymere kor- relieren.

Auch aus den Bruchbildern wird deutlich, daß bei kleinen bzw. sehr hohen Werten von $\dot{\epsilon}$ unterschiedliche Bruchmechanismen auftreten, wobei bei hohem $\dot{\epsilon}$ eine klare Tendenz zu größeren plastischen Deformationen zu erkennen ist. Weiterhin konnten in einer anderen Arbeit /4/ bei den sehr hohen Deforma- tionsgeschwindigkeiten, die bei einer unkontrollierten Rißausbreitung zur Messung der Rißzähigkeit K_{Ic} und der Energiefreisetzungsrates G_{Ic} auftreten, eindeutig starke plastische Deformationen (Arrestlinien) bei PE festgestellt werden. Diese wurden auf eine adiabatische Erwärmung der Rißspitze zurückge- führt. Dies und die Bruchbilder unterstützen die gegebene Interpretation der Bruchprozesse bei schnellen Deformationen.

In der Tieftemperaturtechnologie werden Polymere bevorzugt als Matrix in Faserverbunden eingesetzt. Für diese Werkstoffe benötigt man eine duktile Matrix, die in der Lage ist, thermische Vorspannungen bei der Abkühlung aus- zugleichen. Polycarbonat und Polysulfon sind wegen ihres nicht-linearen Ver- formungsverhaltens mit relativ hohen Werten der Bruchdehnung geeignete Kandi- daten. Häufig treten in der Tieftemperaturanwendung auch sehr schnelle Last- wechsel oder Stoßbelastungen auf. Die hier behandelten Experimente lieferten das erfreuliche Ergebnis, daß bei tiefen Temperaturen zumindest bestimmte Polymere auf stoßartige Belastungen eher zäher, nicht jedoch spröder reagie- ren.

8 Anhang

A: Platzwechseltheorie

Molekulare Umlagerungsvorgänge (Relaxationsprozesse) in Polymeren lassen sich theoretisch mit der Platzwechseltheorie /45/ erklären. In der Umgebung von Molekülen oder Molekülteilen stellt sich durch die einwirkenden Kräfte der Nachbarteile ein räumliches Potentialfeld ein. Existieren hierin freie mögliche Lagen, so können durch Wärmestöße Umlagerungen (Platzwechsel) von Molekülteilen eintreten. Das Potentialfeld wird dadurch ständig verändert. Für Platzwechsel steht nur die Energiedifferenz der Phononen (Träger der thermischen Energie) von Molekülteil zu Molekülteil zur Verfügung, die größer sein muß als die Potentialbarriere ΔU zwischen zwei Molekülteilen (Oszillatoren).

Für die Überwindung einer Potentialbarriere ist die Relaxationszeit τ erforderlich, die sich nach der Arrhenius-Beziehung berechnen läßt:

$$\tau = \frac{1}{2 \nu_0} \exp\left(\frac{\Delta U}{RT}\right) = \frac{1}{2f} \quad (\text{A.1})$$

$\nu_0 \approx 10^{13}$ Hz thermische Grundfrequenz

Da nicht alle Potentialbarrieren gleich groß sind, existiert eine Verteilung von Relaxationszeiten (s. Anhang B) für einen singulären Platzwechselprozeß.

Nach der Boltzmannschen Energieverteilung, mit der sich die Verteilung der Molekülteile auf freie, mögliche Lagen angeben läßt, wird die Unabhängigkeit der Molekülteile voneinander vorausgesetzt. Dies ist bei Polymeren, insbesondere bei tiefen Temperaturen, nicht erfüllt. Für $T < 10$ K ist die Phononenwellenlänge $\lambda_{\text{ph}}(T)$ größer als der mehrfache, atomare Gleichgewichtsabstand r_0 und es finden kollektive Schwingungen statt. Die Kopplung der Molekülteile innerhalb der Molekülkette ^{*)} wird durch einen Faktor $\lambda_{\text{ph}}/(2\pi r_0)$ berücksichtigt, der zu einer scheinbaren Erhöhung der Potentialbarriere führt. Die Relaxationszeit berechnet sich dann aus

$$\tau = \frac{1}{2\nu_0} \exp\left(\frac{\Delta U}{RT} \cdot \frac{\lambda_{\text{ph}}}{2\pi r_0}\right) \quad (\text{A.2})$$

^{*)} Etwas tiefergehendere Aussagen erhält man in einem Modell /46/, in dem die kooperative Wechselwirkung aller benachbarten Umlagerungspartner einbezogen wird (Kopplung im van der Waals-Potential).

Für die üblichen Potentialbarrieren ΔU von Seiten- oder Hauptkettenbewegungen reicht bei sehr tiefen Temperaturen die thermische Anregungsenergie für Platzwechsel nicht mehr aus. Die Molekülteile frieren auch in Ungleichgewichtslagen ein und Platzwechselprozesse sind nur noch durch quantenmechanische Tunnelprozesse möglich.

Die Potentialverteilung wird bei einer äußeren Beanspruchung gestört (Überlagerung externer Energie ΔE). Dadurch ändert sich auch die Platzwechselwahrscheinlichkeit W_p , wobei Umlagerungen bevorzugt in Richtung der äußeren Belastung auftreten.

$$W_p = \exp \left(- \frac{\Delta U - \Delta E}{RT} \right) \quad (\text{A.3})$$

(Die Relaxationszeit läßt sich nach Gl. (A.1) nur für $\Delta U \gg \Delta E$ berechnen)

