KfK 4487 Januar 1989

# Mechanische Eigenschaften von kohlenstoffaserverstärkten Thermoplasten für die Anwendung in der Tieftemperaturtechnologie

K. Ahlborn Institut für Material- und Festkörperforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

#### KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 4487

# MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN VON KOHLENSTOFFASERVERSTÄRKTEN THERMOPLASTEN FÜR DIE ANWENDUNG IN DER TIEFTEMPERATURTECHNOLOGIE\*

K. AHLBORN

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

#### ABSTRACT

Kohlenstoffaserverstärkte Kunststoffe (CFK) zeichnen sich durch eine hohe spezifische Steifigkeit und ein exzellentes Dauerschwingverhalten aus. Dabei erweist sich die Matrix wegen ihrer geringen Festigkeit als eine Schwachstelle des Verbundes. Sie wird durch thermische Zugdehnungen vorbelastet und versprödet bei tiefen Temperaturen. Zähe thermoplastische Polymere besitzen bei tiefen Temperaturen größere Bruchdehnungen als die herkömmlich verwendeten Epoxide. In der vorliegenden Arbeit soll geprüft werden, ob CFK-Verbunde mit zäher Matrix bei tiefen Temperaturen verbesserte mechanische Eigenschaften besitzen. Die Eigenschaften von zwei kohlenstoffaserverstärkten Thermoplasten (PEEK und PC) wurden in Zugversuchen, in Biegeversuchen und in Dauerschwingversuchen bei 293K, 77K und 5K bestimmt. Allgemein wird eine Zunahme der Verbundsteifigkeit und der Verbundfestigkeit bei tiefen Temperaturen gefunden. In Kreuzverbunden treten bei tiefen Temperaturen bereits bei einer Verbunddehnung unter 0,2% Querrisse in der Matrix oder den Faser-Matrix-Grenzflächen auf. Die Bildung und die Ansammlung der Querrisse hängt ab von den thermischen Vordehnungen, der Faser-Matrix-Haftung und der Dicke der Verbundschichten. Produktionsbedingte Fehler der Faserausrichtung verringern die Zugschwellfestigkeit auf weniger als 50% der statischen Festigkeit. Für eine Verbesserung des Dauerschwingverhaltens müssen Verbunde mit einer homogeneren Faseranordnung hergestellt werden.

Mechanical Properties of Carbon Fibre Reinforced Thermoplastics for Cryogenic Applications

The high specific strength, the high specific stiffness and the excellent fatigue behaviour favours carbon fibre reinforced plastics (CFRP) as a supplement to metals for low temperature applications. The weakest link in the composite is the polymeric matrix, which is preloaded by thermal tensile strains and becomes brittle at low temperatures. Tough thermoplastic polymers show a higher cryogenic fracture strain than commonly used epoxy-matrix systems. Two carbon fibre reinforced tough thermoplastics (PEEK, PC) were tested at 293K, 77K and 5K by tensile, bending and fatigue loading. It has been found, that the toughness of the matrices generally improves the static strength at low temperatures. In bidirectionally reinforced thermoplastics, transversal cracks appear in the matrix or in the boundary layer at composite strains below 0,2%, originated by the thermal preloading. The formation and development of the cracks depend on the fibrematrix-bond and on the thickness of the composite layers. Fibre-misalignment results in a poor tension-tension fatigue endurance limit of less than 50 percent of the static strength. Further developments in the manufacturing process are necessary to improve the homogenity of the composite structure in order to increase the long term fatigue behaviour.

INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung	1
1.1	Fasereigenschaften	2
1.2	Matrixeigenschaften	3
1.3	Faser-Matrix-Haftung	3
1.4	Mechanische Eigenschaften faserverstärkter Kunststoffe bei tiefen Temperaturen	4
1.5	Ziel der Arbeit	5
2	Theoretische Grundlagen	7
2.1	Elastische Eigenschaften einer separaten UD-Schicht	9
2.2	Elastische Eigenschaften eines Kreuzverbundes	10
2.3	Innere thermische Vorbelastungen der separaten UD-Schicht	12
2.4	Zusätzliche innere thermische Vorbelastungen der UD-Verbundschicht im symmetrischen Kreuzverbund	13
2.5	Thermische Vorspannungen der UD-Verbundschichten in einem asymmetrischen Kreuzverbund	15
2.6	Festigkeiten der separaten UD-Schicht	15
2.7	Querrißbildung in symmetrischen Kreuzverbunden bei einachsiger Zugbelastung	18
3	Durchführung der Versuche	21
3.1	Beschreibung der untersuchten Faserverbunde	21
З,2	Zugversuche	23
3.3	Probenerwärmung bei schwingender Beanspruchung	25
3.4	Biegeversuche	28
3.5	Bestimmung der inneren thermischen Vorbelastungen	30

4	Versuchsergebnisse	31
4.1	Gültigkeit der klassischen Laminattheorie	31
4.1.1	Steifigkeit der CFK-Verbunde	31
4.1.2	Abhängigkeit von der Temperatur	33
4.2	Schadensmechanismen und Festigkeiten der CFK-Verbunde bei quasistatischer Beanspruchung	37
4.2.1	Schadensmechanismen und Festigkeiten der separaten UD-Schicht bei 293K. 77K und 5K	37
4.2.2	Festigkeiten der unidirektionalen CFK-Verbunde im Vierpunkt-Biegeversuch bei 293K. 77K und 5K	42
4.2.3	Der Schadensprozeß der Kreuzverbunde im einachsigen Zugversuch bei 77K	43
4.2:4	Bruchdehnung und Festigkeit der Kreuzverbunde im einachsigen Zugversuch bei 293K, 77K und 5K	48
4.3	Schadensprozeß und Festigkeit der CFK-Verbunde bei zyklischer thermischer und bei schwingender mechanischer Belastung	49
4.3.1	Schadensmechanismus und Zugfestigkeit bei thermischer	49
4.3.2	Schadensprozeß und Festigkeiten der separaten	50
4.3.3	Schadensprozeß und Festigkeit der Kreuzverbunde bei Zugschwell-Beanspruchung und Temperaturen von 77K	50
4.3.4	bzw. 5K Auswirkung der Teilschäden auf das Dämpfungsverhalten	52
4.3.5	der Kreuzverbunde Schedensprozeß und Festigkeit der UD-Verbunde bei	54
1.0.0	schwingender Biegebeanspruchung bei 77K	55
5	Diskussion der Versuchsergebnisse	57
6	Zusammenfassung und Ausblick	62
7	Anhang	64
	A:Beschreibung der Schadenstypen und begleitende mikrofraktographische Aufnahmen	64
	B:Fehlerbetrachtung	70
	C:Übersicht aller Kennwerte	72
8	Literaturverzeichnis	78

II

LISTE DER VERWENDETEN SYMBOLE

A Fläche	m <sup>2</sup>
Cg Gesamtsteifigkeit des Schwingsystemes	s N · m <sup>- 1</sup>
Cp Steifigkeit der Probe	N · m <sup>- 1</sup>
Dø, Døø Schichtdickenanteil an 0°- bzw. 90°-	Schichten
E Elastizitätsmodul	Pa
Es Sekantenmodul beim Bruch	Pa
F Prüfkraft	Ν
G Schermodul	Pa
Gıc Bruchzähigkeit	J · m <sup>- 2</sup>
Kxt thermische Krümmung eines asymmetrisc	hen Balkens m <sup>-1</sup>
L Länge	m
Lo Bezugslänge der Probe	m
$\Delta$ L/Lo. integrale thermische Längenänderung	
N Lastspielzahl im Schwingversuch	
P Leistung pro Volumenelement	W
R Verhältnis von Unterspannung σu zu	
Oberspannung oo im Dauerschwingversuo	h
S Nachgiebigkeit	Pa <sup>-1</sup>
T Temperatur	K
Tv Verarbeitungstemperatur der CFK-Verbu	nde K
Tg Glasübergangstemperatur der amorphen	Matrix K
Tm Schmelztemperatur der Kristallite	К
To Bezugstemperatur	К
<b>∆</b> T Temperaturdifferenz	К
V Volumen	m <sup>3</sup>
Vf Faservolumengehalt	
a Temperaturleitfähigkeitskoeffizient	m <sup>2</sup> · s <sup>- 1</sup>
b Probenbreite	m
c Geometriekonstante	m
Cp spezifische Wärme bei konstantem Druc	$\mathbf{k} \qquad \mathbf{J} \cdot (\mathbf{g} \cdot \mathbf{K})^{-1}$
d Gesamtdicke des Verbundes bzw. Proben	dicke m
dø, døø Dicke einer 0°- bzw. einer 90°-Schic	ht m
dg Dämpfungskonstante des Schwingsysteme	s kg·s <sup>-2</sup>
f Frequenz	Ηz
fr Resonanzfrequenz des Schwingungssyste	mes Hz
g,h Parameter der Weibullfunktion zur	
Beschreibung der Wöhlerkurven	
k Zahl der Schichten eines Mehrschichtv	erbundes
kp Proportionalitätskonstante zur Abschä	tzung der
Probenerwärmung	K
mg Gesamtmasse des Schwingsystemes	kg
r Radius der Probentaillierung	m

α	thermischer Ausdehnungskoeffizient	K- 1
tanð	mechanischer Dämpfungsfaktor	-
∈	Dehnung	
∈в	Bruchdehnung	
€t	thermisch induzierte Dehnung	
∈'	Verbunddehnungen bei der Bildung des ersten	
	Querrisses im Kreuzverbund	
€o	anfängliche Oberdehnung im Dauerschwingversuch	
μ	Poissonzahl	
۴	Viskosität	Pa·s
λ	Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Faserrichtung	₩·(K·m)-1
9	Dichte	10 <sup>3</sup> kg·m <sup>-3</sup>
990	Querrißdichte der 90°-Schicht	m- 1
So	Längsrißdichte	m- 1
σ	Normalspannung	Pa
σв	Bruchspannung	Pa
σt	thermisch induzierte Spannung	Pa
σ', σ'	'Spannungen bei der Bildung des ersten und	
	des zweiten Querrisses im Kreuzverbund	Pa
σ	Oberspannung im Dauerschwingversuch	Pa
συ	Unterspannung im Dauerschwingversuch	Pa
τ	Schubspannung	Pa
θ	Faserwinkel relativ zur Belastungsrichtung	0
Φ	Geometriekonstante	m
ø	Durchmesser	m

Indizes mit allgemeiner Bedeutung

- 1,2,3 bezeichnen die kartesische Koordinaten (Orthotropieachsen) der unidirektionalen Einzelschicht (s. Bild 1).
- x,y bezeichnen die Koordinaten der angreifenden Normalspannungen (s. Bild 1).
- f,m,g bezeichnen die Komponenten der Verbunde (f=Faser, m=Matrix, g=Grenzschicht).
- 0,90 bezeichnen die 0°- bzw. 90°-Schichten eines Kreuzverbundes.

Nomenklatur der Schichtenfolge bei Mehrschichtverbunden

Z.B. [02/902]2s: Die Zahlen in den Klammern bezeichnen die Orientierung der Schichten zur äußeren Zuglast. Die beigefügten Indizes bestimmen die Anzahl dieser Schichten. Die Indizes hinter den Klammern geben an, wie oft die Schichtfolge wiederholt wird. Dabei bezeichnet das s eine symme trische Wiederholung.

#### **1 EINLEITUNG**

Faserverstärkte Kunststoffe werden in der Tieftemperatur-Technologie als Struktur- und Isolationswerkstoffe eingesetzt. Besondere Anwendungsgebiete sind dabei:

- die Weltraumforschung (Satelliten),
- die Supraleitungstechnologie (Elektromagnete hoher Feldstärken, Wechselfeldmagnete in der Fusionstechnologie, Medizintechnik),
- und Transportbehälter für verflüssigte Gase.

Ein großer Vorteil der Faserverbundwerkstoffe liegt darin, daß die Eigenschaften speziellen Anforderungsprofilen angepaßt werden können. Dies geschieht durch die Wahl der Faserart und die Wahl des Matrixwerkstoffes, sowie durch den Faservolumengehalt und durch die Faseranordnung. Für die Anwendungsgebiete der Tieftemperaturtechnologie werden u.a. Werkstoffe mit Kombinationen folgender Eigenschaften benötigt:

- gutes thermisches Isolationsvermögen,
- gutes elektrisches Isolationsvermögen,
- hohe spezifische Festigkeit,
- hohe spezifische Steifigkeit,
- hohe Dauerschwingfestigkeit.

Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Vor- und Nachteile der Faserverbundwerkstoffe, die zur Zeit in der Tieftemperatur-Technologie eingesetzt werden. Am häufigsten werden die kostengünstigen glasfaserverstärkten Kunststoffe (GFK) verwendet. Sie werden meist zur thermischen und elektrischen Isolation eingesetzt. In tragenden Strukturen werden kohlenstoffaserverstärkte Kunststoffe (CFK) bevorzugt, da sie ausgezeichnete spezifische Festigkeiten und Steifigkeiten aufweisen. Insbesondere bei schwingender Beanspruchung sind CFK-Verbunde anderen Werkstoffen überlegen. Hybridverbunde mit Kohlenstoff- und Glasfasern bieten die Möglichkeit, Steifigkeit und Schwingfestigkeit mit einem guten Isolationsvermögen gezielt zu vereinen. Voraussetzung für die Konstruktion von Bauteilen der Tieftemperatur-Technologie aus Faserverbundwerkstoffen ist die Kenntnis der mechanischen Eigenschaften und insbesondere der Schadensmechanismen bei tiefen Temperaturen.

Werkstoff	Isolati therm.	onsverm. elektr.	spezif Festigk.	ische Steifigk.	Schwing- Festigk.
Polymere	+ +	+ +	_		
GFK	+ +	+ +	+ +	-	-
CFK	 (T<30K: +	+)	+ +	+ +	+ +

**Tabelle 1:** Beurteilung der Eigenschaften von Glas- und Kohlenstoffaserverbunden bei der Tieftemperaturanwendung im Vergleich mit Kunststoffen (++ sehr gut, + gut, - schlecht, -- sehr schlecht).

#### **1.1 FASEREIGENSCHAFTEN**

Durch die Fasern erhält der Verbund vor allem seine hohe Festigkeit. Kohlenstoffasern verleihen dem Verbund gleichzeitig hohe Steifigkeit und hohe Schwingfestigkeit.

Anorganische Fasern, wie z.B. Glas- und Keramikfasern, sind isotrop. In allen drei Raumrichtungen bewirken starke kovalente Bindungen hohe Festigkeiten. Die mechanischen Eigenschaften der Glasfasern unterhalb Raumtemperatur sollten nahezu temperaturunabhängig sein. Die Zugfestigkeit der Glasfaser hängt jedoch vom Diffusionsvermögen des Wassers und damit von der Temperatur ab. Beim Herstellungsprozeß lagert sich an die Faseroberfläche eine dünne Wasserschicht an, die in die Oberflächenfehler der Glasfasern eindiffundiert und bei Zugbelastung eine Spannungsrißkorrosion verursacht. Bei tiefen Temperaturen sinkt die Diffusionsgeschwindigkeit des Wassers und die Festigkeit der Glasfaser steigt um bis zu 100% an<sup>I</sup>.

Organische Fasern, wie z.B. Kohlenstoffasern oder Aramidfasern, werden durch Ziehprozesse orientiert und sind daher anisotrop. Die axialen Eigenschaften sind von den radialen Eigenschaften zu unterscheiden. Die Kohlenstoffasern bestehen aus hochfesten Graphitplättchen mit einem Durchmesser von ca.  $1 \cdot 10^{-9}$ m bis ca.  $5 \cdot 10^{-9}$ m, die in axialer Richtung orientiert sind. Nur in Orientierungsrichtung treten hohe Festigkeiten und Steifigkeiten auf. Da die Verarbeitungstemperaturen der Kohlenstoffasern oberhalb ca. 2000K liegen, werden die starken kovalenten Bindungen in den Graphitschichten unterhalb 293K von der Moleküldynamik kaum beeinflußt. Die Eigenschaften in Faserrichtung sind daher nahezu temperaturinvariant. Senkrecht zur Faser werden die Graphitschichten von schwachen Van-der-Waals-Bindungen zusammengehalten /1/. Sie bestimmen die Scher-, die Biege- und die Querfestigkeit der Kohlenstoffasern. Unterhalb Raumtemperatur tritt eine gewisse Temperaturabhängigkeit der Eigenschaften in radialer Richtung auf.

<sup>&</sup>lt;sup>I</sup> Die Festigkeit von E-Glasfasern steigt von 3 GPa bei 293 K auf 5,6 bis 5,9 GPa bei 80 bis 100 K an /2/,/3/.

# **1.2 MATRIXEIGENSCHAFTEN**

Die polymere Matrix dient der Krafteinleitung in die Fasern, gibt den Verbunden den Zusammenhalt, verhindert die gegenseitige Beschädigung und bei Druckkräften das Ausknicken der Fasern. Wegen ihrer geringen Festigkeit erweist sich die polymere Matrix jedoch als Schwachstelle im Verbund.

Die bei Raumtemperatur geringen Steifigkeiten und Festigkeiten der Kunststoffe nehmen bei tiefen Temperaturen zu. Gleichzeitig verspröden die Kunststoffe jedoch, und die Bruchdehnung sowie die Bruchzähigkeit nehmen ab. Einige Thermoplaste wie Polycarbonat (PC), Polysulfon (PSU) oder Polyetheretherketon (PEEK) behalten bei tiefen Temperaturen eine gewisse Zähigkeit und besitzen selbst bei 5K Bruchdehnungen von 3,3% bis 6%. Herkömmliche Matrixwerkstoffe wie z.B. hochvernetzte Epoxide werden jedoch spröde und die Bruchdehnung sinkt bei 5K auf ca. 2%.