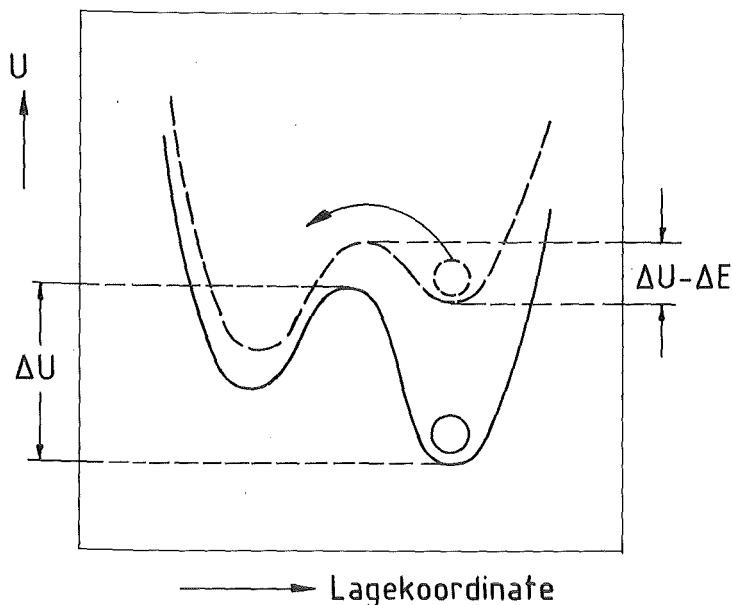


Abb. A.1:
Störung der Potentialverteilung

Die Platzwechseltheorie ist die Grundlage für alle Fließvorgänge. Die Gesamtzahl der für eine plastische Verformung notwendigen Umlagerungen ist stets minimal und verteilt sich auf das gesamte beanspruchte Gebiet. Die Platzwechselhäufigkeit hängt dabei von der Höhe und Verteilung der Potentialbarrieren und der lokalen Spannungsverteilung ab. Die durch die Platzwechsel dissipierte Energie verbleibt nach den Umlagerungen in Form von Wärmeschwingungen im Material. Molekulare Platzwechselvorgänge treten somit makroskopisch als innere Reibung in Erscheinung.

B: Linear-viskoelastisches Verhalten

Das Mikro-Verhalten der Platzwechselfvorgänge wird in einer makroskopischen Theorie der Viskoelastizität abstrahiert. Spezifische Materialgrößen oder Spektren dienen modellmäßig der Beschreibung des viskoelastischen Verhaltens bei verschiedenen Belastungsarten.

Bei viskoelastischem Deformationsverhalten sind Spannungen und Verformungen zeitabhängig. Neben linearen Zusammenhängen analog dem Hooke'schen Gesetz muß darüberhinaus das Boltzmannsche Superpositionsprinzip erfüllt sein, wonach die Summe der einwirkenden Spannungen die Summe der zu jeder einzelnen Spannung gehörigen Deformation zur Folge hat und umgekehrt. Da der Zeitpunkt der einwirkenden Spannung bzw. Deformation beliebig ist, kann damit der Einfluß der Vorgeschichte auf das mechanische Verhalten erfaßt werden.

Die durch die Platzwechsel auftretenden viskosen Komponenten werden vereinfacht durch das Newtonsche Fließgesetz der Hydrodynamik berücksichtigt, das lineare Abhängigkeiten der Scherspannungen von den Schergeschwindigkeiten liefert. Das Fließverhalten solcher ideal-viskoser Stoffe wird durch eine einzige Konstante, die dynamische oder Scherviskosität, beschrieben.

Das linear-viskoelastische Verhalten /8,47/ wird modellmäßig durch eine Kombination von ideal-elastischem (Hooke'sche Feder: $\sigma_1 = G \cdot \gamma_1$) und ideal-viskosem (Newtonscher Dämpfer: $\sigma_2 = \eta \cdot \dot{\gamma}_2$) Verhalten beschrieben. Die viskoelastischen Kenngrößen lassen sich für eine ruhende Beanspruchung anhand von zwei Grundversuchen ableiten. Im Spannungsrelaxationsversuch wird zur Zeit $t = 0$ spontan die Deformation γ_0 aufgebracht, zu deren Aufrechterhaltung eine Spannung notwendig ist, die mit der Zeit abfällt. Das dazugehörige Modell ist das Maxwell-Modell, eine Reihenschaltung von Feder und Dämpfer. Mit dem Voigt-Kelvin-Modell, der Parallelschaltung beider Elemente, läßt sich der Kriechversuch beschreiben, in dem bei $t = 0$ eine Spannung σ_0 aufgebracht und konstant gehalten wird. Beide Grundversuche können auf jede beliebige Beanspruchungsart angewendet werden. Im folgenden Beispiel wird eine einfache Scherbelastung betrachtet. Es gilt:

Spannungsrelaxation	Kriechen
$\gamma = \gamma_1 + \gamma_2 \quad , \quad \sigma = \sigma_1 = \sigma_2$	$\gamma = \gamma_1 = \gamma_2 \quad , \quad \sigma = \sigma_1 + \sigma_2$
$\sigma(t) = \gamma_0 \quad G(t) = \sigma_0 e^{-t/\tau}$	$\gamma(t) = \sigma_0 \quad J(t) = \gamma_0 (1 - e^{-t/\tau})$
$G(t) = G_0 e^{-t/\tau}$	$J(t) = J_0 (1 - e^{-t/\tau})$

$G_0, J_0 \dots$ Grenzwerte für $t \rightarrow 0$

mit $\tau = \eta/G$

$G(t)$ heißt Spannungsrelaxationsfunktion oder Schermodul, $J(t)$ Kriechfunktion oder Nachgiebigkeit. Kennt man eine dieser Funktionen, z.B. $G(t)$, im gesamten Zeitbereich, so läßt sich der gesamte Verlauf einer Spannung $\sigma(t)$ als Folge einer beliebigen Deformationsgeschichte $\gamma(t)$ vorhersagen. Dies wird ausgedrückt durch die mathematische Fassung des Superpositionsprinzipes:

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^t G(t-\xi) \dot{\gamma}(\xi) d\xi \quad (\text{B.7})$$

Es existiert eine duale Fassung, bei der eine Deformation Folge einer beliebigen Spannung ist. Analog dem Hooke'schen Gesetz läßt sich auch dieses Prinzip verallgemeinern, wenn man Isotropie, infinitesimale Deformationen sowie die Möglichkeit der Überlagerung verschiedener Beanspruchungsarten voraussetzt.

Weitere viskoelastische Kenngrößen sind durch den Schwingungsversuch definiert. Für einen sinusförmigen Schwingungsverlauf der Frequenz $\omega = 2\pi f$ stellt sich bei vorgegebener Deformation die zugehörige Spannung mit einer Phasenverschiebung δ ein. In komplexer Schreibweise erhält man:

$$\gamma^* = \gamma_0 e^{i\omega t} \quad (\text{B.8})$$

$$\sigma^* = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} \quad (\text{B.9})$$

Damit läßt sich ein komplexer Modul definieren:

$$G^* = \frac{\sigma^*}{\gamma^*} = |G^*| e^{i\delta} = G' + iG'' \quad (\text{B.10})$$

Der Realteil G' dieses Moduls heißt Speichermodul und ist ein Maß für die während einer Viertel-Schwingung elastisch gespeicherte Energie und der Imaginärteil G'' (Verlustmodul) für die dissipierte Energie. Das Verhältnis von dissipierter zu wiedergewinnbarer Energie während einer Viertel-Schwingung ist der Verlustfaktor $\tan \delta$:

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad (\text{B.11})$$

Das reale linear-viskoelastische Verhalten kann nur mit dem verallgemeinerten Maxwell- bzw. Voigt-Kelvin-Modell beschrieben werden, die sich aus Parallel- und Reihenschaltung unendlich vieler Einzelelemente ergeben. Jedes Einzelelement verkörpert dabei eine molekulare Umlagerung, die in einer gewissen Zeit τ_1 abläuft und mit einer gewissen Stärke zur Relaxation beiträgt.