Da die Matrix beim Abkühlen stärker kontrahiert als die Fasern, wird sie bei tiefen Temperaturen zwischen den Fasern durch innere thermische Zugspannungen vorgedehnt. Die inneren thermischen Zugvorspannungen können bei tiefen Temperaturen nur sehr wenig relaxieren, da die Relaxationszeiten für thermisch aktivierte, viskoelastische Umlagerungen außerordentlich groß sind. Darüber hinaus ist das viskoelastische Verhalten der Polymere unter den mehrachsigen Spannungszuständen in den dicht gepackten Faserverbunden wegen der Dehnungsbehinderung eingeschränkt.

#### **1.3 FASER-MATRIX-HAFTUNG**

Während bei GFK-Verbunden z.B. durch Silan-Haftvermittler eine gute Kopplung zwischen Glasfaser und Matrix erreicht wird, ist die Anbindung der polymeren Matrix an die inerte Kohlenstoffaser problematisch. CFK-Verbunde versagen daher häufig in der Grenzschicht und besitzen geringe Festigkeiten bei Scherbelastung oder Zugbeanspruchung senkrecht zur Kohlenstoffaser. Eine Behandlung der Faseroberfläche z.B. durch chemische Oxidation kann die Haftung zwischen Faser und Matrix verbessern /4//5/. Bei CFK-Verbunden mit teilkristallinen Thermoplasten als Matrix, wie z.B. PEEK, kann eine Verbesserung der Haftung dadurch erreicht werden, daß Matrixkristallite auf die Kohlenstoffasern aufwachsen /28/.

# 1.4 MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN FASERVERSTÄRKTER KUNSTSTOFFE BEI TIEFEN TEMPERATUREN

Bei einem unidirektionalen Faserverbund werden "faserdominante" und "matrixdominante" Eigenschaften unterschieden: In Faserrichtung dominieren die nahezu temperaturunabhängigen Fasereigenschaften. Senkrecht zur Faser dominieren die temperaturabhängigen Eigenschaften der Matrix. Wie zusammenfassende Darstellungen der Tieftemperatureigenschaften faserverstärkter Kunststoffe zeigen, werden häufig Abweichungen von dieser einfachen Modellvorstellung gefunden /1//6//7/.

Unidirektionale GFK-Verbunde und bidirektionale GFK-Gewebe wurden bei tiefen Temperaturen am häufigsten untersucht. Da die Festigkeit der Glasfaser zunimmt, zeigen die GFK-Verbunde mit abnehmender Temperatur eine Zunahme der Zugfestigkeit und der Zugbruchdehnung um Faktoren von 1,5 bis 2. Der E-Modul unidirektionaler GFK-Verbunde ist mit etwa 45GPa im Vergleich zu unidirektionalen CFK-Verbunden (ca. 150GPa bis 300GPa) gering. Die Dauerfestigkeit der GFK-Verbunde beträgt nach 10<sup>6</sup> zugschwellenden Lastspielen zwischen 20% und 50% der quasistatischen Zugfestigkeit.

Alle CFK-Verbunde mit herkömmlichen hochvernetzten Epoxiden als Matrix zeigen bei tiefen Temperaturen eine Abnahme der Zugfestigkeit und der Zugbruchdehnung /6/. Die thermische Vorbelastung der Matrix vermindert die freie Bruchdehnung der Epoxide in CFK-Verbunden auf bis zu 0,3% /8/. In unidirektionalen CFK-Verbunden mit hochvernetzten Epoxiden als Matrix treten daher vermutlich vor dem Erreichen der Faserbruchdehnung (1,0% bis 1,6%) Risse in der Matrix auf. Die Matrixrisse können die anisotropen Kohlenstoffasern schädigen, da diese senkrecht zur Faserrichtung eine vergleichsweise geringe Festigkeit besitzen. Die hohe Festigkeit der Kohlenstoffasern in Faserrichtung wird daher nicht vollständig genutzt. In Kreuzverbunden wird die Matrix durch zusätzliche thermische Vorspannungen zwischen den Verbundschichten belastet, sodaß bereits bei Verbunddehnungen von weniger als 0,3% "Querrisse" in den transversalen Schichten auftreten. Für die Anwendung bei tiefen Temperaturen sollten Polymere als Matrixwerkstoff gewählt werden, die eine möglichst große Bruchdehnung besitzen, damit trotz innerer thermischer Vorspannungen die Bildung von Matrixrissen bei äußerer Belastung vermieden wird. So wurde z.B. mit einem zähen, semiflexiblen Epoxidharz bei 77K eine Verbesserung der Zugfestigkeit der CFK-Verbunde erreicht (Bruchdehnung der Matrix bei 77K größer 6%; /9/).

CFK-Verbunde mit einer sehr guten Faserausrichtung besitzen in Zugschwell-Versuchen bei Raumtemperatur und tiefen Temperaturen ausgezeichnete Dauerfestigkeiten. Die zur Dauerfestigkeit gehörende Oberspannung beträgt nach 10<sup>7</sup> Lastspielen 75% bis 88% der Zugfestigkeit. Bei einer produktionsbedingten schlechten Faserausrichtung sinkt die zur Dauerfestigkeit gehörende Oberspannung auf bis zu 45% der Zugfestigkeit, wie Raumtemperaturuntersuchungen an kohlenstoffaserverstärktem Polyetheretherketon zeigen /10/. CFK-Gewebeverbunde ertragen 10<sup>7</sup> Lastspiele bei Oberspannungen von ca. 50% der Zugfestigkeit (293K, 77K), da die Kohlenstoffasern an den Kreuzungspunkten von Kett- und Schußfäden durch Biegemomente und Druckkräfte belastet werden /11/.

# **1.5 ZIEL DER ARBEIT**

Das Interesse bei der Verarbeitung faserverstärkter Kunststoffe wendet sich zum gegenwärtigen Zeitpunkt von den herkömmlichen Faserverbunden mit Epoxidmatrix hin zu thermoplastischen Matrizes. Sie versprechen deutliche Vorteile bei der Fertigung faserverstärkter Bauteile, wie z.B. die Möglichkeit der Nachverformung, die Möglichkeit des "Verschweißens" durch Schmelzen der Matrix und die Möglichkeit der Wiederverwertung /12/. Bei tiefen Temperaturen besitzen Thermoplaste größere Bruchdehnungen als Epoxidharze und sollten daher, trotz der inneren thermischen Verspannung zwischen den Fasern, im Verbund eine bessere Ausnutzung der hohen Faserfestigkeiten ermöglichen. In der vorgelegten Arbeit soll geprüft werden, ob die Zähigkeit der Thermoplastmatrizes zu einer Verbesserung der Tieftemperatureigenschaften von hochfesten CFK-Verbunden führt. Schwerpunkte der Tieftemperaturuntersuchungen bei 77K und 5K waren daher:

- Die Untersuchung des inneren thermischen Spannungszustandes,
- die Beurteilung des Einflusses der Haftungseigenschaften,
- die Bestimmung des Schadensprozesses
- und die Bestimmung des Dauerschwingverhaltens.

Die Untersuchungen wurden an uni- und bidirektional verstärkten Thermoplasten durchgeführt. Zunächst wurden an unidirektionalen Faserverbunden die "faserdominanten" und die "matrixdominanten" Steifigkeiten und die thermischen Ausdehnungen gemessen. Anhand der klassischen Laminattheorie war es dann möglich, den Spannungszustand der einzelnen Schichten in bidirektional verstärkten Thermoplasten zu berechnen. Aufgrund geeigneter Festigkeitshypothesen kann der erste, im Verbund auftretende Schaden vorhergesagt werden. Die Schadensentwicklung wurde in Zugversuchen und in Dauerschwingversuchen mit mikrofraktographischen Mitteln bis zum Versagen verfolgt und mit gängigen Schadensmodellen verglichen. Die Dauerfestigkeit bei Zug/Druck-Wechselbeanspruchung wurde in einer Vierpunkt-Biegeeinrichtung bestimmt. Die Haftung zwischen Faser und Matrix hat wesentlichen Einfluß auf den Schadensprozeß von CFK-Verbunden. Um diesen Einfluß zu untersuchen wurden zwei kohlenstoffaserverstärkte Thermoplaste ausgewählt, die extrem unterschiedliche Haftungseigenschaften besitzen. Zur Beurteilung der Haftung wurden die Querzugfestigkeit und die interlaminare Scherfestigkeit an unidirektionalen Verbunden gemessen.

Da die hier untersuchten kohlenstoffaserverstärkten Thermoplaste zur Zeit nur in Form von Platten hergestellt werden können, beschränken sich die mechanischen Untersuchungen auf Versuche an Flachproben.

#### 2. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

Faserverbundwerkstoffe sind heterogene Werkstoffe, bei denen die äußere Belastung und Temperaturänderungen einen komplexen inneren Spannungszustand hervorrufen. Bei der Berechnung der mechanischen Eigenschaften der Faserverbunde muß die innere Komplexität stufenweise berücksichtigt werden. Dabei lassen sich folgende Stufen unterscheiden:

Stufe IEigenschaften einer<br/>separaten UD-SchichtEine einzelne unidirektionale Schicht<br/>wird separat betrachtet. Es werden die<br/>Steifigkeiten, die Ausdehnungskoeffi-<br/>zienten und die Festigkeiten bestimmt.

Stufe II Eigenschaften einer separaten UD-Schicht unter Berücksichtigung innerer thermischer Spannungen

Stufe III Eigenschaften eines Mehrschichtverbundes nach der klassischen Laminattheorie

Es wird ein Verbund angenommen, der aus unidirektionalen Schichten unter vorgegebenen Winkeln zusammengesetzt ist. Jede UD-Schicht wird dabei als anisotrope, aber homogen verschmierte Schicht angesehen. Bei der äußeren Belastung üben die Schichten Spannungen aufeinander aus. Die unter gegenseitiger Belastung stehenden Schichten werden als UD-Verbundschicht bezeichnet (im Gegensatz zur "separaten UD-Schicht"). Es wird angenommen, daß die zu berechnenden Spannungen innerhalb einer Verbundschicht über der Dicke konstant sind (Sprungstellen an den Schichtgrenzen, keine kraftübertragende Klebung zwischen den Schichten). Die gegenseitigen Spannungen der UD-Verbundschichten werden unter den Voraus-

wie I.), jedoch werden die inneren

thermischen Vorbelastungen zwischen

Schicht berücksichtigt. Wichtig ist da-

räumlich gemittelte Werte angenommen.

Faser und Matrix der separaten UD-

bei die thermische Vordehnung der Matrix, von der das Bruchverhalten wesentlich abhängt. Da eine räumliche Spannungsverteilung ohne FEM-Rechnungen nur schwer zu erfassen ist, werden für die folgenden Stufen

7

setzungen berechnet, daß a.) die Dehnungen in allen Schichten gleich sind (Kompatibilität) und b.) daß nach außen ein Kräftegleichgewicht herrscht. Die an der separaten UD-Schicht er

Die an der separaten UD-Schicht er mittelte Festigkeit wird herangezogen, um den ersten Schaden im Mehrschichtverbund vorherzuberechnen.

Stufe IV Eigenschaften eines Mehrschichtverbundes nach der klassischen Laminattheorie unter Berücksichtigung thermischer Spannungen

Stufe V Eigenschaften eines Mehrschichtverbundes nach der erweiterten Laminattheorie wie III.), jedoch werden die thermischen Spannungen berücksichtigt, die zusätzlich zu den inneren thermischen Vorspannungen zwischen den Verbundschichten wirken. Sie werden ebenfalls innerhalb einer Schicht als konstant über der Dicke angenommen und zu den durch äußere Kräfte hervorgerufenen Spannungen addiert.

Zur Vorhersage des schrittweisen Versagens der UD-Verbundschichten muß die klassische Laminattheorie erweitert werden (z.B. anhand FEM-Rechnungen). Die UD-Verbundschichten sind jetzt als fest miteinander verklebt zu betrachten. In der Grenzschicht treten bei der Kraftübertragung Scherspannungen auf. Es ergibt sich eine Spannungsverteilung über der Dicke der Verbundschichten und damit eine Dickenabhängigkeit der Festigkeiten. Als weiterer Schritt wäre die Heterogenität der Verbundschichten zu berücksichtigen.

Im folgenden werden zunächst die anisotropen Steifigkeiten und die Festigkeiten einer separaten UD-Schicht berechnet. Durch eine Winkeltransformation der Steifigkeiten der einzelnen Schichten und die anschließende Überlagerung ergibt sich die Gesamtsteifigkeit eines multidirektionalen Mehrschichtverbundes. Mit den Ausdehnungskoeffizienten der separaten UD-Schicht werden die zusätzlichen thermischen Vorspannungen der UD-Verbundschichten abgeschätzt. Die zusätzlichen thermischen Vorspannungen hängen vom Winkel der UD-Verbundschichten im Mehrschichtverbund ab und sind bei einer vorgegebenen Temperaturänderung in bidirektionalen "Kreuzverbunden" am größten. Abschließend wird die Festigkeit einer separaten UD-Schicht untersucht. Damit wird dann, unter Einbeziehung der thermischen Vorspannungen das schrittweise Versagen im Kreuzverbund vorherberechnet.

### 2.1 ELASTISCHE EIGENSCHAFTEN EINER SEPARATEN UD-SCHICHT

Im folgenden werden ebene Spannungszustände betrachtet; Spannungen in Richtung der Flächennormalen werden vernachlässigt<sup>II</sup>. Unter dieser Vereinfachung reduziert sich die Nachgiebigkeitsmatrix gemäß dem Hook'schen Gesetz bei linear elastischem Verhalten zu:

$$\vec{\epsilon}_i = \{S_{ij}\} \cdot \vec{\sigma}_j \tag{1}$$

oder

$$\vec{\sigma}_{i} = \{C_{ij}\} \cdot \vec{\epsilon}_{j}$$
(1a)  
mit i = x, y, xy j = 1, 2, 3 und Sij = Sji

Gemäß Bild 1 setzt sich der ebene Belastungszustand aus zwei Spannungen  $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$  und einer Scherspannung  $\tau_{xy}$  zusammen, wobei die Richtung der Fasern (Index 1) einen beliebigen Winkel  $\theta$  zur Spannung  $\sigma_x$  einnehmen kann.



Bild 1: 1,2,3: kartesisches Koordinatensystem (bzw. Orthotropie-Achsen) einer separaten unidirektionalen Schicht.

σx, σy: Koordinatensystem der angreifenden ebenen Belastung.

Bei einem Faserwinkel 0=0 sind die Spannungen  $\sigma_x$  und  $\sigma_y$  von den Scherspannungen  $\tau$  entkoppelt (Sonderfall der orthogonalen Anisotropie, im folgenden als "*Orthotropie*" bezeichnet). Die Nachgiebigkeitsmatrix kann daher weiter reduziert werden und aus Gleichung 1 folgt der Zusammenhang:

<sup>&</sup>lt;sup>11</sup> In realen faserverstärkten Bauteilen und Proben treten allerdings an den Rändern Spannungsspitzen senkrecht zu den Schichten auf.

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{\mathsf{x}} \\ \varepsilon_{\mathsf{y}} \\ \varepsilon_{\mathsf{x}\mathsf{y}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1/E_{1}(\mathsf{T}) & -\mu_{21}(\mathsf{T})/E_{1}(\mathsf{T}) & 0 \\ -\mu_{21}(\mathsf{T})/E_{1}(\mathsf{T}) & 1/E_{2}(\mathsf{T}) & 0 \\ 0 & 0 & 2/G_{12}(\mathsf{T}) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{\mathsf{x}} \\ \sigma_{\mathsf{y}} \\ \tau_{\mathsf{x}\mathsf{y}} \end{pmatrix}$$
(2)

mit der Querkontraktionzahl:  $\mu_{21}(T) = -\epsilon_2/\epsilon_1$ 

In den Gleichungen 1 und 2 treten vier Grundelastizitätskenngrößen der separaten UD-Schicht auf. Sie lassen sich aus den Elastizitätskenngrößen der Fasern (Ef1, Ef2(T), Gf12(T) und  $\mu_{f21}(T)$ ), den Kenngrößen der Matrix (Em(T), Gm(T) und  $\mu_m(T)$ ) und dem Faservolumengehalt Vf herleiten:

$$E_{1}(T) = V_{f} \cdot E_{f1} + (1 - V_{f}) \cdot E_{m}(T)$$

$$E_{2}(T) = \frac{E_{m}(T)}{\Gamma} \frac{(1 + 0.85 \cdot V_{f}^{2})}{\Gamma}$$
(2a)

$$= \frac{1}{\left[1 - \mu_{m}(T)\right]} \left[ \mu_{m}^{1,25}(T) + \frac{V_{f} \cdot E_{m}(T)}{1 - \mu_{m}^{2}(T) \cdot E_{f2}(T)} \right]$$
(2b)

$$\mu_{21}(T) = V_{f} \cdot \mu_{f21} + (1 - V_{f}) \cdot \mu_{m}(T) = \mu_{12}(T) \cdot \frac{E_{1}(T)}{E_{2}(T)}$$
(2c)

$$G_{12}(T) = \frac{G_{m}(T) \cdot (1 + 0, 6 \cdot V_{f}^{0, 3})}{(1 - V_{f})^{1,25} + V_{f}} \cdot \frac{G_{m}(T)}{G_{f12}(T)}$$
(2d)

Der E-Modul En der Kohlenstoffaser wird darin als temperaturunabhängig angenommen. Die Gleichungen (2b) und (2d) wurden empirisch an Verbunden mit <u>isotropen</u> Fasern bei Raumtemperatur bestimmt /13/. Sie müssen bei tiefen Temperaturen überprüft werden, da die Temperaturabhängigkeit der Faserkennwerte Ef2(T), Gf12(T) und µf21(T) nicht genau bekannt ist.

#### 2.2 ELASTISCHE EIGENSCHAFTEN EINES KREUZVERBUNDES

Mehrschichtverbunde werden aus separaten UD-Schichten unter verschiedenen Winkeln zusammengefügt. Ein Spezialfall ist der bidirektionale "*Kreuzverbund*", bei dem die Schichten einen Winkel von 90° zueinander einnehmen. Um eine Verwölbung bei ebener Belastung zu vermeiden, werden die Schichten symmetrisch zur Mittelebene angeordnet.

Es wird angenommen, daß die einzelnen Schichten in einer Parallelschaltung gleichartig belastet werden. Die einzelnen Schichten werden zwar als anisotrop, aber in sich homogen angesehen. D.h. die mikromechanischen Eigenschaften, die durch die heterogenen Fasereinlagerungen entstehen, werden nicht berücksichtigt. Bei einer ebenen Belastung, wie sie in Bild 2 dargelegt ist, stellen sich unter diesen Bedingungen in jeder Schicht k die gleichen

Verzerrungen ein (Kompatibilität):

$$\mathbf{E}_{\mathbf{X}\mathbf{k}} = \mathbf{E}_{\mathbf{X}} \quad \mathbf{E}_{\mathbf{Y}\mathbf{k}} = \mathbf{E}_{\mathbf{Y}} \quad \mathbf{E}_{\mathbf{X}\mathbf{Y}\mathbf{k}} = \mathbf{E}_{\mathbf{X}\mathbf{Y}} \tag{3}$$

Durch Überlagerung der Elastizitätskonstanten aller n separaten UD-Schichten werden die Elastizitätskonstanten der Mehrschichtverbunde unter Berücksichtigung der relativen Schichtdicken  $d_k/d$  ermittelt (Parallelschaltung der Steifigkeiten):

$$[\overline{C}_{ij}] = \sum_{k=1}^{n} d_k \mathcal{C}_{ijk}$$
<sup>(4)</sup>

mit

 $d = \sum_{k=1}^{n} d_k$ 





Greifen die ebenen Spannungen  $\overline{\sigma_x}$  und  $\overline{\sigma_y}$  bei einem Kreuzverbund nur in Richtung der Fasern an, tritt wiederum der Fall der anisotropen Orthogonalität ein:

$$\overline{S}_{61} = \overline{S}_{16} = \overline{S}_{62} = \overline{S}_{26} = 0$$
 (5a)

Bei einer einachsigen Spannung  $\overline{\sigma_x}$  ( $\overline{\sigma_y}$ =0) ergeben sich die Elastizitätskonstanten mit dem Schichtdickenanteil der 0°-Schichten D0, dem Schichtdickenanteil der 90°-Schichten D90 und den vier Grundelastizitätskonstanten der separaten UD-Schicht (E1(T), E2(T), G12(T) und µ21(T)) zu /13/:

$$\begin{split} \overline{E}_{x}(T) &= \frac{1}{[1 - \mu_{12}(T) \cdot \mu_{21}(T)]} \cdot \begin{bmatrix} D_{0}E_{1}(T) + D_{90}E_{2}(T) - \frac{(\mu_{21}(T) \cdot E_{2}(T))^{2}}{D_{0}E_{2}(T) + D_{90}E_{1}(T)} & (5b) \\ &\approx D_{0}E_{1}(T) + D_{90}E_{2}(T) \\ \mu_{xy}(T) &= \frac{\mu_{21}(T)}{D_{0} + D_{90}E_{1}(T)} & \text{und} \quad \mu_{yx}(T) = \frac{\mu_{21}(T)}{D_{90} + D_{0}E_{1}(T)} & (5c) \\ \end{split}$$

Bei reiner Schubbelastung t12 folgt:

$$G_{xy}(T) = G_{12}(T)$$
 (5d)

Die Spannungen der 0°-Schicht (Index 0) und der 90°-Schicht (Index 90) ergeben sich nach Gleichung (5b) direkt aus der Verbunddehnung  $\epsilon_x$ :

$$\sigma_0 \approx D_0 \cdot E_1(T) \cdot \epsilon_x$$
 und  $\sigma_{90} \approx D_{90} \cdot E_2(T) \cdot \epsilon_x$  (6)

#### 2.3 INNERE THERMISCHE VORBELASTUNGEN DER SEPARATEN UD-SCHICHT

Kohlenstoffaser und Kunststoffmatrix haben sehr unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten. Die anisotrope Kohlenstoffaser dehnt sich beim Abkühlen in axialer Richtung aus und kontrahiert gleichzeitig radial. Innerhalb der kovalent gebundenen, in axialer Richtung orientierten Graphitschichten der Kohlenstoffaser treten Biegeschwingungen auf. Beim Abkühlen bewirkt die Abnahme der Schwingungsamplitude eine Ausdehnung in Faserrichtung. Die Kontraktion der Matrix ist um den Faktor 2 bis 4 größer als die radiale Kontraktion der Kohlenstoffaser. Die Matrix gerät beim Abkühlen in jeder Richtung unter Zugspannungen und die Faser unter Druckspannungen.

Die beim Abkühlen auftretenden thermischen Längenänderungen müssen bei der Bestimmung des äußeren Dehnungszustandes in Gleichung 2 berücksichtigt werden. Es gilt:

$$\vec{\epsilon}_{i} = \{S_{ij}\} \sigma_{j} + \int_{T_{0}}^{T} \vec{\alpha}_{i} dT$$
<sup>(7)</sup>

Die Ausdehnungskoeffizienten der separaten UD-Schicht sind dabei /14/:

$$\alpha_{1}(T) = \frac{(1 - V_{f}) \cdot E_{m}(T) \cdot \alpha_{m}(T) + V_{f} \cdot E_{1f} \cdot \alpha_{1f}}{V_{f} \cdot E_{1f} + (1 - V_{f}) \cdot E_{m}(T)}$$

$$\alpha_{2}(T) \approx V_{f} \cdot \alpha_{2f}(T) + (1 - V_{f}) \cdot \alpha_{m}(T)$$
(7a)
(7b)

In Gleichung 7b wird modellhaft angenommen, daß die Fasern flächig verschmiert sind. Der Verbund dehnt sich wie eine Reihe von homogenen, geschichteten Faser- und Matrixplatten aus /15/. Bei der Anwendung der Mischungsregel auf dieses Modell entsteht ein Fehler kleiner 10%. Die thermischen Zugdehnungen in der Matrix parallel zur Faser werden wie folgt aus der Differenz der intergralen thermischen Längenänderung eines UD-Verbundes ( $\Delta$ L/L<sub>0</sub>)<sub>1</sub> und der Matrix ( $\Delta$ L/L<sub>0</sub>)<sub>m</sub> abgeschätzt:

$$\varepsilon_{mt}(T) = \int_{T_0}^{T} [\alpha_1(T) - \alpha_m(T)] dT = \begin{pmatrix} \Delta L \\ L_0 \end{pmatrix}_1 - \begin{pmatrix} \Delta L \\ L_0 \end{pmatrix}_m$$
(8)

Die thermischen Druckdehnungen in der Faser betragen weniger als 2% der Faserbruchdehnung, wie Rechnungen nach /14/ ergeben und werden daher vernachlässigt.

# 2.4 ZUSÄTZLICHE INNERE THERMISCHE VORBELASTUNGEN DER UD-VERBUNDSCHICHT IM SYMMETRISCHEN KREUZVERBUND

Zusätzlich zu den inneren thermischen Dehnungen einer separaten UD-Schicht üben die UD-Verbundschichten in einem Mehrschichtverbund gegenseitig thermische Vorbelastungen aufeinander aus. Es wird angenommen, daß die Kräfte dazu von einer infinitesimal kleinen Zwischenschicht übertragen werden. Die dabei in dieser Zwischenschicht auftretenden Scherspannungen werden vernachlässigt (Berechnungsstufe IV). Die zusätzlichen thermischen Vorspannungen lassen sich bezüglich der Orthotropieachsen in zwei Spannungen zerlegen: Die thermischen Vorspannungen in Faserrichtung om und die thermischen Vorspannungen senkrecht zur Faser oz. Die Größe der Vorspannungen hängt ab von der Temperaturänderung 🛆 T und von dem Faserwinkel ±0, den die Schichten zueinander einnehmen. Um diese Abhängigkeit anschaulich zu machen, wurden die zusätzlichen inneren thermischen Vorspannungen nach den Gleichungen 7 und 4 für symmetrische Mehrschichtverbunde mit verschiedenen Schichtwinkeln ±0 berechnet. In Bild 3 sind die thermischen Vorspannungen einer UD-Verbundschicht im AS4/PEEK-Verbund über dem Schichtwinkel aufgetragen. Sie wurden mit den Ausdehnungskoeffizienten und den Steifigkeiten der separaten UD-Schicht (Glg. 7a,b und 2a bis d) für die Abkühlung von der Herstellungstemperatur (625K) auf Temperaturen von 293K, 77K und 5K berechnet. Zur Berechnung der thermischen

Spannungen zwischen 625K und 293K wurden lineare Ausdehnungskoeffizienten angenommen. Die thermischen Vorspannungen durchlaufen für einen Kreuzverbund ( $\pm 0=45^{\circ}$ ) ein Maximum. Die aus den zwei Vorspannungen resultierenden thermischen Scherspannungen tizt der UD-Verbundschichten sind beim Kreuzverbund 0. In Faserrichtung wirken Druckspannungen ott, die die thermische Zugbelastung der Matrix im Inneren der separaten UD-Schicht vermindern. Senkrecht zur Faserrichtung wirken Zugspannungen, die ein Matrix- oder ein Grenzschichtversagen verursachen können.

Unter der Voraussetzung gleicher Schichtdickenanteile Do=D90 und E1>>E2(T) ergeben sich die thermischen Vorspannungen  $\sigma_{1t}$  und  $\sigma_{2t}$  einer Einzelschicht im Kreuzverbund nach Gleichung 7 und 4 folgendermaßen /15/:



**Bild 3:** Zusätzliche thermische Vorspannungen der UD-Verbundschichten eines symmetrischen Mehrschichtverbundes in Abhängigkeit vom Schichtwinkel ±0.

$$-\sigma_{2t} = \sigma_{1t} = \int_{T_0}^{T} \frac{E_2(T)}{[2\mu_{12}(T) + 1]} \cdot \epsilon_{2t} dT$$
<sup>(9a)</sup>

Die Steifigkeiten E1 und E2(T) der separaten UD-Schicht werden mit den Gleichungen 2a und 2b berechnet. Die thermische Dehnung senkrecht zur Faser  $\epsilon_{2t}$  wird aus der Differenz der integralen thermischen Längenänderungen einer separaten UD-Schicht senkrecht ( $\Delta L/L_0$ )<sub>2</sub> und parallel zur Faserrichtung ( $\Delta L/L_0$ )<sub>1</sub> abgeschätzt. Es gilt:

$$\epsilon_{2t} = \int_{T_0} \frac{[\alpha_2(T) - \alpha_1(T)]}{[2\mu_{12}(T) + 1]} dT = \frac{[(\Delta L / L_0)_2 - (\Delta L / L_0)_1]}{[2\mu_{12}(T) + 1]}$$
(9b)

Die integralen thermischen Längenänderungen werden dabei an UD-Verbunden in Abhängigkeit von der Temperatur mit einem Dilatometer experimentell bestimmt (s. Kap. 3.5).

# 2.5 THERMISCHE VORSPANNUNGEN DER UD-VERBUNDSCHICHTEN IN EINEM ASYMMETRISCHEN KREUZVERBUND

Bei Kreuzverbunden mit asymmetrischem Aufbau tritt bei der Temperaturänderung eine thermische Verkrümmung auf, da die zusätzlichen thermischen Vorspannungen der senkrecht zueinander angeordneten UD-Verbundschichten nach außen nicht kompensiert werden. Anhand der thermischen Krümmung können die thermischen Vorbelastungen direkt nachgewiesen werden. Im folgenden wird der reziproke Wert des Krümmungsradius eines zweischichtigen, asymmetrischen Biegebalkens als thermische Krümmung K<sub>xt</sub> definiert. Ein zweischichtiger Balken, dessen Länge L<sub>x</sub> sehr viel größer als die Breite b bzw. die Dicke d ist (L<sub>x</sub>>>b≈d) und dessen Schichtdicken gleich sind (do=d90=d/2), ist als "*Bimetall*" zu betrachten. Unter diesen Voraussetzungen ist die thermische Verkrümmung K<sub>xt</sub> der thermischen Dehnung  $\epsilon_{2t}$  (Glg. 9b) proportional. Mit E1>>E2 gilt /16/:

$$K_{xt} \approx \frac{12}{d} \int_{T_0}^{T} \frac{\varepsilon_{2t} [2\mu_{12}(T) + 1]}{14 + E_1(T)/E_2(T)} dT$$
<sup>(10)</sup>

Der Fehler in Gleichung 10 ist bei den Steifigkeitsverhältnissen der unidirektionalen CFK-Verbundschichten kleiner als 0,4%.

#### 2.6 FESTIGKEITEN DER SEPARATEN UD-SCHICHT

Um das Versagen einer UD-Verbundschicht im Kreuzverbund vorherzusagen, muß eine Festigkeitshypothese erstellt werden. Zunächst wird dazu die Festigkeit einer separaten UD-Schicht betrachtet, auf die das Hill'sche Fließkriterium angewendet wird. Bei einer dreidimensionalen Belastung durch die Spannungen 01, 02 und 03 gilt /17/:

$$\left(\frac{\sigma_{1}}{\sigma_{1B}}\right)^{2} + \left(\frac{\sigma_{2}}{\sigma_{2B}(T)}\right)^{2} - \left[\frac{1}{(\sigma_{1B})^{2}} + \frac{1}{(\sigma_{2B}(T))^{2}} - \frac{1}{(\sigma_{3B}(T))^{2}}\right] \cdot \sigma_{1} \cdot \sigma_{2} + \left(\frac{\tau_{12}}{\tau_{12B}(T)}\right)^{2} = 1$$
(11)

Darin sind  $\sigma_{1B}$ ,  $\sigma_{2B}(T)$  und  $\sigma_{3B}(T)$  die Bruchspannungen in den drei Raumrichtungen. Bei orthotropen Faserverbunden ( $\sigma_{2B}=\sigma_{3B}$ ) und ebener Beanspruchung ( $\sigma_{3}=0$ ) folgt:

$$\left(\frac{\sigma_{1}}{\sigma_{1B}}\right)^{2} + \left(\frac{\sigma_{2}}{\sigma_{2B}(T)}\right)^{2} + \left(\frac{\tau_{12}}{\tau_{12B}(T)}\right)^{2} - \left(\frac{\sigma_{1} \cdot \sigma_{2}}{\sigma_{1B}}\right) = 1$$
(12)

Dabei wird vernachlässigt, daß ein Faserverbundwerkstoff aus zwei Materialkomponenten mit unterschiedlichen Versagenskriterien besteht<sup>III</sup>.

Besitzen die Fasern der separaten UD-Schicht bei einachsiger Zugbelastung einen Winkel θ relativ zur Belastungsrichtung, dann läßt sich die Zugspannung σθ in folgende Komponenten bzgl. des Koordinatensystems des Verbundes nach Bild 1 transformieren:

$$\sigma_1 = \sigma_{\Theta} \cdot \cos^2 \Theta \tag{13a}$$

$$\sigma_2 = \sigma_{\theta} \cdot \sin^2 \theta \tag{13b}$$

$$\tau_{12} = -\sigma_{\theta} \cdot \sin\theta \cdot \cos\theta \tag{13c}$$

Aus den Gleichungen 12 und 13 folgt für die Zugbruchspannungen  $\sigma_{\theta\theta}$  der separaten UD-Schicht folgende Abhängigkeit vom Faserwinkel  $\theta$ :

$$\sigma_{\Theta B}(\tau) = \left[\frac{\cos^4\theta}{(\sigma_{1B})^2} + \frac{\sin^4\theta}{(\sigma_{2B}(\tau))^2} + \left(\frac{1}{(\tau_{12B}(\tau))^2} - \frac{1}{(\sigma_{1B})^2}\right)\cos^2\theta\sin^2\theta\right]^{-\frac{1}{2}}$$
(14)

Bei Zugversuchen an UD-Flachproben mit verschiedenen Faserwinkeln  $\theta$ wurde eine sehr gute Übereinstimmung der Festigkeit mit Gleichung 14 gefunden /17/. Zur Veranschaulichung wurde die Zugfestigkeit eines unidirektionalen CFK-Verbundes nach Gleichung 14 aus Versuchskennwerten bei 293K, 77K und 5K unter der Annahme  $\tau_{12B}\approx\tau_{13B}$  berechnet. Die Zugfestigkeit  $\sigma_{\theta B}$  ist in Bild 4 über dem Faserwinkel  $\theta$  aufgetragen. Die Bruchkenngröße  $\sigma_{1B}$  ( $\theta$ =0°) entspricht dem Faserbruch. Sie sollte quasi temperaturinvariant sein und wird aus der Faserbruchdehnung  $\in_{1fB}$  und der Steifigkeit der separaten UD-Schicht E1 in Gleichung 2a berechnet<sup>1V</sup>:

<sup>III</sup> Untersuchungen an rohrförmigen Proben haben gezeigt, daß diese Gleichung zu einer geringfügigen Überschätzung der Festigkeiten führt. Bei genauerer Betrachtung muß die Querdruckfestigkeit der UD-Verbunde berücksichtigt werden /18/.

<sup>&</sup>lt;sup>1V</sup> Vorausgesetzt ist, daß die Differenz aus der temperaturabhängigen Matrixbruchdehnung und der inneren thermischen Vordehnung der Matrix in Faserrichtung größer als die Faserbruchdehnung ist: EmB – Emt > EfB /9/.