Da die verschiedenen Umlagerungen nicht alle gleich schnell verlaufen, sondern die Relaxationszeiten der einzelnen Umlagerungen über große Zeitbereiche verschmiert sind, erhält man ein ganzes Spektrum von Relaxationszeiten. Jeder Relaxationsmechanismus besitzt ein solches Relaxationszeitenspektrum $H(\tau)$, das durch eine gewisse Schwerpunktszeit τ charakterisiert und temperaturabhängig ist. Umlagerungen, die in der Zeit τ ablaufen, tragen am stärksten zu einem Spannungsabbau bei. Ausgehend von den verallgemeinerten Modellen lassen sich alle viskoelastischen Kenngrößen durch das Relaxationsspektrum in integraler Form darstellen. Für den Schermodul gilt z.B.:

$$G(t) = G_{\infty} + \int_{-\infty}^{+\infty} H(\tau) e^{-t/\tau} d(\ln \tau) \quad (\text{B.12})$$

Da die Kenngrößen nur in einem begrenzten Bereich von t bzw. ω bekannt sind, lassen sich die Integrale nicht exakt lösen. Die phänomenologische Theorie kann jedoch mit Hilfe von Näherungslösungen überprüft werden:

$$H(\tau) \approx - \frac{d G(t)}{d (\ln t)} \Big|_{t=\tau} = - G(t) \frac{d(\log G(t))}{d(\log t)} \Big|_{t=\tau} \quad (\text{B.13})$$

$$H(\tau) \approx \frac{2}{\pi} \cdot G''(\omega) \Big|_{\omega=1/\tau} \quad (\text{B.14})$$

$$G(t) \approx G'(\omega) \Big|_{\omega=1/\tau} \quad (\text{B.15})$$

((B.15) gilt nur in ausreichender Entfernung von Dispersionsgebieten).

- Umrechnung von sinusförmiger Anregung im Torsionsversuch in Dreiecksbelastung im Zugversuch

Das Relaxationsspektrum kommt im Verlustfaktor $\tan \delta$ zum Ausdruck. Dieser wird im Torsionsversuch bei sinusförmiger Anregung mit einer Frequenz $f \approx 10$ Hz gemessen. Die Belastung in einem Zugversuch erfolgt jedoch rampen- oder dreiecksartig. Der Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ in diesem Experiment ist nun eine Frequenz zuzuordnen, mit der sich nach der Arrhenius-Beziehung die entsprechende Temperatur T_{β} des sekundären Maximums im Dämpfungsspektrum bestimmen läßt.

Bei sinusförmiger Belastung ist $\dot{\epsilon}$ zeitabhängig, bei dreiecksförmiger dagegen ist $\dot{\epsilon} = \text{konst.}$ Die Fourierdarstellung (B.16) einer solchen dreiecksförmigen Belastung läßt mehrere, diskrete Frequenzen erkennen:

$$\epsilon(t) = \frac{8 \epsilon_0}{\pi^2} \left[\frac{1}{12} \sin \omega t - \frac{1}{32} \sin 3 \omega t + \frac{1}{52} \sin 5 \omega t - \dots \right] \quad (\text{B.16})$$

Dem Zugversuch entspricht ein Bereich $\omega t < \pi/2$. Die Amplitude sei ϵ_0 . Aus Gl. (B.16) ist ersichtlich, daß die Glieder der höheren Frequenzen neben dem ersten Glied, der Grundfrequenz, mit wesentlich geringeren Amplituden beteiligt sind. Deshalb wird näherungsweise nur die Grundfrequenz ω betrachtet. Danach gilt bei einer Bruchzeit t_B , die einem Viertel einer Wellenlänge entspricht, und einer Amplitude $\epsilon_0 = \epsilon_B$:

$$\omega = \frac{2\pi}{4t_B} = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{1}{t_B} = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{\dot{\epsilon}}{\epsilon_B} \quad (\text{B.17})$$

bzw. mit $\omega = 2\pi f$:

$$f = \frac{1}{4} \cdot \frac{\dot{\epsilon}}{\epsilon_B} = \frac{1}{4t_B} \quad (\text{B.18})$$

Die kürzesten Bruchzeiten ($t_B \approx 0.15 \text{ ms}$) entsprechen einer Frequenz von $f = 1670 \text{ Hz}$, die längsten ($t_B \approx 2.1 \text{ ms}$) $f = 0.12 \text{ Hz}$. Die Temperaturen der Dämpfungsmaxima wurden nach Gl. (2.2) für diese Frequenzen berechnet und sind in Tab. 4.1 aufgeführt.

Die Frequenz von ca. 10 Hz im Torsionsversuch entspräche bei einer Bruchzeit von 25 ms einer Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon} \approx 2.5 \text{ s}^{-1}$, während sich für das Experiment bei $f = 1670 \text{ Hz}$ ein $\dot{\epsilon} \approx 580 \text{ s}^{-1}$ und bei $f = 0.12 \text{ Hz}$ ein $\dot{\epsilon} \approx 0.04 \text{ s}^{-1}$ ergibt.

C: Grundzüge der Bruchmechanik

Das Konzept der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) basiert auf der Darstellung des Verhaltens eines einzelnen Risses in einem ideal-elastischen, isotropen Material. Eine Erweiterung stellt das linear-elastische Konzept mit Kleinbereichsfließen dar, das plastische Deformationen vor der Rißspitze einschließt, wenn der Bereich dieser Deformationen klein ist gegen die Rißlänge und die Bauteil- bzw. Probenabmessungen. Größere plastische Verformungen vor dem Bruch werden schließlich mit Hilfe der Fließbruchmechanik (FBM) erfaßt. Die Anwendung der Bruchmechanik auf Hochpolymere ist in der Literatur ausführlich abgehandelt /48 bis 51/. Zur Bruchmechanik allgemein existiert ein umfangreiches Literaturangebot /52 bis 55/.