# $\sigma_{1B} = E_1(T) \epsilon_{1fB} \approx E_1(T) \epsilon_{1fB}$

Im Bereich 0<0<10 ist die Festigkeit stark vom Faserwinkel abhängig, sodaß bereits kleine Fehler bei der Faserausrichtung zu einer erheblichen Festigkeitsabnahme führen.

Die matrixdominierten Bruchkenngrößen t12B ( $\theta$ =45°, intralaminare Scherfestigkeit) und  $\sigma_{2B}$  ( $\theta$ =90° Querzugfestigkeit) sind temperaturabhängig und werden im allgemeinen experimentell bestimmt. Um diese Bruchkenngrößen zu berechnen, muß die Heterogenität der separaten UD-Schicht berücksichtigt werden. Bei Faserwinkeln  $\theta$  von 30° bis 90° werden Faser, Grenzschicht und Matrix hintereinander belastet (Reihenschaltung). Da die Kohlenstoffasern steifer als die Matrix bzw. die Grenzschicht sind, konzentrieren sich die Zugspannungen in der Matrix und der Grenzschicht. Liegt eine "ideale" Faser-Matrix-Haftung vor, tritt der Bruch in der Matrix ein. Bei Annahme einer quadratischen (nicht hexagonalen) Anordnung der Kohlenstoffasern wird die Querzugfestigkeit  $\sigma_{2B}$  anhand mikromechanischer Modelle aus der Zug-festigkeit der Matrix  $\sigma_{mB}$  wie folgt abgeschätzt /19/:



Bild 4: Zugfestigkeit einer separaten UD-Schicht bei drei Temperaturen in Abhängigkeit von der Orientierung der Fasern zur Richtung der einachsigen Zugbelastung.

$$\sigma_{2B}(T) = \sigma_{mB}(T) = \frac{1 - \left(\frac{V_f \, 4}{\pi}\right)^{1/2} \left(1 - \frac{E_m(T)}{E_{f2}(T)}\right)^{1/2}}{1 - V_f \cdot \left(1 - \frac{E_m(T)}{E_{f2}(T)}\right)^{1/2}}$$

Für die Berechnung der Scherfestigkeit  $\tau_{12B}$  innerhalb einer Schicht muß in Gleichung 16 die Zugfestigkeit der Matrix  $\sigma_{mB}$  durch die Scherfestigkeit ersetzt werden. Bei CFK-Verbunden ist die Faser-Matrix-Haftung jedoch häufig so gering, daß der Bruch in der Grenzschicht erfolgt und Gleichung 15 nicht anwendbar ist.

# 2.7 QUERRIBBILDUNG IN SYMMETRISCHEN KREUZVERBUNDEN BEI EINACH-SIGER ZUGBELASTUNG

In den heterogenen Verbundwerkstoffen treten bereits weit vor dem Totalversagen die ersten Teilschäden auf. Sie breiten sich bei steigender Belastung im Verbundwerkstoff aus und vermindern die Verbundsteifigkeit. Auf Grund der Festigkeitshypothese der separaten UD-Schicht (Glg. 12) wird das Auftreten des ersten Teilschadens unter Einbeziehung der thermischen Vorspannungen vorausberechnet (Berechnungsstufe IV). Bei Kreuzverbunden handelt es sich dabei um die Bildung von Querrissen in den 90°-Schichten. Der Beginn der Querrißbildung ist bei sehr geringen Schichtdicken (dm<1mm) von der Schichtdicke abhängig, da die UD-Verbundschichten eine gegenseitige Stützwirkung ausüben (s. Kap. 4.2.3).

Der erste Querriß wird gebildet, wenn die Bruchspannung der 90°-Schicht durch die äußere und die innere (thermische) Zugbelastung überschritten wird. Im Bild 5 ist die Spannungsverteilung in den 0°- und den 90°-Schichten nach Bildung des ersten Querrisses aufgetragen. Im Bereich des ersten Querrisses ist die Spannung der 90°-Schicht 0. Sie steigt gemäß Bild 5 beidseitig des Querrisses als exponentielle Funktion der Koordinate x entlang der 90°-Schicht wieder an. Die e-Funktion lautet:

$$\sigma'_{90}(x) = \sigma_{90B} (1 - e^{-\phi x})$$
<sup>(17a)</sup>

Darin ist  $\sigma_{90B}$  die Bruchspannung der  $90^{\circ}$ -Schicht im Kreuzverbund. Die Konstante  $\Phi$  bestimmt den Spannungsanstieg in der  $90^{\circ}$ -Schicht. Eine gute Übereinstimmung mit Experimenten wurde in /21/ für die folgende Herleitung der Konstanten gefunden:

$$\Phi = 2 \left( \frac{\overline{E}_{x}(T) \cdot \overline{G}_{23}(T)}{E_{2}(T) \cdot \overline{E}_{1}(T)} \cdot \frac{(d_{0} + d_{90})}{d_{0} \cdot d_{90}^{2}} \right)^{\frac{1}{2}}$$
(17b)

Die 0°-Schicht erfährt im Bereich des ersten Querrisses gleichzeitig eine Spannungsspitze $\Delta \sigma_0$ . Die Spannungsverteilung in der 0°-Schicht  $\sigma'_0(x)$  wird

(16)

19

durch die folgende e-Funktion beschrieben /22/:

$$\sigma_0'(x) = \sigma_0 + \Delta \sigma_0 \cdot e^{-\phi x}$$

$$\Delta \sigma_0 = \frac{\sigma_{90B} d_{90}}{d_0}$$
(17c)

mit

Wird die Spannung des Kreuzverbundes nach der Bildung des ersten Querrisses weiter gesteigert, treten beidseitig des ersten Querrisses in der Entfernung s zwei weitere Querrisse auf. Mit steigender Verbundspannung  $\overline{o_x}$  wird der Abstand zwischen den Querrissen jeweils halbiert. D.h. die Dichte der Querrisse nimmmt zu. Für die folgenden Betrachtungen wird die Querrißdichte **9** als der reziproke Abstand zweier Querrisse in einer 90°-Schicht definiert: **9** = 1/s. Einer analytischen Betrachtung der Spannungsverteilung zufolge /21/ steigt die Querrißdichte nach der Bildung des



ersten Querrisses als eine logarithmische Funktion der Verbunddehnung  $\epsilon_x$ an. Es gilt:

$$g_{90} \sim \ln(1 + \epsilon_x - \epsilon'_x)$$
 (18)

Darin ist  $\epsilon'_x$  die Dehnung des Kreuzverbundes bei der Bildung des ersten Querrisses.

Mit zunehmender Querrißdichte  $g_{90}$  verliert die 90°-Schicht ihre Steifigkeit und der E-Modul des Kreuzverbundes  $\overline{E_x}$  nimmt ab:  $\overline{E_x}=f(g_{90})$ . Als Steifigkeitsabnahme  $\Delta \overline{E_x}$  wird die Differenz zwischen dem ursprünglichen Elastizitätsmodul  $\overline{E_x}$  und dem Sekantenmodul  $\overline{E_s}$  definiert:  $\Delta \overline{E_x}=\overline{E_x}-\overline{E_s}$ . Solange Querrisse die einzigen Schäden im Kreuzverbund sind, ist die Steifigkeitsabnahme  $\Delta \overline{E_x}$  der Querrißdichte proportional:  $\overline{E_x}\sim g_{90}$ . Ein quantitativer Zusammenhang wird durch die folgende Gleichung gegeben /20/:

$$\Delta \overline{E}_{x} = C \cdot g_{90}$$
<sup>mit:</sup>  $C = \frac{2}{\sqrt{3}\Phi} \left[ \frac{E_{x}(T) \cdot (d_{0} + d_{90})}{E_{1}(T) \cdot d_{0}} - 1 \right]$ 
<sup>(19)</sup>

Bei steigender Belastung können im Kreuzverbund noch "Delaminationen" (zwischen der 0°- und der 90°-Schicht), "Längsrisse" und "Faserbrüche" (beide in der 0°-Schicht) auftreten, die die Reststeifigkeit bis zum Totalbruch weiter vermindern. Eine Beschreibung dieser Schadenstypen wird im Anhang gegeben.

Der Totalbruch des Kreuzverbundes tritt spätestens dann ein, wenn die Bruchdehnung der Fasern in den lasttragenden 0°-Schichten erreicht wird. Es gilt:

(20)

 $\varepsilon_{xB} = \varepsilon_{0B} = \varepsilon_{f1B}$ 

Voraussetzung dafür ist, daß die Querrisse der 90°-Schichten keine Spannungskonzentration auf die 0°-Schichten ausüben, durch die die Bruchdehnung der lasttragenden Kohlenstoffasern vermindert wird.

#### 3. DURCHFÜHRUNG DER VERSUCHE

In den folgenden Abschnitten werden die untersuchten CFK-Verbunde und die Versuchsanlagen beschrieben. Folgende Versuche wurden durchgeführt:

- einachsige Zugversuche und Zugschwell-Versuche,
- quasistatische Biegeversuche und schwingende Wechselbiegeversuche,
- Versuche zur Bestimmung der thermischen Ausdehnung und der thermischen Spannungen.

Zu jedem dieser Versuche werden die verwendeten Probenformen und die Versuchsbedingungen beschrieben.

#### 3.1 BESCHREIBUNG DER UNTERSUCHTEN FASERVERBUNDE

Für die Versuche wurden zwei mit hochfesten Kohlenstoffasern verstärkte technische Thermoplaste nach folgenden Gesichtspunkten ausgewählt:

- Die beiden Verbundarten sollten sich in der Faser-Matrix-Haftung gemäß der interlaminaren Scherfestigkeit wesentlich unterscheiden (vergleiche Tabelle 4).
- Beide Matrixwerkstoffe sollten bei tiefen Temperaturen ähnliche Eigenschaften besitzen; sie sollten zäh sein und selbst bei 5K eine Bruchdehnung aufweisen, die mindestens zweimal größer als die Faserbruchdehnung ist.

Die Wahl fiel auf das teilkristalline Polyetheretherketon (PEEK, Kristallitanteil ca. 30 Vol%) verstärkt mit hochfesten Kohlenstoffasern der Firma Hercules (Magnamite AS4) und das amorphe Polycarbonat (PC) verstärkt mit hochfesten Kohlenstoffasern der Firma Toho (HTA7). Die Kenndaten der Verbundkomponenten sind in Tabelle 2 und 3 aufgeführt<sup>v</sup>. In Tabelle 4 sind die Kenndaten der UD-Verbunde aus Zugversuchen und Dreipunkt-Biegeversuchen aufgeführt.

**Tabelle 2:** Mechanische Kennwerte der hochfesten Kohlenstoffasern nach Herstellerangaben (Bruchspannung  $\sigma_B$  und Bruchdehnung  $\epsilon_B$  aus dem Zug-versuch, Faserdurchmesser øf aus Mikroschliffen).

Hersteller	Art	ов МРа	E GPa	∈в %	<b>g</b> g/cm <sup>3</sup>	øf 10-6 m
Herkules	AS4-12K	3850±400	227	1,6	1,77	7,2± <sup>0,3</sup>
Toho	HTA7	3960±400	236	1,6	1,77	7,2± <sup>0,3</sup>

<sup>v</sup> Bei einem Vergleich der Kenndaten der AS4/PEEK-Verbunde mit den Kennwerten des PEEK muß berücksichtigt werden, daß in den Verbunden ein PEEK mit anderem Kristallisationsverhalten eingesetzt wird /28/.

**Tabelle 3:** Mechanische und thermische Kennwerte der thermoplastischen Matrixsysteme bei 293K, 77K und 5K (Bruchspannung  $\sigma_B$  und Bruchdehnung  $\epsilon_B$  aus dem Zugversuch).

Herst.	Name	Kurz- zeichen	T K	ов МРа	E GPa	G GPa	€в %	Tm Tg K K
ICI	Victrex	PEEK	293 77 5	90 200 190	3,9 5,9 6,7	1,6 2,2 2,5	150 5,1 3,3	607 416
Bayer	Macrolo 3200	n PC	293 77 5	65 190 200	2,5 4,9 5,6	1,0 1,9 2,2	110 15 5,6	423

**Tabelle 4:** Mechanische Kennwerte der unidirektionalen Verbunde bei Raumtemperatur nach Angaben der Hersteller (Index 1 = Faserrichtung, t13B = interlaminare Scherfestigkeit).

Hersteller	Kurzzeichen	Vf %	Bela- stung	оів MPa	Eı GPa	€1 B %	тізв МРА
Fiberite	AS4/PEEK (APC-2)	61	Biegung Zug	1880 2130	$\begin{array}{c}121\\134\end{array}$	1,45	105
Schunk	HTA7/PC	57	Biegung	1370	119	1,25	65

Zur Herstellung der AS4/PEEK-Prepregs wurden unbeschichtete Kohlenstoffasern speziell behandelt (aktiviert) und im Schmelzverfahren mit der Matrix impregniert (Firma Fiberite). Zur Herstellung der HTA7/PC-Prepregs wurden beschichtete Kohlenstoffasern (1,3 Gew% Epoxidprepolymere) mit einer Lösung aus Polycarbonat in Methylenchlorid (CH2-Cl2) imprägniert und anschließend getrocknet (Firma Schunk Kohlenstofftechnik).

Die Prepregs wurden jeweils geschichtet und unter Wärme zu unidirektional (UD) bzw. zu bidirektional (KV = Kreuzverbund) verstärkten Platten verpreßt. Eine Übersicht der Faseranordnungen und der Faservolumengehalte gibt Tabelle 5. Die aufgeführten Faservolumengehalte wurden anhand von Dichtemessungen und Mikroschliffen bestimmt. Beim Verpressen sind vergleichsweise hohe Temperaturen von 270°C (PC) bzw. 400°C (PEEK) notwendig, da

- die Glastemperatur Tg des amorphen PC bzw. die Kristallitschmelztemperatur Tm des PEEK hoch sind (die Härtetemperaturen herkömmlicher Epoxidverbunde liegen bei 50°C bis 180°C),

<sup>&</sup>lt;sup>VI</sup> Für PC bei 300°C, für PEEK bei 400°C; zum Vergleich: die Viskosität der unvernetzten Komponenten der Epoxide beträgt  $y^* \approx 1Pa \cdot s$  bei 120°C /5/.

Die PC-Verbunde wurden beim Verpressen infolge der hohen Viskosität nur auf einen Faservolumengehalt von max. 54 Vol.% verdichtet. Bei dieser Herstellungsmethode weisen beide Verbunde Faserwellen und fehlgeordnete Fasern auf. Die in dieser Arbeit bestimmten Kennwerte (s. Tabellen im Anhang) weichen von den Herstellerangaben in Tabelle 4 etwas ab, da sich die Faservolumengehalte Vf der Verbunde unterscheiden.

Kurz- zeichen	Tv ∘C	Verbund- art	Aufbau	Lagen zahl	- Lagend. mm	Platten- dicke, mm	Vf %
AS4/PEEK	>370	UD UD	[0]18 [90]18	18 18	0,118 0,118	2,13± <sup>1</sup> ,9% 2,13± <sup>1</sup> ,9%	63,9 63,9
		KV KV	[0/90]4s [016/9016]	16 32	0,128 0,130	2,05±1,3% 4,18± <sup>2,9%</sup>	58,5 57,4
НТА7/РС	>270	UD UD	[0]8 [90]8	8 8	0,279 0,279	2,23± <sup>5</sup> ,2% 2,23± <sup>5</sup> ,2%	53,8 53,8
		KV KV KV	[0/90]2s [0/90]20s [0s/908]	8 10 16	0,302 0,242 0,258	2,42± <sup>8</sup> ,4% 2,42± <sup>5</sup> ,0% 4,13± <sup>2</sup> ,9%	49,6 49,6 58,1

**Tabelle 5:** Charakterisierung der Faserverbundplatten (UD = unidirektionale Verbunde, KV = Kreuzverbunde).

#### 3.2 ZUGVERSUCHE

Die Zugversuche wurden an einer elektrodynamischen Resonanzprüfmaschine mit integriertem Spindelzugantrieb durchgeführt. Sie ist in Bild (6) schematisch dargestellt. Der Kryostat (7) wird durch die Einleitung verflüssigter Gase auf 77K (LN2) oder 5K (LHe) abgekühlt. Die Innenwände des Kryostaten sind durch Vakuumkammern und Superisolationsfolien von der Umgebungstemperatur thermisch isoliert. Die Zentralstange (8) und deren Durchführung in den Kryostaten befinden sich im Kontakt mit der Umgebungstemperatur. Durch ein langes Kraftgestänge wird die Kühlzone mit der Probe (10) vom Bereich der Durchführung thermisch abgekoppelt. Im Kraftgestänge wird die Probe mit der Zentralstange (8) gegen das Stützrohr (6) mit Zugkräften bis zu 100kN belastet.

Die quasistatischen Zugversuche werden mit dem Spindelantrieb (1) bei einer Abzugsgeschwindigkeit von ca. 0,8 mm/s durchgeführt. Im Kryostaten werden die Kräfte mit einer Quarzmeßscheibe (11) und die Deformationen wahlweise mit Dehnungsmeßstreifen oder angesetzten Dehnungsaufnehmern (10) gemessen. Diese Meßsysteme werden vor den Versuchen für tiefe Temperaturen geeicht. Außerhalb des Kryostaten werden die Kräfte mit einer Kraftmeßdose (5) und die Deformationen mit einem induktiven Wegaufnehmer (5) ständig kontrolliert. Bei den quasistatischen Zugversuchen war eine homogene Verteilung der Kühlmitteltemperaturen in der Probe jederzeit gegeben. Zur Durchführung der Zugschwell-Versuche wird das Schwingsystem Zusatzmasse(4)-Zentralstange(8)-Probe(10) mit dem Erregermagnet (2) gegen die Vorspannfeder (3) zu Resonanzschwingungen angeregt. Mit dieser Vorrichtung können Zugproben mit relativ hohen Frequenzen unter Zugschwell-Belastung (R=0,1) kraftgesteuert ermüdet werden. Die Prüffrequenz fr hängt ab von der Gesamtmasse mg und der Gesamtsteifigkeit Cg des Schwingsystems. Ist die Dämpfungskonstante dg des gesamten Schwingsystemes klein (hier: dg < 20 kg/s), errechnet sich die Resonanzfrequenz wie folgt:

$$f_{r} = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{C_{g}}{M_{g}} - \frac{d_{g}}{2M_{g}^{2}} \right)^{\frac{1}{2}} \approx \frac{1}{2\pi} \left( \frac{C_{g}}{M_{g}} \right)^{\frac{1}{2}}$$
<sup>(21)</sup>



Bild 6: Schematische Darstellung der Tieftemperatur-Materialprüfmaschine zur Bestimmung des Dauerschwingverhaltens.

Die mit verschiedenen Probenformen und Materialien gemessene Resonanzfrequenz fr ist in Bild 7 zusammen mit der nach Gleichung 21 berechneten Resonanzfrequenz in Abhängigkeit von der Probensteifigkeit Cp aufgetragen. Die Gesamtmasse wurde konstant gehalten. Durch Variation der Probensteifigkeit kann die Resonanzfrequenz zwischen ca. 60Hz und ca. 160Hz eingestellt werden. Die CFK-Verbunde wurden mit Frequenzen von 70Hz bis 100Hz geprüft.



Die quasistatischen Zugversuche und die zugschwellenden Versuche wurden an den in Bild 8a-c dargestellten taillierten Flachproben durchgeführt. Eine Taillierung ist notwendig, um bei tiefen Temperaturen Brüche im Bereich der Spannzangen zu vermeiden. Da die Verbundproben beim Abkühlen stärker kontrahieren als die Stahlspannzangen, müssen sie bei Raumtemperatur mit großen Druckkräften vorgespannt werden. Um Schäden im Spannbereich zu vermeiden, muß die Spannfläche möglichst groß sein. Bei unidirektionalen Verbunden gewährleistet eine Taillierung der Probendicke eine gleichmäßige, schrittweise Krafteinleitung in den Prüfquerschnitt (siehe Bild 8a). Die bidirektionalen Verbunde wurden mit breitentaillierten Proben gemäß Bild 8c geprüft. Bei der Gestaltung der taillierten Proben muß ein Kompromiß zwischen der Kerbwirkung (r bzw. Lo möglichst groß) und der Probensteifigkeit (Lo möglichst klein, fr möglichst groß) gefunden werden.

#### 3.3 PROBENERWÄRMUNG BEI SCHWINGENDER BEANSPRUCHUNG

Die Durchführung von Dauerschwingversuchen mit Frequenzen von 70Hz bis 100Hz ermöglicht eine erhebliche Zeit- und Kostenersparnis. Voraussetzung für die Prüfung mit hohen Frequenzen ist, daß die Kühlung mit den verflüssigten Gasen (LHe, LN<sub>2</sub>) ausreicht, um eine unzulässige Probenerwärmung durch innere Reibung zu unterbinden.



**Bild 8a-c:** Darstellung der verwendeten Zugproben: zur Prüfung unidirektionaler CFK-Verbunde a) in Faserrichtung, b) senkrecht zur Faserrichtung und c) zur Prüfung bidirektionaler CFK-Verbunde.

Das Maß der inneren Reibung ist der mechanische Verlustfaktor tanô /23/. Bei Temperaturen unterhalb 10K ist der Verlustfaktor tanô klein (<1·10<sup>-3</sup>) und jede Erwärmung der Proben wird sehr schnell ausgeglichen, da der Temperaturleitfähigkeitskoeffizient  $a=\lambda/c_p \cdot g$  etwa 10 bis 100 mal größer als bei Raumtemperatur ist /24/.

Die pro Volumenelement dissipierte Leistung P läßt sich aus der Frequenz fr, der Steifigkeit in Belastungsrichtung  $\overline{E_x}$  und der Oberdehnung  $\epsilon_o$  (Dehnungsmaximum eines Lastspiels) berechnen:

$$P = \pi \cdot \tan \delta \cdot f_r \cdot \overline{E}_x \cdot \varepsilon_0^2$$
<sup>(22a)</sup>

Den stärksten Einfluß hat die Oberdehnung.

Die durch die dissipierte Leistung P erzeugte Temperaturerhöhung  $\Delta$ T ist von der spezifischen Wärme c<sub>p</sub>, von der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  und vom Wärmeübergang an der Probenoberfläche abhängig. Es gilt nach der Laplace'schen Wärmeleitungsgleichung:

$$\dot{T} = P/g c_p - (\lambda/g c_p) \cdot div \, grad T$$
<sup>(22b)</sup>

Hier wird der stationäre Fall (T=0) und die stärkste Temperaturerhöhung $\Delta T$  (nämlich in der Probenmitte) betrachtet. Im stationären Zustand ist die Temperaturverteilung in der Probe von g und  $c_p$  unabhängig. Näherungsweise wird ein linearer Temperaturverlauf von der Probenmitte nach außen angenommen. Dafür gilt die Proportionalität:

$$\mathsf{P} \sim \lambda \cdot \Delta \mathsf{T} \tag{22c}$$

Der Proportionalitätsfaktor ist nur durch numerische Integration berechenbar, da alle beteiligten Parameter temperaturabhängig sind. Weiterhin kann ein Wärmewiderstand zum Kühlmedium auftreten, der einen schwer berechenbaren Temperatursprung an der Probenoberfläche bewirkt. Die Temperaturerhöhung wurde daher experimentell in der Probenmitte bestimmt. Dazu wurde eine sehr dünne Temperatursonde mittels eines Sackloches ( $\phi$ =1mm) in der Probenmitte appliziert. Die Erwärmung  $\Delta$ T wurde dann bei schrittweiser Laststeigerung bis zum Probenbruch als Funktion der Probendehnung  $\epsilon_0$ gemessen. Aus den Gleichungen 22a und 22c ergibt sich die Proportionalität:

$$\Delta T = k_{\rm p} \cdot \varepsilon_0^2 \tag{23}$$

Als Bezugspunkt für die Temperaturerhöhung  $\Delta$  T wurde jeweils die Temperatur des umgebenden Kühlmittels eingesetzt. In Bild 9 sind die Ergebnisse der Versuche bei drei Temperaturen für eine Prüffrequenz fr  $\approx 83$  Hz dargestellt. Bis zu einer Oberdehnung  $\epsilon_0 \approx 0.7\%$  sind die Wertepaare ( $\Delta$ T, $\epsilon_0$ ) sehr gut durch die quadratische Funktion Glg. 23 mit den Proportionalitätsfaktoren k<sub>p</sub> von 5 · 10<sup>5</sup>K (293K), 2 · 10<sup>4</sup>K (5K) und 3 · 10<sup>4</sup>K (77K) zu approximieren.

Mit Luftkühlung bei Raumtemperatur tritt eine starke Erwärmung der Proben von mehr als 70K auf. Im flüssigen Stickstoff (77K) dagegen ist die Probenerwärmung vernachlässigbar klein. Bei Heliumkühlung (5K) wurde eine etwas größere Probenerwärmung gemessen. Sie dürfte davon verursacht werden, daß sich die Probe mit einem Mantel aus Heliumgas umgibt, der den Wärmeübergang verschlechtert ("*filmboiling*"). Eine Erwärmung um 10K ist jedoch hier vernachlässigbar, da sich die mechanischen Kenngrößen der Verbunde unterhalb 30K kaum mehr ändern (siehe z.B. /23/).

Bei Oberdehnungen größer als 0,7% setzt bei allen Temperaturen eine starke Rißbildung an den Rändern des Sondenbohrloches ein, die bei Proben ohne Bohrloch nicht auftritt. Die Rißbildung verursacht eine lokale Temperaturerhöhung im Bereich der Temperatursonde und initiiert den Probenbruch. Die gemessene Temperaturerhöhung weicht daher von der quadratischen Funktion ab (schwarze Symbole in Bild 9). Die hier gemessene Temperaturerhö-
hung muß somit (bei einer vorgegebenen Probengeometrie) als obere Grenze der möglichen Probenerwärmung angesehen werden.



Bild 9: Temperaturerhöhung∆T in der Bohrung (ø=1mm) einer Zugprobe des Kreuzverbundes AS4/PEEK[0/90]4s als Funktion der Oberdehnung €0.

(24)

#### **3.4 BIEGEVERSUCHE**

Alle Biegeversuche wurden mit einer servohydraulischen Prüfmaschine bei einer konstanten Durchbiegungsgeschwindigkeit von 8,3·10<sup>-3</sup> mm/s (Kurzbiegung) bzw. 10<sup>-1</sup> mm/s (Langbiegung) durchgeführt. Der Aufbau des Kryostaten entspricht Bild 6.

Die interlaminare Scherfestigkeit  $\tau_{13B}$  wurde an prismatischen UD-Flachproben (Abmessungen in mm: L=20, b=20, d≈2,2) im Dreipunkt-Biegeversuch gemäß Luftfahrtnorm LN 2971 bestimmt. Das Verhältnis Auflagerabstand zu Probendicke L/d wurde so gewählt, daß die Biegemomente bzw. die Axialspannungen klein sind (HTA7/PC: L/d=4,5±5%, AS4/PEEK: L/d=4,7±2%) und die Probe infolge der Scherspannung im Probeninneren versagte. Zur Berechnung der interlaminaren Scherspannung wird folgende Gleichung angewendet:

$$\tau_{13} = 3F/(4 \cdot b \cdot d)$$

Sie wurde für isotrope Werkstoffe hergeleitet und ist für faserverstärkte Werkstoffe bei kleinen L/d-Verhältnissen nur bedingt anwendbar. Im Kurzbiegeversuch treten Scher- und Druckspannungsspitzen auf. In Bild 10 ist die Scherspannungsverteilung zwischen Druckfinne und Auflager in einer Kurzbiegeprobe nach FEM-Rechnungen (/25/,/26/) für ein L/d-Verhältnis von 4 dargestellt. Im Bereich der Druckfinnen und der Auflager ist das Madas Maximum der Scherspannungen zu den Probenoberflächen verschoben. Dort tritt eine Überlagerung aus Scherspannungen und Axialspannungen auf, die das Probenversagen beeinflußt. Die nach Gleichung 24 berechnete interlaminare Scherfestigkeit fällt bei Raumtemperaturversuchen an kohlenstoffaserverstärkten Thermoplasten im Bereich 4,4  $\leq$  L/d  $\leq$  13 stetig ab /26/. Sie ist daher keine Materialkonstante und soll nur zu Vergleichszwecken bei sonst konstant gehaltenen Versuchsbedingungen als Funktion der Temperatur bestimmt werden.



Bild 10: Scherspannungsverteilung in einer Kurzbiegeprobe im Längsschnitt nach /26/.

Die Biegefestigkeiten wurden an prismatischen UD-Flachproben (Abmessungen in mm: L=120, b=10, d $\approx$ 2,2) in einer Vierpunktbiegeeinrichtung nach ASTM D 790-71 durchgeführt. Der Durchmesser der Druckfinnen wurde auf 12,5mm vergrößert, um die Druckspannungen unter den Druckfinnen zu verringern, da die anisotropen Kohlenstoffasern gegen transversale Belastungen empfindlich sind. Das Verhältnis von Auflagerabstand zu Probendicke wurde so groß gewählt, daß die Proben unter den Axialkräften o1 versagten (L/d=  $36\pm1$ ). Bei linear-elastischem Verhalten treten die maximalen Axialspannungen in der Probenoberfläche auf und lassen sich nach der folgenden Gleichung berechnen :

$$\sigma_1 = F L / (b d^2)$$
<sup>(25)</sup>

Auch beim Biegeversuch treten unter den Druckfinnen Scherspannungsspitzen auf, die zum Scherversagen und zur Entlastung der Außenschicht führen. Die nach Gleichung 25 berechneten Biegebruchspannungen sind daher zu groß. Die Biegebruchspannungen kohlenstoffaserverstärkter Thermoplaste fallen bei Raumtemperatur infolge abnehmender Scherspannungsspitzen im Bereich  $30 \leq L/d \leq 60$  stetig /12/.

# 3.5 BESTIMMUNG DER INNEREN THERMISCHEN VORBELASTUNGEN

Infolge des unterschiedlichen Ausdehnungsverhaltens der Verbundkomponenten werden die CFK-Verbunde bei der Abkühlung von der Herstellungstemperatur auf die Einsatztemperaturen durch thermisch induzierte innere Spannungen vorbelastet. Zur Abschätzung der inneren thermischen Vorbelastung der Matrix in den UD-Verbunden, sowie der zusätzlichen thermischen Vorbelastungen zwischen den orthotropen Einzelschichten in den Kreuzverbunden wurde die integrale thermische Längenänderung  $\Delta L/L_0$  im Temperaturbereich von 293K bis 5K gemessen. Um die sehr geringe thermische Längenänderung in Faserrichtung zu erfassen, wurde ein Laser-Interferometer verwendet. Es ist ausführlich in /24/ beschrieben. Mit diesem Laser-Interferometer können Längenänderungen bis  $4 \cdot 10^{-7}$ m an prismatischen Hohlproben (mit Zentralbohrung) der Länge 50 mm gemessen werden.

Zur direkten Messung der thermischen Spannungen wurde gemäß Gleichung 10 die thermisch induzierte Krümmung  $K_{xt} \cdot d$  eines zweischichtigen asymmetrischen Kreuzverbundes (analog einem Bimetallstreifen) im Bereich Herstellungstemperatur T<sub>v</sub> bis 5K gemessen. Wie in Kapitel 4.1.2 beschrieben wird, sind die direkt gemessenen thermischen Vorspannungen in den Kreuzverbunden größer, als die aus den integralen thermischen Längenänderungen der Einzelschichten berechneten thermischen Vorspannungen. Erst wenn die Kreuzverbunde bei Raumtemperatur länger als 10<sup>3</sup>h gelagert wurden um zu relaxieren, wird eine Übereinstimmung mit der Rechnung gefunden.

#### 4. VERSUCHSERGEBNISSE

In den folgenden Abschnitten werden die wichtigsten Versuchsergebnisse besprochen:

Im ersten Abschnitt (Kapitel 4.1) wird überprüft, inwieweit die Temperaturabhängigkeit der Steifigkeiten und der inneren thermischen Vorbelastungen der CFK-Verbunde im Temperaturbereich von 293K bis 5K mit der klassischen Laminattheorie beschrieben werden können (s. Berechnungsstufe IV).

Im zweiten Abschnitt (Kapitel 4.2) werden die Schadensmechanismen und die Festigkeiten der CFK-Verbunde bei quasistatischer Beanspruchung untersucht (s. Berechnungsstufe V).

Im letzten Abschnitt (Kapitel 4.3) werden die Schadensmechanismen und Festigkeiten bei thermischer zyklischer und bei schwingender mechanischer Beanspruchung beschrieben.

Die quasistatischen Kennwerte wurden jeweils an mindestens 7 Proben (in Ausnahmen an mindestens 4 Proben) bei den Temperaturen 293K, 77K und 5K bestimmt. Die Wöhlerkurven wurden mit 7 bis 22 Proben bei 77K und ergänzend bei 5K bestimmt. Eine Betrachtung der Meßfehler in den einzelnen Versuchen und eine Zusammenfassung aller gemessenen und berechneten Kennwerte wird im Anhang in Form von Tabellen gegeben.

#### 4.1 GÜLTIGKEIT DER KLASSISCHEN LAMINATTHEORIE

#### 4.1.1 STEIFIGKEIT DER CFK-VERBUNDE BEI 293K, 77K UND 5K

Voraussetzung zur Berechnung der Spannungsverteilung in Mehrschichtverbunden anhand der klassischen Laminattheorie ist die Kenntnis der Steifigkeiten der separaten UD-Schicht E1(T) und E2(T). Die Steifigkeiten der separaten UD-Schicht und der Kreuzverbunde wurden in Zugversuchen bei 293K, 77K und 5K gemessen und nach Gleichung 2a, 2b (UD) sowie 5b (KV) berechnet. In den Bildern 11a und 11b sind die gemessenen Steifigkeiten im Vergleich zu den berechneten Steifigkeiten für die beiden untersuchten kohlenstoffaserverstärkten Thermoplaste über der Temperatur aufgetragen. Für die Berechnungen wurden die Kenndaten der Verbundkomponenten nach Tabelle 2 und 3 zugrundegelegt. Für die Querkontraktionszahl der Matrizes wurden die Werte 0,37 (293K) bzw. 0,35 (77K und 5K) nach /33/ eingesetzt. Die radiale Steifigkeit der hochfesten Kohlenstoffasern Ef2 beträgt 15 GPa /34/. Es wird eine ausreichende Übereinstimmung zwischen der Rechnung und dem Experiment gefunden.



Die Temperaturabhängigkeit der Steifigkeiten wird im wesentlichen durch die Änderung der Matrixsteifigkeit  $E_m(T)$  verursacht. In Faserrichtung ist die Steifigkeitszunahme beim Abkühlen gering (ca. 10%). Nach Gleichung 2a dominiert die quasi temperaturinvariante Fasersteifigkeit En.