Das Konzept der linear-elastischen Bruchmechanik geht von der Spannungsverteilung an der Rißspitze auf der Grundlage der Elastizitätstheorie aus und ist im Grunde eine Erweiterung der Kerbspannungslehre /56/. In der Praxis treten an einem Riß meistens komplizierte Spannungsverhältnisse auf, die sich durch Überlagerung von drei einfachen Beanspruchungsfällen beschreiben lassen.

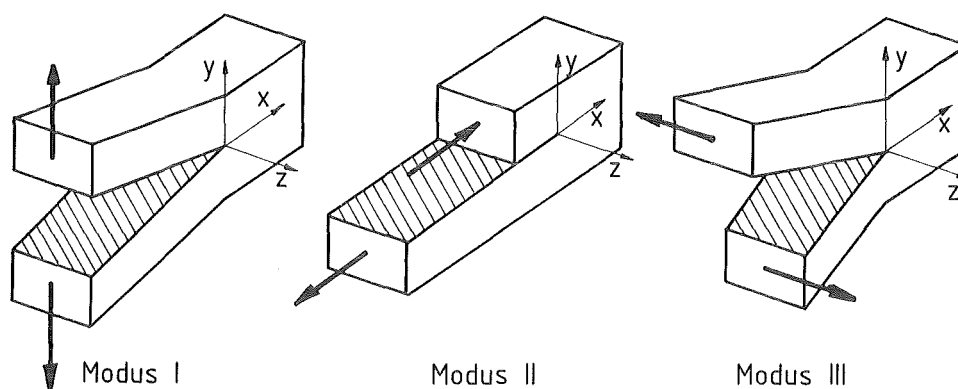


Abb. C.1: Schematische Darstellung der drei grundlegenden Beanspruchungsarten eines Risses

Die elastizitätstheoretische Behandlung ist für die drei Moden ähnlich, wobei sich mit Hilfe komplexer Spannungsfunktionen /54/ die Spannungen und Verschiebungen am Riß berechnen lassen.

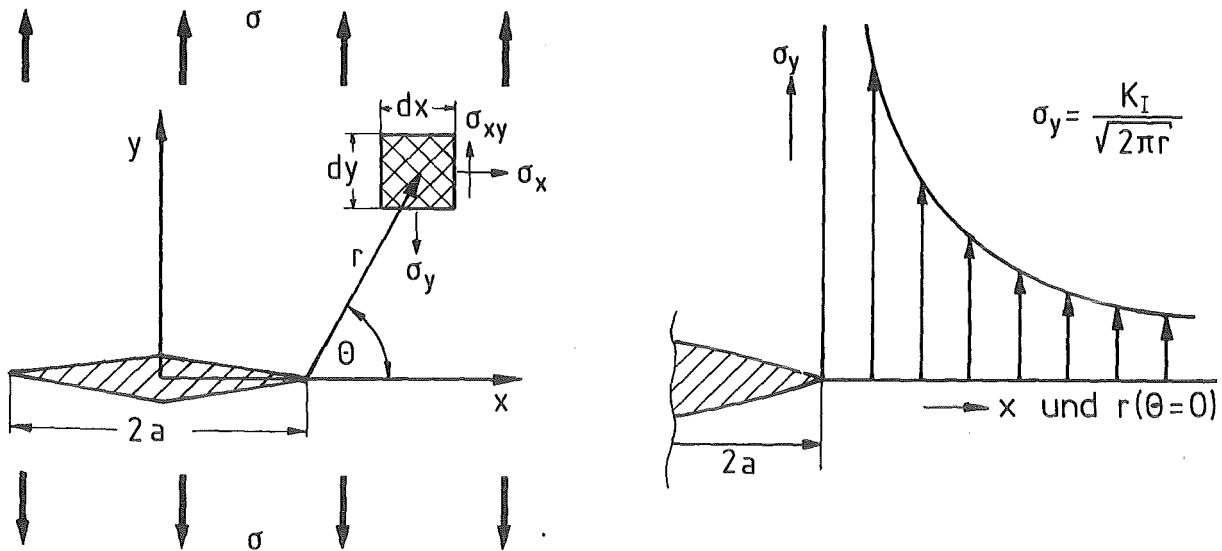


Abb. C.2: a) Koordinatensysteme am Riß
 α) kartesische Koordinaten
 in der Rißmitte
 β) Zylinderkoordinaten an
 der Rißspitze

b) elastische Spannung σ_y im
 Rißligament.

Für die Praxis hat Modus I die größte Bedeutung. Abb. C.2a zeigt die Projektion eines in z-Richtung durchgehenden, scharfen Risses (Kerbradius $\rho \rightarrow 0$) in einer in x- und y-Richtung unendlich ausgedehnten Platte endlicher Dicke d in die z-Ebene eines kartesischen Koordinatensystems. Die Platte wird im Unendlichen mit einer Spannung σ belastet. Ein infinitesimales Volumenelement $dx dy dz$ in der Lage r, θ, z (Zylinderkoordinaten) vor der Rißspitze erfährt Normal- (σ_x, σ_y) und Scherspannungen (τ_{xy}), die von der äußeren Belastung abhängig sind. Für die unmittelbare Umgebung der Rißspitze ($0 < r \ll a$) gelten die Beziehungen (S. 9 in /54/)

$$\sigma_x = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \quad (C.1a)$$

$$\sigma_y = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \quad (C.1b)$$

$$\tau_{xy} = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \quad (C.1c)$$

Für den ebenen Spannungszustand (ESZ) an der Plattenoberfläche oder in sehr dünnen Platten ist die Normalspannungskomponente $\sigma_z = 0$. Beim ebenen Dehnungszustand (EDZ) in der Mitte dicker Proben oder im unendlich ausgedehnten Körper tritt wegen der Verformungsbehinderung in z-Richtung die Komponente σ_z auf:

$$\sigma_z = \nu (\sigma_x + \sigma_y) \quad (C.2)$$

ν ... Poissonverhältnis

Entsprechende Beziehungen lassen sich für die Verschiebungen u , v und w herleiten /52,54/, wobei sich eine Abhängigkeit von \sqrt{r} ergibt. Abb. C.2b zeigt die Verteilung der elastischen Spannung σ_y vor der Rispsitze (r) im Rispligament ($\Theta = 0$). Es gilt:

$$\sigma_y = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \quad (C.3)$$

Die Abhängigkeit von $1/\sqrt{r}$ führt an der Rispsitze ($r = 0$) zu einer mathematischen Singularität, d.h. es treten theoretisch unendlich hohe Spannungen auf. Diese Singularität wird durch die Einführung des Spannungintensitätsfaktors K_I erfaßt (Modus I-Belastung):