Senkrecht zur Faserrichtung wird eine erhebliche Steifigkeitszunahme von 50% bis 100% gefunden, da die Versteifung der Matrix dominiert (Gleichung 2b). Die radiale Versteifung der Kohlenstoffaser selbst ist relativ gering. Zur Berechnung kann im betrachteten Temperaturbereich für die hochfesten Kohlenstoffasern ein temperaturinvarianter E-Modul Erz von 15GPa eingesetzt werden. Die Steifigkeit der Kreuzverbunde kann nach Gleichung 5a je nach Anteil an 0°- und 90°-Verbundschichten zwischen den Steifigkeiten der separaten UD-Schicht eingestellt werden.

## 4.1.2 INNERE THERMISCHE VORSPANNUNGEN DER CFK-VERBUNDE IN AB-HÄNGIGKEIT VON DER TEMPERATUR

Das Ausdehnungsverhalten der separaten UD-Schicht ist orthotrop: In Faserrichtung dominiert nach Gleichung 7a in Verbunden mit hohen Faservolumengehalten beim Abkühlen die geringe, positive axiale Längenänderung der Kohlenstoffasern. Senkrecht zur Faserrichtung hängt das Ausdehnungsverhalten nach Gleichung 7b von der negativen Längenänderung der Matrix und der negativen radialen Längenänderung der Kohlenstoffasern ab.

Die integrale thermische Längenänderung der separaten UD-Schicht wurde im Temperaturbereich von 293K bis 5K in Richtung der Orthotropieachsen gemessen. Ein Vergleich der integralen thermischen Längenänderungen der separaten UD-Schicht und der Matrix in Bild 13 zeigt, daß sich die thermischen Ausdehnungen der Kohlenstoffasern von denen der Matrix extrem unterscheiden. Beim Abkühlen von der Verarbeitungstemperatur wird die Matrix daher thermisch vorbelastet. Nach Gleichung 8 kann die thermische Vordehnung der Matrix  $\epsilon_{mt}$  direkt aus der Differenz der integralen thermischen Längenänderung zwischen der Matrix ( $\Delta L/L_0$ )m und der separaten UD-Schicht in Faserrichtung ( $\Delta L/L_0$ )1 abgeschätzt werden. In Tabelle 6 ist die thermische Vordehnung der Matrix in Faserrichtung  $\epsilon_{mt}$  für die zwei untersuchten kohlenstoffaserverstärkten Thermoplaste und ein hochvernetztes Epoxidharz nach /27/ angegeben.

**Tabelle 6:** Berechnete thermische Vordehnungen der Matrix  $\in_{int}$  einer separaten UD-Schicht in Richtung der Fasern (Glg. 8). Im Bereich zwischen der Herstellungstemperatur To und 293K wurde linear extrapoliert.

Verbund	Vf	To	∈mt,%	∈mt,%	∈mt,%
	Vol%	K	293K	77K	5K
AS4/PEEK	64	625	1,6	2,5	2,5
HTA7/PC	54	423	0,9	2,2	2,4
T300/EP /27/	60	492	0,9	2,0	2,1



Bild 13: Integrale thermische Längenänderung der Matrizes und der separaten UD-Schicht in Richtung der Orthotropieachsen in Abhängigkeit von der Temperatur.

Beim Abkühlen von der Herstellungstemperatur bis auf Temperaturen von ca. 77K steigt die thermische Vordehnung der Matrix an. Im Temperaturbereich von 77K bis 5K ändert sich der innere thermische Belastungszustand der Matrix wenig.

Die Ausdehnungskoeffizienten an und an der anisotropen hochfesten Kohlenstoffasern wurden mit den Gleichungen 7a und 7b aus den gemessenen Ausdehnungskoeffizienten der separaten UD-Schicht a1(T) und a2(T), den gemessenen Ausdehnungskoeffizienten der Matrix  $a_m(T)$ , den E-Moduli der Fasern En und der Matrizes  $E_m(T)$  nach Tabelle 2 und 3, und aus den Faservolumengehalten nach Tabelle 5 berechnet. Dabei handelt es sich um eine grobe Abschätzung, da die Gleichungen 7a und 7b empirisch für Polymerverbunde mit isotropen Fasern erstellt wurden. Die berechneten Ausdehnungskoeffizienten der Kohlenstoffasern sind in Tabelle 7 zusammen mit den gemessenen Ausdehnungskoeffizienten für drei Temperaturen aufgeführt. Für die berechneten Ausdehnungskoeffizienten bei Raumtemperatur wird eine gute Übereinstimmung mit Literaturwerten für hochfeste Kohlenstoffasern gefunden (z.B.  $a_{f1}=4,5\cdot10^{-7}K^{-1}$  und  $a_{f2}=1,8\cdot10^{-5}K^{-1}$  nach /34/).

		Matrizes gemessen	UD-Verbunde gemessen		Kohlenstoffasern berechnet	
i 1 1	T K	am 10 <sup>-5</sup> K <sup>-1</sup>	aı 10 <sup>- 7</sup> K- 1	a2 10 <sup>- 5</sup> K <sup>- 1</sup>	af 1 10 <sup>-7</sup> K <sup>-1</sup>	af 2 10-5 K-1
AS4/PEEK	293	4,7	-7	3,2	-12	2,3
	77	2,5	-8	1,7	-12	1,2
	5	0,1	-1	0,15	-1,2	0,18
HTA7/PC	293	6,8	- 3	3,8	-9	1,2
	77	4,5	- 5	2,1	-13	0,05
	5	0,5	- 3	0,25	-5	0,04

**Tabelle 7:** Gemessene Ausdehnungskoeffizienten der Matrizes und der separaten UD-Schicht, sowie berechnete Ausdehnungskoeffizienten der anisotropen Kohlenstoffasern.

Werden einzelne unidirektionale Schichten senkrecht zueinander zu Kreuzverbunden verpreßt, verursacht ihr anisotropes Ausdehnungsverhalten beim Abkühlen eine zusätzliche thermische Vorbelastung der UD-Verbundschichten untereinander (vgl. dazu Bild 3). Nach Gleichung 9b hängt die zusätzliche thermische Vordehnung zwischen den Schichten von der Differenz der integralen thermischen Längenänderung der separaten UD-Schicht senkrecht und parallel zur Faserrichtung  $(\Delta L/L_0)_2-(\Delta L/L_0)_1$  ab. In Tabelle 8 sind die zusätzlichen thermischen Vordehnungen zwischen den UD-Verbundschichten für drei symmetrische Kreuzverbunde angegeben, die nach Glg. 9b aus dem gemessenen Längenänderungen der separaten UD-Schichten berechnet wurden. Die zusätzlichen thermischen Vordehnungen bewirken in den UD-Verbundschichten eine Verminderung der axialen Vordehnung der Matrix in Faserrichtung  $\epsilon_{mt}$  (s. separate UD-Schicht). Gleichzeitig tritt eine zusätzliche thermische Vordehnung senkrecht zur Faserrichtung ∈zt auf. Da die Bruchdehnung senkrecht zur Faserrichtung klein ist, kann die zusätzliche thermische Vordehnung €2t im Kreuzverbund Schäden verursachen.

**Tabelle 8:** Berechnete thermische Vordehnungen  $\epsilon_{2t}$  senkrecht zur Faser in verschiedenen Kreuzverbunden. Im Bereich zwischen Herstellungstemperatur To und 293K wurde linear extrapoliert.

Verbunde	Fasergeh.	To	€2t %	€2t %	€2t %
	Vol%	K	293K	77K	5K
AS4/PEEK	58	625	1,0	1,5	1,6
HTA7/PC	50	423	0,4	1,0	1,1
T300/EP /2	27/ 60	492	0,3	1,0	1,1

Sind die UD-Verbundschichten asymmetrisch zur Mittelebene angeordnet, bewirkt die innere thermische Vorbelastung eine Verkrümmung des Kreuzverbundes. Bei einem zweischichtigen, asymmetrischen Kreuzverbund ist die thermische Krümmung K<sub>xt</sub> (reziproker Krümmungsradius) der Differenz der integralen thermischen Längenänderungen der separaten UD-Schicht senkrecht und parallel zur Einzelschicht proportional. Nach Glg. 9b und 10 gilt:

$$K_{xt} \sim [(\Delta L/L_0)_2 - (\Delta L/L_0)_1] \cdot (2\mu_{12}(T) + 1)^{-1}$$
 (26)

An Biegebalken der Kreuzverbunde AS4/PEEK[016/9016] und HTA7/PC[08/908] (Abmessungen in mm: d=4,1; b=10;  $L_x=120$ ) wurde die dimensionslose thermische Krümmung K<sub>xt</sub> d in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen. Sie ist in Bild 14 aufgetragen. Zum Vergleich wurde die dimensionslose Krümmung



nach Gleichung 10 und mit einem Rechenprogramm nach /35/ aus den Steifigkeiten E1 und E2(T) (Glg. 2a und 2b), sowie aus den gemessenen integralen thermischen Längenänderungen ( $\Delta L/L_0$ )1 und ( $\Delta L/L_0$ )2 berechnet. Aus den Experimenten können für die untersuchten Kreuzverbunde zwei Schlußfolgerungen gezogen werden:

1.) Bei den Kreuzverbunden mit PEEK-Matrix bauen sich die inneren thermischen Vorspannungen beginnend mit der Kristallisationstemperatur der Matrix auf (Tm=625K). Die inneren thermischen Vorspannungen relaxieren bei Raumtemperatur innerhalb einer Periode von  $10^2$ h bis  $10^3$ h um ca. 25%. Bei der Berechnung der thermischen Spannungen wurde die Kristalisation und die Relaxation der Matrix nicht berücksichtigt. Beide Vorgänge sind gegenläufig. Vermutlich führt die Kristallisation zu zusätzlichen Spannungen die durch Relaxationsvorgänge ausgeglichen werden. Nach einer Relaxationszeit von 10<sup>3</sup>h besteht eine zufällige Übereinstimmung zwischen Rechnung und Experiment. Bei dem derzeit noch unzureichenden Stand der Untersuchungen können die Rechnungen nur als eine grobe Abschätzung der thermischen Vorspannungen in Verbunden angesehen werden, die nach einer Raumtemperaturlagerung von 10<sup>3</sup>h geprüft wurden. Sollen Bauteile bei tiefen Temperaturen eingesetzt werden, so müssen diese zunächst bei Raumtemperatur gelagert werden, um die thermischen Spannungen abzubauen.

2.) Bei den Kreuzverbunden mit PC-Matrix bauen sich die inneren thermischen Vorspannungen beginnend mit der Glastemperatur des Polycarbonats auf ( $T_g$ =425K). Die Berechnungen stimmen mit den Experimenten nicht überein, da die untersuchten Verbunde bereits im Anlieferungszustand thermisch bedingte Risse aufwiesen. Die Risse entlasten Teilbereiche des Verbundes und verringern die gemessene thermische Krümmung. Eine Beurteilung des Relaxationsverhaltens der PC-Kreuzverbunde ist daher nicht möglich.

### 4.2 SCHADENSMECHANISMEN UND FESTIGKEITEN DER CFK-VERBUNDE BEI QUASISTATISCHER BEANSPRUCHUNG

## 4.2.1 SCHADENSMECHANISMEN UND FESTIGKEIT DER SEPARATEN UD-SCHICHT BEI 293K, 77K UND 5K

Um die Festigkeit der separaten UD-Schicht zu bestimmen, wurden UD-Verbunde bei drei verschiedenen Belastungsarten geprüft:

- Zugbelastung senkrecht zur Faser (Querzugfestigkeit),
- interlaminarer Scherbelastung (Kurzbiegeversuch),
- und Zugbelastung parallel zur Faser.

Im Querzugversuch und bei der interlaminaren Scherbelastung sind Faser, Grenzschicht und Matrix hintereinander geschaltet. Da die Kohlenstoffasern radial steifer als die beiden anderen Komponenten des Verbundes sind, tritt in der Matrix und der Grenzschicht eine Zug- und Scherspannungsüberhöhung auf. Das Versagen geht von der schwächeren dieser beiden Komponenten aus. Wie REM-Aufnahmen zeigen, geht der Bruch im **Querzugversuch** bei den HTA7/PC-Verbunden bei allen Temperaturen von der Grenzschicht aus. Bild 16 zeigt, daß keine Matrixreste an den Kohlenstoffasern haften. Die Faser-Matrix-Haftung ist bei den HTA7/PC-Verbunden daher schlecht. Die Querzugfestigkeit kann aus der Zugfestigkeit der Matrix mit Gleichung 16 nicht vorhergesagt werden, da ein Grenzschichtversagen vorliegt. Bei den AS4/PEEK-Verbunden verläuft der Bruch im Querzugversuch bei allen Temperaturen in der Matrix, wie Bild 17 darlegt. Die Faser-Matrix-Haftung ist gut. Dabei ist zu berücksichtigen, daß die Kohlenstoffaser von einer Hülle aus Matrixkristalliten umgeben ist. Bei diesem Verbund kann die Querzugfestigkeit nach Gleichung 16 aus der Matrixfestigkeit berechnet werden. Für die Berechnung wurde die Matrixfestigkeit  $\sigma_{mB}(T)$  und die Matrixsteifigkeit  $E_m(T)$  nach Tabelle 3, der Faservolumengehalt Vf nach Tabelle 5 und für beide Fasertypen ein radialer E-Modul Efz von 15GPa (nach /34/, vgl. Kap. 4.1.1) bei allen Temperaturen eingesetzt. In Bild 15 sind die gemessenen und die berechneten Querzugfestigkeiten über der Temperatur aufgetragen. Für den unidirektionalen AS4/PEEK-Verbund wird keine Übereinstimmung zwischen Rechnung und Experiment gefunden. Bei tiefen Temperaturen kann die zunehmende Matrixfestigkeit ( $\sigma_{mB} > 190MPa$  ab 77K) in den separaten UD-Schichten bei Querzugbelastung nicht genutzt werden.





#### Bild 16:

REM-Aufnahme der Bruchfläche einer Querzugprobe des Verbundes HTA7/ PC[90]8. Bruch bei 35MPa/293K. Der Transversalbruch verläuft entlang der Grenzschichten von Kohlenstoffasern und Matrix.

 $2 \ \mu m$ 4



#### Bild 17:

REM-Aufnahme der Bruchfläche einer Querzugprobe des Verbundes AS4/ PEEK[90]18. Bruch bei 105MPa/293K. Der Transversalbruch verläuft durch die Matrix, ohne die Grenzfläche zwischen Kohlenstoffaser und Matrix freizulegen.

2 µm

In Bild 18 ist die interlaminare Scherfestigkeit T13B (Kurzbiegeversuch) der UD-Verbunde aufgetragen. Bei tiefen Temperaturen nimmt die interlaminare Scherfestigkeit erheblich zu, da die Scherfestigkeit der Matrix analog der Zugfestigkeit bei tiefen Temperaturen ansteigt (vgl. Tabelle 3). Die Zunahme der Scherfestigkeit bedeutet, daß bei tiefen Temperaturen eine bessere Krafteinleitung in die Kohlenstoffasern möglich ist. Mit einer Matrix geringerer Schmelzviskosität (Makrolon 2400) wird gegenüber dem hier betrachteten PC-Verbund (Makrolon 3200) eine bessere Scherfestigkeit gemessen, da mit der Matrix geringerer Viskosität beim Verpressen eine homogenere Faserverteilung erreicht wird.



Bild 18: Interlaminare Scherfestigkeit der UD-Verbunde im Temperaturbereich von 5K bis 293K. AS4/PEEK[0]18 -X 64Vol%

HTA7/PC[0]8 54Vol% - Makrolon 2400 - Makrolon 3200

Die Zugfestigkeit olb der separaten UD-Schicht ist bei idealer Faserausrichtung nahezu temperaturinvariant, da sie nach Gleichung 15 im wesentlichen von den Fasereigenschaften abhängt. Die **Zugfestigkeit in Faserrichtung** ist jedoch überlagert von Matrixeigenschaften, die temperaturabhängig sind:

- Im Bereich von Faserbrüchen wird die Last mittels Scherübertragung durch die Matrix auf benachbarte Kohlenstoffasern umgelagert.
- Bei einer schlechten Faserausrichtung wird die Matrix durch Schubspannungen belastet.

Im ersten Fall steigt die Zugfestigkeit om der separaten UD-Schicht bei tiefen Temperaturen etwas an, da die Matrixsteifigkeit bei tiefen Temperaturen größer wird. Im zweiten Fall steigt die Zugfestigkeit ebenfalls an, da die Scherfestigkeit der separaten UD-Schicht analog der interlaminaren Scherfestigkeit zunimmt. In Bild 19 und 20 sind die Bruchdehnungen und die Bruchspannungen der separaten UD-Schicht in Faserrichtung über der Temperatur aufgetragen. Bei den untersuchten kohlenstoffaserverstärkten Thermoplasten wurde eine Zunahme der Zugfestigkeit von 12% und 18% gemessen.

Die fehlerhafte Anordnung der Kohlenstoffasern verursacht im Zugversuch Teilschäden. Sie rufen bei tiefen Temperaturen Spannungs- und Steifigkeitseinbrüche hervor, wie das typische Spannungs-Dehnungs-Diagramm in Bild 21 zeigt. Bei Raumtemperatur werden die Spannungseinbrüche durch das viskoelastische Verhalten der Matrix ausgeglichen.



41



**Bild 21:** Typisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm des unidirektionalen Verbundes AS4/PEEK[0]18 bei drei Temperaturen.