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi \cdot a} \quad (C.4)$$

Die Gleichungen (C.1) lassen sich damit in allgemeiner Form schreiben:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{ij}(\Theta) \quad (C.5)$$

Mathematisch kann K_I als Stärke der $1/\sqrt{r}$ -Singularität aufgefaßt werden, physikalisch beschreibt K_I vollständig die Art (Modus I) und Intensität der elastischen Spannungsverteilung im Nahfeld der Rispsitze. In der Praxis treten an der Rispsitze keine unendlich hohen Spannungen auf. Vielmehr wird die Spannung σ_y durch die Ausbildung plastischer Zonen auf einen endlichen Wert beschränkt.

Liegen endliche Probenabmessungen auch in x- und y-Richtung vor, so gilt für K_I die Beziehung:

$$K_I = \sigma \sqrt{a} \cdot Y \quad (C.6)$$

Darin ist σ die aufgebrachte Spannung (Fernfeldspannung), a die halbe Rißlänge und Y ein Korrekturfaktor, der den Einfluß der Geometrie erfaßt. Der Spannungszustand in Rißnähe hängt über den Spannungsintensitätsfaktor K_I somit von der äußeren Belastung und der Bauteil- und Rißgeometrie ab. K_I läßt sich sowohl theoretisch als auch experimentell bestimmen.

Als Bruchkriterium wird in der Bruchmechanik z.B. das Erreichen eines kritischen Wertes des Spannungsintensitätsfaktors, K_{Ic} , definiert. Damit läßt sich der Beginn einer instabilen Rißausbreitung eines zunächst ruhenden Risses vorhersagen. Bei bekannter äußerer Last kann man demzufolge eine kritische Fehlstellengröße, a_c , bzw. bei bekannter Fehlstellengröße eine kritische Spannung, σ_c , angeben, die Ursache eines Bruches sind. Für K_{Ic} ergibt sich eine Abhängigkeit vom Spannungszustand (Abb. C.3) und damit von der Probendicke.

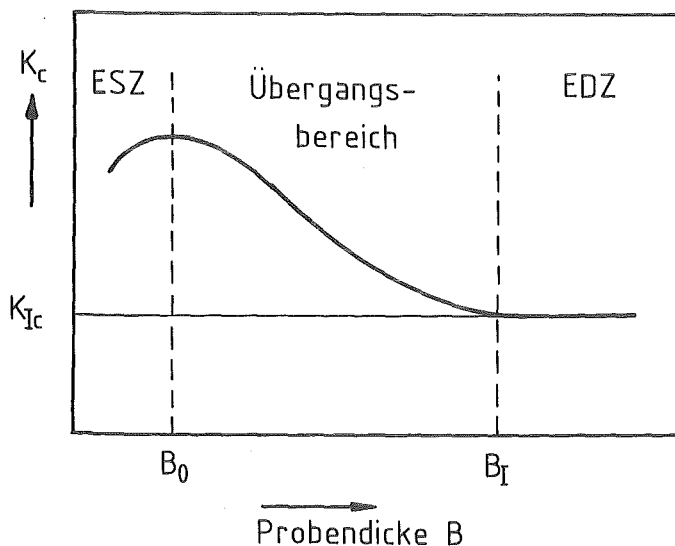


Abb. C.3:
Abhängigkeit von K_{Ic} von
der Probendicke

Für den ebenen Dehnungszustand (EDZ), der im Inneren von dicken Bauteilen oder Proben vorliegt, ergeben sich kleinere K_{Ic} -Werte als für den ebenen Spannungszustand (ESZ), der an der Oberfläche oder in sehr dünnen Proben vorherrscht. Der kritische Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} des EDZ beschreibt also den gefährlichsten Beanspruchungsfall. Er wird als Bruch- oder Rißzähigkeit bezeichnet und stellt eine Werkstoffkenngröße dar.

Neben der Spannungskonzentration an der Rißspitze kann die Gefährlichkeit eines Risses auch durch die Konzentration an elastischer Energie nahe der Rißspitze charakterisiert werden. Man geht dabei von den grundlegenden Be-

trachtungen von Griffith (s. z.B. S. 121 in /52/) für ideal spröde Körper aus. Zur Vergrößerung eines vorhandenen Risses ist Energie notwendig, die entweder von einer Arbeit leistenden äußeren Kraft F oder durch die Freisetzung von Verformungsenergie W_{el} angeliefert wird, die im elastischen Spannungsfeld vor der Rißspitze gespeichert ist. Man bezeichnet die Energie, die aus diesem elastisch gespeicherten Energievorrat des deformierten Materials zum Wachstum eines Risses um die Flächeneinheit A der Bruchfläche verbraucht wird als spezifische Bruchenergie oder als Energiefreisetzungsrates G . Es gilt:

$$G = - \frac{\partial W_{el}}{\partial A} \quad (C.7)$$

Für ideal spröde Materialien wird sie allein in Oberflächenenergie umgewandelt. Es läßt sich zeigen (z.B. S. 115-119 in /54/), daß die Energiefreisetzungsrates bei Versuchen mit konstant gehaltener Probenlänge, konstant gehaltener Kraft oder überlagerten Bedingungen stets den gleichen Wert besitzt. Man kann zwischen G und dem Spannungszustand an der Rißspitze, K , einen Zusammenhang angeben, der für ein linear-elastisches Material bis zum Bruch Gültigkeit besitzt. Für Modus I- Belastungen erhält man:

$$G_I = \frac{K_I^2}{E'} \quad \text{EDZ} \quad (C.8)$$

$$G_I = \frac{K_I^2}{E'} (1-\nu^2) \quad \text{ESZ} \quad (C.8)$$

Als Kriterium für den Bruch, mit dem sich wiederum der Beginn instabiler Rißausbreitung vorhersagen läßt, gilt auch hier das Erreichen und Überschreiten eines kritischen Wertes, der kritischen Energiefreisetzungsrates G_{Ic} .

In der Praxis können unendlich hohe Spannungen (Abb. C.2) vor der Rißspitze nicht auftreten. Selbst bei makroskopisch sprödem Bruchverhalten führen die Spannungsüberhöhungen zu mehr oder weniger starken plastischen Deformationen an der Rißspitze. Die Ausbildung plastischer Zonen verbraucht Energie und die einfache Energiebilanz (C.7) muß erweitert werden /51/. Die Energie, die für die Rißausbreitung zur Verfügung steht, kann neben der aufgrund der äußeren

Belastung elastisch gespeicherten Energie noch durch die elastische Energie, die von Eigenspannungen (z.B. thermische) herrührt (W_i), oder als chemische Energie vorhanden sein (W_{ch}), wenn z.B. durch umgebende Medien chemische Reaktionen ablaufen. All diese Energieanteile werden beim Rißfortschritt nicht nur in Oberflächenenergie (α), sondern vor allem in plastische Deformationsenergie (W_{pl}) aber auch in chemische und in kinetische Energie (W_{kin}) umgesetzt. Eine erweiterte Energiebilanz kann folgendermaßen formuliert werden:

$$G + \frac{\partial W_i}{\partial A} + \frac{\partial W_{ch}}{\partial A} + \dots = 2\alpha + \frac{\partial W_{pl}}{\partial A} + \frac{\partial W_{kin}}{\partial A} + \dots \quad (C.9)$$

Diese Gleichung läßt sich in die einfache Form

$$G = R \quad (C.10)$$

fassen, wobei R als Rißwiderstand bezeichnet wird und ein Maß für den Widerstand eines Materials gegen eine Rißausbreitung darstellt. R ist somit die Summe aller Energieanteile, in die die gespeicherte elastische Energie G beim Rißfortschritt umgesetzt wird. Durch die Ermittlung sogenannter Rißwiderstandskurven $R=R(a)$ (Abb. C.4) läßt sich G bestimmen (z.B. /53/). Als Kriterium für die instabile Rißausbreitung muß folgende Bedingung erfüllt sein:

$$G > R \quad (C.11)$$

und

$$\frac{\partial G}{\partial a} \geq \frac{\partial R}{\partial a} \quad (C.12)$$

Für den unterkritischen Bereich der stabilen Rißausbreitung muß neben (C.11) gelten:

$$\frac{\partial R}{\partial a} > \frac{\partial G}{\partial a} \quad (C.13)$$

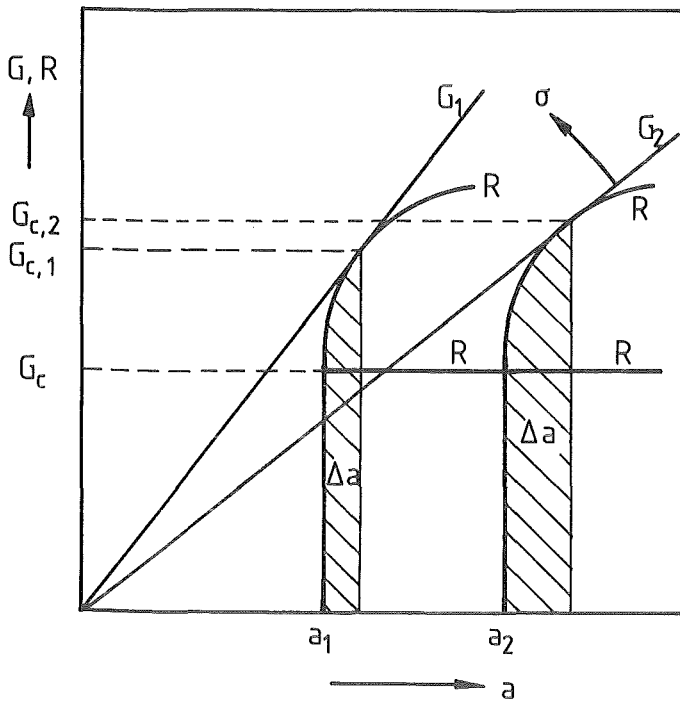


Abb. C.4:
 Rißwiderstandskurve (stabile
 Rißausbreitung im schraffierten
 Bereich)

Bei ideal-sprödem Verhalten, bei dem das Material der Rißausbreitung sofort den gesamten, konstanten Widerstand entgegensetzt, wird der Riß bei Erreichen eines kritischen G_c -Wertes schlagartig instabil. In diesem Fall ist G_c unabhängig von der Ausgangsrißlänge.

Tritt plastisches Fließen an der Rißspitze auf, so nimmt der Rißwiderstand erst allmählich und asymptotisch einen bestimmten Grenzwert an. Der Widerstand des Materials wird mit zunehmender Ausbildung der plastischen Zone größer. Nimmt man an, daß die R-Kurven für verschiedene Rißlängen die gleiche Form haben, so erkennt man, daß bei unterschiedlicher Ausgangsrißlänge der Instabilitätspunkt bei verschiedenen G_c -Werten liegt:

$$G_c(a_1) < G_c(a_2) \tag{C.14}$$

D: Fehlerabschätzung

- Bruchspannung

Die Genauigkeit der Bestimmung der Bruchspannung σ_B hängt ab von der Auswertgenauigkeit des aufgezeichneten Kraft-Zeitdiagrammes hinsichtlich der Bruchkraft F_B und von der Herstellungsgenauigkeit der Probenabmessungen (A_0). Der Fehler in der Bruchspannung errechnet sich aus

$$\Delta \sigma = \sqrt{\left(\frac{\partial \sigma}{\partial F_B} \Delta F_B\right)^2 + \left(\frac{\partial \sigma}{\partial A_0} \Delta A_0\right)^2} = \sigma \sqrt{\left(\frac{\Delta F_B}{F_B}\right)^2 + \left(\frac{\Delta A_0}{A_0}\right)^2} \quad (\text{D.1})$$

$$\text{bzw.} \quad \frac{\Delta \sigma}{\sigma} = \sqrt{\left(\frac{\Delta F_B}{F_B}\right)^2 + \left(\frac{\Delta A_0}{A_0}\right)^2} \quad (\text{D.2})$$