# 4.2.2 FESTIGKEIT DER UNIDIREKTIONALEN CFK-VERBUNDE IM VIER-PUNKT-BIEGEVERSUCH BEI 293K, 77K UND 5K

Theoretisch müßte die im Vierpunkt-Biegeversuch in Faserrichtung bestimmte Festigkeit der im Zugversuch bestimmten Festigkeit der separaten UD-Schicht entsprechen. Die Druckfinnen verursachen jedoch Scherspannungsspitzen, die das Versagen im Vierpunkt-Biegeversuch beeinflussen. Druckspannungsspitzen wurden in der Vierpunkt-Biegeeinrichtung weitestgehend vermieden, da Druckfinnen mit einem vergleichsweise großen Radius eingesetzt wurden. Im Biegeversuch hängt die Bruchspannung daher bei allen Temperaturen von der interlaminaren Scherfestigkeit ab. Wie Bild 22 zeigt, wurde für die betrachteten UD-Verbunde und zwei weitere unidirektional verstärkte Thermoplaste (HTA7/PSU und HTA7/PESU; Hersteller Schunk Kohlenstofftechnik) bei 293K, 77K und 5K der empirische Zusammenhang σ<sub>B</sub>≈15·τ<sub>13B</sub> gefunden. Bei 293K ist die Scherfestigkeit und Schersteifigkeit vergleichsweise klein und die Biegeproben versagen durch Ausknicken der Kohlenstoffasern an der druckbelasteten Oberfläche (Druckbruch). Bei 77K und 5K steigt die Scherfestigkeit, die Schersteifigkeit und die Druckfestigkeit an. Die Proben brechen unter höheren Spannungen an der zugbelasteten Oberfläche (Zugbruch).



Bild 22: Biegebruchspannung 01B verschiedener unidirektional verstärkter Thermoplaste als Funktion der interlaminaren Scherfestigkeit t13B, jeweils bei drei Temperaturen.

▲ AS4/PEEK 64Vol% ● HTA7/PC 54Vol% x HTA7/PSU 57Vol% ■ HTA7/PESU "

#### 4.2.3 DER SCHADENSPROZEß DER KREUZVERBUNDE IM EINACHSIGEN ZUGVERSUCH BEI 77K

Zur Bestimmung des Schadensprozesses wurden Zugproben mit polierten Oberflächen im einachsigen Zugversuch bei 77K sukzessive bis zum Probenbruch untersucht. Dabei wurden folgende Veränderungen in den Kreuzverbunden in Abhängigkeit von der Verbunddehnung  $\in_x$  mikroskopisch an der Probenoberfläche beobachtet:

- die Zunahme der Querrißdichte 9 90 in den 90°-Schichten,
- die Zunahme der Längsrißdichte 90 in den 0°-Schichten,
- und die Ausbreitung von Delaminationen zwischen den 0°- und den 90°-Schichten.

Mit Röntgendurchstrahlungsaufnahmen wurde festgestellt, inwieweit sich die Schäden in das Probeninnere ausbreiten. Mehr als 95% aller Risse durchtrennen die gesamte Verbundschichten sofort nach ihrer Initiierung (s. Anhang A). Die Rißdichte **S** wird daher definiert als die Zahl der Risse einer Schicht pro Schichtlänge (mm<sup>-1</sup>).

Bei einachsiger Zugbelastung eines Kreuzverbundes in einer der beiden Faserrichtungen versagen als erstes die transversalen Lagen ("90°-Schichten", Index 90). Dabei werden **Querrisse** in der 90°-Schicht gebildet. Nach der klassischen Laminattheorie kann die Bildung der Querrisse auf Grund der Festigkeitshypothese der separaten UD-Schicht (Glg. 12) unter Berücksichtigung der zusätzlichen thermischen Spannungen der Verbundschichten berechnet werden (Berechnungsstufe IV). Der Bruch der 90°-Verbundschichten wird danach eintreten, wenn die Bruchdehnung senkrecht zur Faser  $\epsilon_{2B} = \sigma_{2B}(T)/E_2(T)$  erreicht ist. Experimente haben jedoch gezeigt /20//21/, daß die Bruchdehnung dünner 90°-Verbundschichten  $\epsilon_{50B}$  größer ist, als die Bruchdehnung der separaten UD-Schicht  $\epsilon_{2B}$  senkrecht zur Faser.

Der wesentliche Grund liegt darin, daß die Spannungsverteilung innerhalb einer UD-Verbundschicht in der Laminattheorie nicht berücksichtigt wird. Tatsächlich tritt zwischen den fest haftenden Schichten eine Scherübertragung auf, die um so wirksamer ist, je dünner die Schichten sind. Die 0°-Schicht entlastet die 90°-Schicht und verhindert die Entstehung bzw. Ausbreitung von Querrissen bei Zugbelastung. Die Bruchspannung eines Kreuzverbundes steigt an, da die lasttragende 0°-Schicht durch weniger Querrisse angegriffen wird.

Die Bruchdehnung der 90°-Verbundschicht €90B kann bestimmt werden, wenn der Kreuzverbund bis zum Auftreten ihres ersten Querrisses (der bei einer separaten UD-Schicht zum Bruch führen würde) gedehnt wird. Dazu wurden Proben sukzessive gedehnt, bis bei der mikroskopischen Betrachtung der Probenlängsseiten Querrisse festgestellt wurden. Diese Untersuchung wurde an Kreuzverbunden mit unterschiedlichen Schichtdicken d90 durchgeführt. Wie in Bild 23 sehr deutlich zu sehen ist, steigt die Dehnung



**Bild 23:** Bruchdehnung der 90°-Schicht €90B im Kreuzverbund als Funktion der Schichtdicke d90.

Zum Vergleich: Bruchdehnung der separaten UD-Schicht senkrecht zur Faser E2B; Wert bei 293K nach /31/. E908 mit geringer werdender Schichtdicke stark an. Nach /20/ besteht zwischen der Bruchdehnung der 90°-Schicht und deren Schichtdicke der Zusammenhang: E908  $\sim$  (d90)<sup>-1/2</sup>. Eine quantitative Berechnung kann mit der spezifischen Bruchenergie GIC und der Steifigkeit E2(T) einer separaten UD-Schicht folgendermaßen berechnet werden /20/:

$$\varepsilon_{90B} = \left[G_{IC} / (E_2(T) d_{90})\right]^{-\frac{1}{2}}$$
(27)

Dabei wird GIC als obere Grenze der aufzuwendenden Bruchenergie der Matrix bzw. der Grenzschicht in der Verbundschicht eingesetzt. Die durchgezogenen Kurven in Bild 23 geben den Verlauf von Gleichung 17 für die Steifigkeit E2(T) nach Gleichung 2b und Bruchenergieen GIC  $\approx 240 \text{J/m}^2$  (PC) nach /29/ und GIC  $\approx 700 \text{J/m}^2$  (PEEK) nach /30/ wieder. Da die Untersuchungen bei 77K durchgeführt wurden, ist die thermische Vordehnung der 90°-Schichten im Betrag von  $\in_{90B}$  enthalten (s. dazu Tabelle 8).

Wird der Kreuzverbund über den Beginn der Querrißbildung bei der Verbunddehnung  $\epsilon'_x$  hinaus gedehnt, sollte die Querrißdichte als eine logarithmische Funktion der Verbunddehnung  $\epsilon_x$  ansteigen (Glg. 18). Im Bild 24 ist die mittlere Querrißdichte  $\overline{g}_{90}$  der untersuchten Kreuzverbunde bei 77K in Abhängigkeit von der Verbunddehnung  $\epsilon_x$  bis zum Probenbruch aufgetragen. Die HTA7/PC -Kreuzverbunde mit geringer Haftung zeigen bereits nach



**Bild 24:** Mittlere Querrißdichte  $\overline{9}_{90}$  verschiedener Kreuzverbunde als Funktion der Verbunddehnung  $\epsilon_x$  bei sukzessiver Zugbeanspruchung (77K) bis zum Probenbruch. Zum Vergleich @ 293K nach /31/.

der Abkühlung auf die Prüftemperatur von 77K infolge der thermischen Vordehnung  $\epsilon_{2t}$  Querrisse mit einer mittleren Dichte $\overline{g}_{90}$  zwischen 0,3 mm<sup>-1</sup> bis 1,0 mm<sup>-1</sup>. Bei den AS4/PEEK-Kreuzverbunden mit guter Haftung setzt die Bildung der Querrisse bei einer Verbunddehnung  $\epsilon_x=0,2\%$  ein. Bei allen Verbunden steigt die mittlere Querrißdichte $\overline{g}_{90}$  mit der Verbunddehnung  $\epsilon_x$ gemäß der Gleichung 18 an.

Die Bildung von **Längsrissen** in den 0°-Schichten der Kreuzverbunde ist von folgenden Kenngrößen abhängig:

- von den inneren thermischen Vordehnungen senkrecht zur Faser ∈zt,
- von der Faser-Matrix-Haftung,
- und von der Schichtdicke do.

In Bild 25 ist die mittlere Längsrißdichte  $\mathfrak{F}_0$  über der angelegten Verbunddehnung  $\epsilon_x$  für die Kreuzverbunde bei 77K aufgetragen. In den HTA7/PC-Kreuzverbunden mit schlechter Haftung werden bereits bei 77K Längsrisse durch die inneren thermischen Vordehnungen  $\epsilon_{2t}$  verursacht. Die Dichte der Längsrisse  $\mathfrak{F}_0$  nimmt bei weiterer äußerer Belastung bis zum Bruch etwas zu. Bei den gut haftenden AS4/PEEK-Kreuzverbunden treten erst beim Probenbruch Längsrisse auf.



Bild 25: Mittlere Längsrißdichte  $\overline{g}_0$  als Funktion der Verbunddehnung  $\in_x$ für verschiedene Kreuzverbunde bei 77K.

**Delaminationen** entstehen bei einer Verbunddehnung  $\in_x$  von ca. 1% (HTA7/PC) bzw. ca. 1,4% (AS4/PEEK). Sie beginnen an den Probenlängsseiten und an den Berührungspunkten von Längs- und Querrissen, insbesondere im Bereich der Faserondulationen. Die Delaminationen breiten sich bis zum Bruch der Probe zwischen der 0°-Schicht und der 90°-Schicht aus. Eine **Zusammenfassung** des Schadensprozesses wird in Tabelle 9 für den AS4/PEEK-Kreuzverbund bei 77K in Abhängigkeit von der Bruchdehnung  $\epsilon_x$  gegeben.

Verbunddehnung $\epsilon_x$ , %	Schicht	Komponente	Schadenstyp
0,2	900	Matrix	Querriß
0,6	00	Matrix	Schubbruch (Seiten)
0,7	00	Matrix	Schubbruch (Ondulation)
1,2	00	Faser	Schubbruch (Ondulation)
1,4	00	Matrix	Längsriß
1,5	0°/90°	Matrix	Delamination
1,52	0°	Faser/Matrix	Totalbruch d. Zugversagen

Tabelle 9: Schadensprozeß des Kreuzverbundes AS4/PEEK[0/90]4s bei 77K.

Die Querrisse und die Delaminationen bewirken eine Abnahme der Verbundsteifigkeit  $\overline{E_x}$ . Die Längsrisse üben bei einachsiger Zugbelastung nur einen geringen Einfluß auf die Steifigkeit aus, solange sie bei der Ausbreitung keine Fasern zerschlagen. Da Delaminationen bei den 77K-Zugversuchen nur in einem geringen Ausmaß auftraten, ist die Steifigkeitsabnahme  $\Delta \overline{E_x}$  der mittleren Querrißdichte  $\overline{390}$  in etwa proportional:  $\Delta \overline{E_x} \sim \overline{390}$  (vgl. Kap. 2.7).

Für eine quantitative Berechnung der Steifigkeitsabnahme mit Gleichung 19 wurden die Steifigkeiten E1, E2(T) und Ex(T) nach Gleichung 2a, 2b und 5b, sowie die Schichtdicken nach Tabelle 5 eingesetzt. Die Schersteifigkeit G23(T) wurde nach /36/ berechnet.

Tabelle 10 zeigt, daß bei 77K eine gute Übereinstimmung zwischen der aus der mittleren Querrißdichte 390 berechneten und der gemessenen Steifigkeitsabnahme besteht. Der Kreuzverbund HTA7/PC[0/90]2s zeigte bei 5K eine relativ große Steifigkeitsabnahme, die von großflächigen Delaminationen herrührt.

**Tabelle 10:** Steifigkeitsabnahme  $\Delta \overline{E_x}$  bis zum Probenbruch im 77K-Zugversuch für drei verschiedene Kreuzverbunde ('nach Glg. 19 aus der Querrißdichte 390 bei 77K berechnet).

Kreuzverbund	29	93K 77K	77K+	5 K
AS4/PEEK [0/90]4 s	39	% <3%	3%	4%
HTA7/PC [0/90]20s	49	% 6%	5%	9%
HTA7/PC [0/90]2 s	89	% 11%	8%	25%

# 4.2.4 BRUCHDEHNUNG UND FESTIGKEIT DER KREUZVERBUNDE IM EINACH-SIGEN ZUGVERSUCH BEI 293K, 77K UND 5K

Die Bruchdehnung der Kreuzverbunde nimmt bei tiefen Temperaturen etwas zu, da die Teilschäden infolge der zunehmenden Scherübertragung bei tiefen Temperaturen besser überbrückt werden (Bild 26). Beim AS4/PEEK-Kreuzverbund wird die Faserbruchdehnung von 1,6% bei tiefen Temperaturen erreicht. In den HTA7/PC-Kreuzverbunden bewirken Spannungskonzentrationen durch die Querrisse im gesamten Temperaturbereich geringere Bruchdehnungen von ca. 1,2%. Die Teilschäden verursachen bei der Zugbelastung eine Abweichung vom linearelastischen Spannungs-Dehnungs-Verhalten. Die Relation zwischen Bruchdehnung und Bruchspannung ist daher der Sekantenmodul E<sub>s</sub>, der kleiner als der Elatizitätsmodul  $\overline{E_x}$  ist. Mit einem etwas zunehmenden Sekantenmodul steigt auch die Festigkeit der Kreuzverbunde bei tiefen Temperaturen etwas an, wie Bild 27 zeigt.



# 4.3 SCHADENSPROZEβ UND FESTIGKEIT DER CFK-VERBUNDE BEI ZYKLI-SCHER THERMISCHER UND BEI SCHWINGENDER MECHANISCHER BE-LASTUNG

Zur Bestimmung des Schadensprozesses wurden einzelne polierte Proben in Abhängigkeit von der Zahl thermischer Schockzyklen Nt bzw. der Lastspielzahl N mit dem Lichtmikroskop an den Oberflächen auf Querrisse, Längsrisse und Delaminationen untersucht. Röntgendurchstrahlungsaufnahmen wurden hinzugezogen, um zu beurteilen, inwieweit sich die Schäden ins Probeninnere ausbreiten.

Bei den thermischen zyklischen Versuchen (Abkühlgeschw. ca. 1,8K·s<sup>-1</sup>) wurde die Restfestigkeit bei Raumtemperatur bestimmt, wenn sich die Schadensdichte mit der Zyklenzahl Nt nicht mehr wesentlich änderte.

Bei den Zugschwell- und den Wechselbiege-Versuchen wurden die Proben bis zur Bruchlastspielzahl NB beansprucht. Die Zugschwell-Versuche wurden mit relativ hohen Prüffrequenzen von 70Hz bis 100Hz durchgeführt (vgl. dazu Kapitel 3.3). Die Wechselbiege-Versuche wurden mit einer Prüffrequenz von ca. 10Hz durchgeführt. Bruchlastspielzahlen <10<sup>3</sup> wurden aus apparativen Gründen bei Frequenzen <1Hz gemessen.

# 4.3.1 SCHADENSMECHANISMUS UND ZUGFESTIGKEIT BEI THERMISCHER ZYKLISCHER BEANSPRUCHUNG

In Kap. 4.2.3 wurde gezeigt, daß die inneren thermischen Vordehnungen €2t bei den HTA7/PC-Kreuzverbunden mit schlechter Haftung in der Lage sind, bei Abkühlung auf 77K Querrisse und Längsrisse zu erzeugen. In den AS4/ PEEK-Kreuzverbunden bleiben diese Schäden aus. Durch wiederholtes schockartiges Abkühlen von 293K auf 77K sollte untersucht werden, ob sich weitere Schäden bilden, die die Zugfestigkeit vermindern.

Die Temperaturänderung bei der schockartigen Abkühlung bewirkt in den Kreuzverbunden eine Zunahme der thermischen Vordehnung €2t senkrecht zur Faser um maximal ca. 0,6% (HTA7/PC) bzw. um maximal ca. 0,5% (AS4/ PEEK) (vgl. Tabelle 8). Bild 28 zeigt die Dichte der Querrisse und der Längsrisse über der Zahl thermischer Schockzyklen Nt. Bei den HTA7/PC-Kreuzverbunden wird bereits im ersten Schockzyklus eine große Anzahl von Querrissen erzeugt, deren Dichte bei weiterer thermischer zyklischer Belastung nur noch geringfügig ansteigt. Bei den AS4/PEEK-Kreuzverbunden wurde nach 120 thermischen Zyklen keine Schädigung festgestellt. Die thermische zyklische Belastung hatte bei allen Kreuzverbunden keinen Einfluß auf die Zugfestigkeit bei Raumtemperatur.



Bild 28: Rißdichte als Funktion thermischer Schockzyklen (Kühlgeschwindigkeit  $\Delta T/\Delta t\approx 1.8K \cdot s^{-1}$ ).