Die Herstellungsgenauigkeit der Proben auf NC-gesteuerten Maschinen beträgt maximal ca. ± 0.05 mm. Dies gibt bei den Proben mit dem kleinsten Querschnitt ($A_0 = 9 \text{ mm}^2$) den größten, relativen Fehler

$$\Delta A_0 / A_0 < 5 \% \quad (\text{sonst } \Delta A_0 / A_0 < 3 \%)$$

Die Bruchkraft läßt sich aus dem Kraft-Zeitdiagramm bei kleinen und mittleren $\dot{\epsilon}$ stets viel genauer bestimmen als bei den maximalen $\dot{\epsilon}$. Es gilt:

$$\Delta F_B / F_B (\dot{\epsilon} \text{ klein bis mittel}) < 2 \% \quad ; \quad \Delta F_B / F_B (\dot{\epsilon}_{\max}) < 6 \%$$

Somit ergibt sich nach Gl. (D.2) ein relativer Fehler für die Bruchspannung von

$$\Delta \sigma_B / \sigma_B (\dot{\epsilon} \text{ klein bis mittel}) < 4 \%$$

$$\Delta \sigma_B / \sigma_B (\dot{\epsilon}_{\max}) < 8 \%$$

- Bruchdehnung

Für die Meßgenauigkeit der Bruchdehnung $\epsilon_B = v_A \cdot t_B / l_0^*$ sind die Genauigkeiten in der Bestimmung der Abzugsgeschwindigkeit v_A , der Bruchzeit t_B und der scheinbaren Meßlänge l_0^* entscheidend.

$$\text{Für } v_A \text{ gilt allgemein: } \Delta v_A / v_A < 3 \%$$

Die Bruchzeit läßt sich ähnlich der Bruchkraft bei kleinen und mittleren $\dot{\epsilon}$ aus dem Kraft-Zeitdiagramm genauer ermitteln als bei $\dot{\epsilon}_{\max}$. Es gilt:

$$\Delta t_B / t_B (\dot{\epsilon} \text{ klein bis mittel}) < 3 \% ; \quad \Delta t_B / t_B (\dot{\epsilon}_{\max}) < 6 \%$$

Die scheinbare Meßlänge kann nur mit einer Genauigkeit von ca. ± 1.5 mm bestimmt werden. Dieser Fehler ergibt sich aus der Ablesegenauigkeit der Rasterlinien oder Markierungsstreifen im Auswertegerät und der Streuung der Eichkurven bei verschiedenen Geschwindigkeiten. Diese Genauigkeit in der Bestimmung von l_0^* wirkt sich bei den kürzesten Proben (für $\dot{\epsilon}_{\max}$) am stärksten aus. Man erhält:

$$\Delta l_0^* / l_0^* < 10 \% \quad (\text{sonst } \Delta l_0^* / l_0^* < 6 \%)$$

Damit ergibt sich aus einer Gl. (D.2) analogen Gleichung für den relativen Fehler der Bruchdehnung:

$$\Delta \epsilon_B / \epsilon_B (\dot{\epsilon} \text{ klein bis mittel}) < 8 \%$$

$$\Delta \epsilon_B / \epsilon_B (\dot{\epsilon}_{\max}) < 12 \%$$

9 Literaturverzeichnis

- /1/ J. Heijboer
Dynamic Mechanical Properties and Impact Strength
J. Polym. Sci., Part C, No. 16 , 1968, pp. 3755-3763
- /2/ A.G. Atkins, C.S. Lee, R.M. Cadell
Time-temperature Dependent Fracture Toughness of PMMA
J. Mat. Sci., 10, 1975, pp. 1381-1393
- /3/ F.A. Johnson, J.C. Radon
Molecular Kinetics and the Fracture of PMMA
Eng. Fract. Mech., Vol. 4, 1972, pp. 555-576
- /4/ B. Kneifel
Low Temperature Fracture Measurements on Polyethylene in Comparison
with Epoxide Resins
in "Nonmetallic Materials and Composites at Low Temperatures - 2 ",
G. Hartwig and D. Evans, eds., Plenum Press, New York (1982),
pp. 125-138
- /5/ T.F. Schatzki
J. Polym. Sci., 57, 1962, pp.496
- /6/ T.F. Schatzki
Meeting of Am. Chem. Soc., Div. Polym. Chem., Atlantic City, September
1965, Polymer Reprints, 6, 646
- /7/ J.D. Ferry
Viscoelastic Properties of Polymers, 2. Aufl.,
New York - London - Sydney - Toronto, John Wiley & Sons 1970
- /8/ F.R. Schwarzl, A.J. Staverman
Linear Deformation Behaviour of High Polymers
in "Die Physik der Hochpolymeren IV", H.A. Stuart, ed.,
Springer-Verlag, Berlin - Göttingen - Heidelberg , 1956, pp. 1-95

- /9/ W. Döll
Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik, Freiburg
Private Mitteilungen
- /10/ R.P. Kambour
Stress-Strain Behaviour of the Craze
Polm. Eng. Sci., Oct. 1968, Vol. 8, No. 4, pp. 281-289
- /11/ A. Engelter, F.H. Müller
Thermische Effekte bei mechanischer Deformation, insbesondere von
Hochpolymeren
Kolloid-Zeitschrift, 157, 1958, 2, pp. 89-111
- /12/ F.A. Mc Clintock, G.R. Irwin
ASTM STP 381, 1965, p. 84
- /13/ D.S. Dugdale
Yielding of Steel Sheets Containing Slits
J. Mech. Phys. Sol., 1960, Vol. 8, pp. 100-104
- /14/ Wen-Chou V. Wang, E.J. Kramer
A Distributed Dislocation Stress Analysis for Crazes and Plastic
Zones at Crack Tips
J. Mat. Sci., 17, 1982, pp. 2013-2026
- /15/ A.M. Donald, E.J. Kramer
Plane Stress Deformation Zones at Crack Tips in Polycarbonate
J. Mat. Sci., 16, 1981, pp. 2967-2976
- /16/ A.M. Donald, E.J. Kramer
Micromechanics and Kinetics of Deformation Zones at Crack Tips in
Polycarbonate
J. Mat. Sci., 16, 1981, pp. 2977-2987
- /17/ G.I. Barenblatt
The Mathematical Theorie of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture
Adv. Appl. Mech., 7, 1962, pp. 55-129

- /18/ A.N. Gent
Hypothetical Mechanism of Crazeing in Glassy Plastics
J. Mat. Sci., 5, 1970, pp. 925-932
- /19/ A.S. Argon
Physical Basis of Distortional and Dilational Plastic Flow in Glassy Polymers
J. Macromol. Sci. - Phys., B 8 (3-4), 1973, pp. 573-596
- /20/ A.S. Argon, M. Salama
The Mechanism of Fracture in Glassy Materials Capable of Some Inelastic Deformation
Mat. Sci. Eng., 23, 1976, pp. 219-230
- /21/ H.H. Kausch
Energetische Überlegungen zur Rißfortpflanzung in Thermoplasten
Kunststoffe, 66, 1976, 9, pp. 538-544
- /22/ G. Menges
Das Verhalten von Kunststoffen unter Dehnung, Teil 1: Phänomenologie der Rißerscheinungen
Kunststoffe, 63, 1973, 2, pp. 95-100
- /23/ G. Menges
Das Verhalten von Kunststoffen unter Dehnung, Teil 2: Deutung der kritischen Dehnung und Verhalten der Kunststoffe bei überkritischer Dehnung
Kunststoffe, 63, 1973, 3, pp. 173-177
- /24/ S.S. Sternstein, L. Ongchin, A. Silverman
Inhomogeneous Deformation and Yielding of Glasslike High Polymers
Appl. Polym. Symposia, No. 7, 1968, pp. 175-199
- /25/ W. Döll
Optical Interference Measurements and Fracture Mechanics Analysis of Crack Tip Craze Zones
in "Advances in Polymer Science 52/53", H.H. Kausch, ed., Springer-Verlag 1983, pp. 105-168

- /26/ R.P. Kambour
A Review of Crazing and Fracture in Thermoplastics
GEC Techn. Infor. Ser., No. 72 CRD 285, Oct 1972
- /27/ J. Opfermann
Untersuchung zur Fließzonenbildung und zum Bruch von amorphen
Plastomeren
Dissertation, RWTH Aachen 1978
- /28/ H.H. Kausch
Advances in Polymer Science 52/53
Springer-Verlag 1983, Berlin - Heidelberg - Göttingen
- /29/ S. Rabinowitz, P. Beardmore
Craze Formation and Fracture in Glassy Polymers
CRC Crit. Rev. in Macromol. Sci., Bd. 1, 1972, pp. 1-45
- /30/ P. Beardmore, S. Rabinowitz
Low Temperature Crazing in Amorphous Polymers
J. Mat. Sci. Letters, 6, 1971, pp. 80-86
- /31/ R. Schirrer, C. Goett
Phenomenological Study of a Single Craze Propagating in Several
Glassy Polymers over a Wide Range of Temperatures
J. Mat. Sci., 16, 1981, pp. 2563-2570
- /32/ R. Schirrer, C. Goett
The Young's Modulus of the Craze in PMMA
J. Mat. Sci. Letters, 1, 1982, pp. 355-357
- /33/ R.R. Ravetti, W.W. Gerberich, T.E. Hutchinson
Toughness, Fracture Markings and Losses in Bisphenol A- Polycarbonate
at High Strain Rate
J. Mat. Sci., 10, 1975, pp. 1441-1448

- /34/ G. Schwarz
Korrelation von mechanischen und dielektrischen Verlusten in Hochpolymeren von 5 K bis Raumtemperatur
Diplomarbeit Karlsruhe 1983 (ITP, Kernforschungszentrum)
- /35/ F.R. Schwarzl
Werkstoffkunde der Kunststoffe II
Skriptum zu einer Vorlesung, Erlangen 1982
Institut für Werkstoffwissenschaften V
- /36/ ASTM D 1708 - 66 (1970) Part 35
- /37/ R.D. Spangler
Basic Design Features of a Nonimpacting, Pneumatically Driven, Hydraulically Damped High Speed Tester
J. Appl. Polym. Sci., Vol VI, No. 21, 1962, pp. 264-268
- /38/ H. Grimminger
Basic Problems Involved in the Testing of Materials under Destructive Ultimate Loads at High Strain Rates
Appl. Polym. Symposia, No. 1, 1965, pp. 13-41
- /39/ K. Pöhlmann, A. Heneka
unveröffentlichter Bericht, KfK 1984
- /40/ Y. Imai, N. Brown
The Effect of Strain Rate on Craze Yielding, Shear Yielding and Brittle Fracture of Polymers at 77 K
J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed., 14, 1976, 4, pp. 723-739
- /41/ J.R. Kastelic, E. Baer
Crazing, Yielding and Fracture in Polycarbonate and Polyethylene Terephthalate at Low Temperatures
J. Macromol. Sci. - Phys., B 7, 1973, pp. 679-703

- /42/ N. Brown, I.M. Ward
The Influence of Morphology and Molecular Weight on Ductile-Brittle
Transitions in Linear Polyethylene
J. Mat. Sci., 18, 1983, pp. 1405-1420
- /43/ G. Hartwig, B. Kneifel
Kernforschungszentrum, Karlsruhe
Private Mitteilungen
- /44/ G. Hartwig
Kunststoffe bei tiefen Temperaturen
in "Tieftemperaturtechnologie", F.X. Eder, ed.,
VDI Verlag, Düsseldorf 1981, pp. 139-183
- /45/ W. Holzmüller, K. Altenburg
Physik der Kunststoffe
Akademie Verlag, Berlin 1961
- /46/ R. Bonart, A.J. Owen, J. Paulus
Elementarerweichung in amorphen Polymeren
Coll. & Polym. Sci., 263, 1985, pp. 435-442
- /47/ H. Oberst
Viskoelastisches Verhalten bei ruhender und dynamischer Beanspruchung
in "Konstruieren mit Kunststoffen", G. Schreyer, ed.,
Carl Hanser Verlag, München 1972, pp. 349-414
- /48/ H.H. Kausch
Polymer Fracture
Springer Verlag 1978
- /49/ R.W. Hertzberg
Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials
John Wiley & Sons 1976
- /50/ J.G. Williams
Application of Linear Fracture Mechanics
in "Advances in Polymer Science 27", 1978, pp. 67-120

- /51/ F. Kerkhof
Anwendung der Bruchmechanik auf Hochpolymere
Coll. & Polym. Sci., 251, 1973, 8, pp. 545-553
- /52/ H.G. Hahn
Bruchmechanik
Teubner Verlag, Stuttgart 1976
- /53/ H. Blumenauer, G. Pusch
Technische Bruchmechanik
VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1982
- /54/ D. Broek
Elementary Engineering Fracture Mechanics
Martinus Nijhoff Publishers, The Hague - Boston - London 1982
- /55/ G.R. Irwin
Fracture
in "Handbuch der Physik", S. Flügge, ed.,
Springer Verlag 1958, p. 551
- /56/ H. Neuber
Kerbspannungslehre
Springer Verlag 1958