# 4.3.2 SCHADENSPROZEß UND FESTIGKEITEN DER SEPARATEN UD-SCHICHT BEI ZUGSCHWELLENDER BEANSPRUCHUNG (77K)

Bei der schwingenden Belastung werden Schäden in den Verbunden angesammelt, die beim Erreichen der Bruchlastspielzahl NB abrupt zum Versagen führen. Dabei hängt die Bruchlastspielzahl NB von der Oberspannung oo ab. Die Oberspannung entspricht dem Spannungsmaximum eines Schwingspieles. Bei allen hier untersuchten CFK-Verbunden nahm die Oberspannung oo ständig mit der Lastspielzahl ab, d.h. es wurde innerhalb von 10<sup>7</sup> Lastwechseln keine "echte" Dauerfestigkeit gefunden. Da aus Zeitgründen keine längeren Versuche durchgeführt werden können, wird im folgenden die Oberspannung bei der Lastspielzahl 107 als Schwellfestigkeit 00(107) betrachtet. Zum Vergleich verschiedener Experimente wird die Schwellfestigkeit auf die statische Festigkeit normiert und als relative Schwellfestigkeit oo(107)/oib bezeichnet. Unter Einbeziehung der statischen Festigkeit (N=1) lassen sich die in den Versuchen gemessenen Wertepaare ( $\sigma_0$ , N<sub>B</sub>) für eine Bruchwahrscheinlichkeit von 50% durch die folgende Funktion mit den Parametern g und h approximieren:

$$\sigma_{o}(N) = \sigma_{o}(10^{7}) + \frac{\sigma_{1B} - \sigma_{o}(10^{7})}{\exp\left(\frac{\log N}{g}\right)^{h}}$$
(28)

50

In Bild 29 sind die approximierten Wöhlerkurven der separaten UD-Schicht bei Zugschwell-Belastung mit dem Lastverhältnis R=0,1 aufgetragen. Die relative Dauerfestigkeit beträgt ca. 40%. Bereits im ersten Lastspiel werden Schubbrüche zwischen den Kohlenstoffasern erzeugt (s. Zugversuche). Diese breiten sich als Längsrisse aus und zerbrechen fehlgeordnete Fasern (Prozeß des "fibre-bridging", s. Kap. 7A).



Bild 29: Wöhlerkurven der unidirektionalen Verbunde bei Zugschwell- Belastung ×□ und Biegeschwell-Belastung \* approximiert nach Gleichung 28.

Als Maß der fortschreitenden Schädigung wurde die Abnahme der Steifigkeit während der schwingenden Prüfung aufgezeichnet. Dazu wurde in diskontinuierlichen Schritten der Elastizitätsmodul E(N) bei einer Prüffrequenz von 0,01Hz als Funktion der Lastspielzahl gemessen. Die unidirektionalen HTA7/ PC-Verbunde versagten, wenn der E-Modul E(N) auf 97% des ursprünglichen E-Modules E(N=1) abgefallen war. Die unidirektionalen AS4/PEEK-Verbunde zeigten einen anderen Verlauf der Steifigkeitsabnahme mit der Lastspielzahl (siehe Bild 30). Nach einer Lebensdauer von ca. 95% der Bruchlastspielzahl NB verursachte eine Vielzahl von Längsrissen eine schrittweise Zerfaserung der Probe in einzelne Faserbündel. Bis zum Bruch nahm der E-Modul E(N) auf 70% des ursprünglichen E-Modules E(1) ab.



Bild 30: Degradation der normierten Steifigkeit E(N) einzelner Proben des unidirektionalen Verbundes AS4/PEEK[0]18 bis zum Bruch.

# 4.3.3 SCHADENSPROZEB UND FESTIGKEITEN DER KREUZVERBUNDE BEI ZUGSCHWELL-BEANSPRUCHUNG UND TEMPERATUREN VON 77K BZW. 5K

In den Kreuzverbunden tragen die 0°-Schichten den größten Teil der Belastung (bei D<sub>0</sub> = D<sub>90</sub> ca. 90%). Daher sollte das Dauerschwingverhalten der Kreuzverbunde von dem Dauerschwingverhalten der 0°-Schicht dominiert werden, wenn im Schadensprozeß keine Wechselwirkungen zwischen den 0°und den 90°-Schichten auftreten. Wie die Wöhlerkurven der Kreuzverbunde in Bild 31 zeigen, sind die relativen Schwellfestigkeiten der Kreuzverbunde



Bild 31: Tieftemperatur-Wöhlerkurven der Kreuzverbunde bei zugschwellender Belastung approximiert durch Gleichung 28: O 83Hz/77K, ● 83Hz/5K,
△ 96Hz/77K, □ 87Hz/77K.

mit 45% bis 50% etwas besser als die relativen Schwellfestigkeiten der separaten UD-Schicht in Bild 29. Scheinbar behindern die 90°-Schichten die Ausbreitung der Längsrisse in den 0°-Verbundschichten.

Bereits im ersten Lastspiel N=1 werden durch die Zugspannungen Querrisse in den Kreuzverbunden verursacht. Wie die Bilder 32 bis 34 zeigen, bleibt die mittlere Dichte der Querrisse  $\overline{g}_{90}$  bei allen Kreuzverbunden während der weiteren Zugschwell-Belastung zunächst konstant und steigt dann progressiv bis zum Probenbruch an. Ab einer Lebensdauer von ca. 10% der Bruchlastspielzahl wurde beobachtet, daß die Ausbreitung von Delaminationen beginnt. Gleichzeitig steigt bei den HTA7/PC-Kreuzverbunden die Längsrißdichte langsam an. Analog der zunehmenden Schädigung degradiert die Verbundsteifigkeit E(N) mit zunehmender Lastspielzahl (s. Kap. 2.7 und Glg. 19).



Bild 32: Normierte Steifigkeit E(N)/E(N=1)und mittlere Querrißdichte  $\overline{g}_{90}$  des Kreuzverbundes AS4/PEEK[0/90]4s als Funktion der Lastspielzahl N bei Zugschwell-Belastung mit verschiedenen Oberspannungen  $\sigma_0$  (in MPa).

Bild 33: Normierte Steifigkeit E(N)/E(N=1)und mittlere Querrißdichte  $\overline{S}_{90}$  des Kreuzverbundes HTA7/PC[0/90]20s als Funktion der Lastspielzahl N bei Zugschwell-Belastung mit verschiedenen Oberspannungen  $\sigma_0$  (in MPa).



Bild 34: Normierte Steifigkeit E(N)/E(N=1)und mittlere Querrißdichte  $\overline{\mathbf{5}}_{90}$  des Kreuzverbundes HTA7/PC[0/90]<sub>2s</sub> als Funktion der Lastspielzahl N bei Zugschwell-Belastung mit verschiedenen Oberspannungen  $\sigma_0$  (in MPa).

#### 4.3.4 AUSWIRKUNG DER TEILSCHÄDEN AUF DAS DÄMPFUNGSVERHALTEN DER KREUZVERBUNDE

Risse verursachen bei schwingender Belastung Reibung in den Bruchflächen. Daher steigt die innere Reibung, für die der Dämpfungsfaktor tanő ein Maß ist, mit der Rißdichte an. Anhand frei abklingender Torsionsschwingungen (T23) wurde der Einfluß der Querrißdichte auf die Energiedissipation gemessen. Bild 35 zeigt das Dämpfungsspektrum eines HTA7/PC-Kreuzverbundes als Funktion der Temperatur bei etwa konstanter Frequenz.



Bild 35: Dämpfungsfaktor tanð des Kreuzverbundes HTA7/PC [0/90]20₅ mit zwei verschiedenen Querrißdichten **9**90 als Funktion der Temperatur.

54

Das beobachtete Dämpfungsspektrum steigt generell mit der Rißdichte des Verbundes an (hier um den Faktor 1,3) und wird geringfügig zu höheren Temperaturen verschoben.

# 4.3.5 SCHADENSPROZEß UND FESTIGKEIT DER UD-VERBUNDE BEI SCHWIN-GENDER BIEGEBEANSPRUCHUNG BEI 77K

Bei allen schwingenden Biegeversuchen wurde die Einwirkung der Druckfinnen auf den Bruchprozeß bei Lastspielzahlen zwischen 10<sup>4</sup> und 10<sup>5</sup> an der Probenoberfläche sichtbar. Wie Bild 29 für den Verbund AS4/PEEK[0]18 zeigt, stimmen die Wöhlerkurven aus dem Biegeschwell-Versuch (R=0,1) und aus dem Zugschwell-Versuch im Bereich 10<sup>2</sup> bis ca. 10<sup>5</sup> überein, obwohl die Druckfinnen den Schadensprozeß beeinflussen.

In den Biegeversuchen wurde der Einfluß des Verhältnisses von Unterspannung zu Oberspannung  $R=\sigma_u/\sigma_o$  auf das Ermüdungsverhalten der unidirektionalen Verbunde bei 77K untersucht. Wie Bild 36 zeigt, besitzen die unidirektionalen Verbunde bei wechselnder Zug/Druck-Biegebelastung (R=-1) eine geringere Lebensdauer als bei Biegeschwell-Belastung (R=0,1; vgl. Bild 29). Die Wechselbiegefestigkeit beträgt nach 10<sup>7</sup> Schwingspielen bei 77K ca. 30% der quasistatischen Biegefestigkeit.



**Bild 36:** Wöhlerkurven der unidirektionalen Verbunde bei wechselnder Zug/Druck-Biegebelastung (R=-1) im Vergleich mit den Wöhlerkurven bei biegeschwellender Belastung (R=0,1):

Im Gegensatz zu den unidirektionalen Zugproben versagen die Biegeproben nur schrittweise. Bild 37 zeigt, daß der normierte E-Modul E(N)/E(N=1) des unidirektionalen PEEK-Verbundes stetig abfällt. Bei einem Elastizitätsmodul E(N) von 94% des Anfangsmodules E(N=1) bricht die Außenschicht durch kombiniertes Zug/Scherversagen und der Bruch wandert ins Probeninnere. Beim unidirektionalen PC-Verbund versagte die Außenschicht bei einem relativen E-Modul von 92%. Die Lastspielzahlen, bei denen das Versagen der Außenschicht eintrat, wurden als Bruchlastspielzahl NB bei der Erstellung der Wöhlerkurven zu Grunde gelegt.



**Bild 37:** Degradation der normierten Steifigkeit einzelner Proben des unidirektionalen Verbundes AS4/PEEK[0]<sub>18</sub> bei Zug/Druck-Wechselbelastung im Vierpunkt-Biegeversuch.

#### **5 DISKUSSION DER VERSUCHSERGEBNISSE**

### - Gültigkeit der klassischen Laminattheorie

Die elastischen Eigenschaften der untersuchten kohlenstoffaserverstärkten Thermoplaste lassen sich im gesamten Temperaturbereich von 5 bis 293K durch die klassische Laminattheorie vorhersagen. Aus der Verbunddehnung können die mittleren Spannungen der UD-Verbundschichten berechnet werden.

Anhand der Krümmung eines asymmetrischen Kreuzverbundes wurden die inneren thermischen Vorspannungen gemessen, die die UD-Verbundschichten aufeinander ausüben. Infolge der hohen Verarbeitungstemperaturen wurden bei den PEEK-Kreuzverbunden bereits bei Raumtemperatur innere thermische Vorspannungen von bis zu 120 MPa gemessen, die innerhalb einer Periode von 10<sup>2</sup>h bis 10<sup>3</sup>h um ca. 25% relaxieren. Faserverstärkte Bauteile mit thermoplastischer Matrix sollten daher bei Raumtemperatur gelagert werden, bevor sie bei tiefen Temperaturen eingesetzt werden, um die thermischen Spannungen zu relaxieren. Für die thermischen Vorspannungen wurde zwischen der Rechnung nach der klassischen Laminattheorie und den gemessenen Werten keine Übereinstimmung gefunden.

#### -Einfluß der Faser-Matrix-Haftung auf die Festigkeiten

Bei den Querzugversuchen und bei den interlaminaren Scherversuchen wurden die unidirektionalen Schichten mit Spannungskomponenten senkrecht zur Faser belastet, sodaß die Qualität der Haftung geprüft werden kann. Wie mit mikrofraktographischen Aufnahmen bewiesen wurde, ist die Faser-Matrix-Haftung in den PC-Verbunden bei allen Temperaturen gering. Alle Risse breiten sich entlang der Grenzschichten zwischen Kohlenstoffaser und Matrix aus. In den PEEK-Verbunden liegt eine gute Haftung vor. Alle Risse verlaufen durch die Matrix. Dieser Rißverlauf wird dadurch begünstigt, daß die Kohlenstoffaser von einer Hülle aus festen, tellerförmigen Matrixkristalliten umgeben ist /28/. Die Querzugfestigkeit ist im gesamten Temperaturbereich der Haftung entsprechend – bei den PC-Verbunden kleiner als bei den PEEK-Verbunden. Die interlaminare Scherfestigkeit hängt neben der Haftung vorwiegend von der Scherfestigkeit der Matrix ab. Bei sinkenden Temperaturen nimmt die interlaminare Scherfestigkeit mit steigender Matrixfestigkeit und Matrixsteifigkeit deutlich zu.

Auch bei Belastung in Faserrichtung beeinflußt die Haftung den Schadensprozeß und die Festigkeit. Bei mangelhafter Ausrichtung der Kohlenstoffasern verursachen Scherspannungen in der Matrix oder der Grenzschicht vorzeitige Schäden. Damit die freigewordenen Kräfte in benachbarte Fasern umgeleitet werden können, muß eine gute Faser-Matrix-Haftung vorliegen (Krafteinleitung durch Scherübertragung). Mit der interlaminaren Scherfestigkeit steigt daher die Bruchdehnung und die Zugfestigkeit der unidirektional verstärkten Thermoplaste etwas an. Bei 77K wird die Faserbruchdehnung von ca. 1,6% erreicht.

#### - Der Schadensprozeß der UD-Verbunde im Zugversuch

Da die Verbundspannungen vom Faservolumengehalt und bei den Kreuzverbunden auch vom Anteil der 0°-Schichten abhängen, ist es für Vergleiche zweckmäßig, die Verbunddehnung zu betrachten.

In den unidirektionalen Verbunden treten erste Scherbrüche bereits bei einer Schadensdehnung von 0,5 bis 0,7% auf (Faserondulationen, Probenränder). Bei den **unidirektionalen PC-Verbunden** entsteht im Bereich der Faserondulationen eine Anhäufung von Matrix- und Grenzschichtschäden in Verbindung mit Faserbrüchen. Da die freiwerdenden Kräfte bei schlechter Haftung nur teilweise von den benachbarten Kohlenstoffasern aufgenommen werden können, versagt die Probe im Bereich der Faserondulationen durch Transversalbruch. Bei den **unidirektionalen PEEK-Verbunden** breiten sich unter den Scherspannungen in der Matrix Längsrisse aus, die fehlgeordnete Kohlenstoffasern zerbrechen und die Steifigkeit vermindern. Beim Bruch zerfasern die Proben in eine Vielzahl einzelner Faserbündel.

#### Der Schadensproze ß der Kreuzverbunde im Zugversuch bei 77K

In den Kreuzverbunden bilden sich als erste Schäden Querrisse in den 90°-Schichten. Die Schadensdehnung hängt sowohl von der Dicke der 90°-Schichten, als auch von der Haftung zwischen Faser und Matrix ab. In den **PC-Kreuzverbunden** sind die inneren thermischen Vorspannungen senkrecht zu den Kohlenstoffasern in der Lage, bei Temperaturen zwischen 293K und 77K und Schichtdicken zwischen 0,24 mm und 0,6 mm Querrisse (in den 90°-Schichten) und Längsrisse (in den 0°-Schichten) zu erzeugen. Durch wiederholtes schockartiges Abkühlen von 293K auf 77K steigt die Zahl der Risse etwas an. Die Faserbruchdehnung wird bei tiefen Temperaturen nicht erreicht ( $\epsilon_{xB}=1,26\%$ ). Es ist anzunehmen, daß die Querrisse durch Spannungskonzentrationen die Bruchdehnung der 0°-Schicht vermindern.

In den **PEEK-Kreuzverbunden** mit Schichtdicken von 0,13 mm und 0,26 mm werden durch thermische Vorspannungen keine Risse hervorgerufen. Querrisse treten bei 77K erst bei einer (äußeren) Zugdehnung von 0,2% auf. Die Querrisse bleiben vor den 0°-Schichten stehen oder werden umgelenkt, da die Kohlenstoffaser von einer Hülle aus Matrixkristalliten umgeben ist /28/. Die Spannungskonzentration durch die Querrisse bleibt daher aus und bei tiefen Temperaturen wird die Faserbruchdehnung von 1,6% erreicht. Da sich die Vorschäden weitgehend auf Querrisse beschränken, werden mit dem PEEK-Kreuzverbund mehr als 97% der theoretischen Zugfestigkeit erreicht.

# Festigkeiten bei schwingender Belastung und tiefen Temperaturen

Für eine vergleichende Betrachtung wurden die Oberspannungen anhand der gemessenen Elastizitätsmoduli in Oberdehnungen €o umgerechnet<sup>VIII</sup>.

$$\varepsilon_{o}(N) = \sigma_{o}(N)/E_{1}$$
 bzw.  $\varepsilon_{o}(N) = \sigma_{o}(N)/E_{x}$  (29)

Die in Belastungsrichtung orientierten 0°-Verbundschichten tragen in Kreuzverbunden den Hauptteil der einachsigen Spannung (ca. 90%). Daher sollten die Eigenschaften der Kreuzverbunde unter schwingender Beanspruchung wesentlich von der Lebensdauer der 0°-Verbundschichten abhängen. Zunächst wurde die Lebensdauer der separaten UD-Schicht gemessen. Der einheitliche Verlauf der Wöhlerkurven für die beiden UD-Verbunde bei Zugschwell-Belastung weist auf einen vergleichbaren Schadensprozeß hin: Längsrißbildung durch mangelnde Faserorientierung und Scherermüdung der



Bild 35: Vergleich der Wöhlerkurven der untersuchten CFK-Verbunde bei Zugschwell-Belastung; die Oberspannungen wurden gemäß Gleichung 29 in Oberdehnungen umgerechnet<sup>vIII</sup>.

vⅢ Dadurch werden Wöhlerkurven mit konstanter Anfangsdehnung berechnet. Sie entsprechen nur dann Wöhlerkurven mit konstanter Oberdehnung €o, wenn sich der Elastizitätsmodul mit der Lastspielzahl nicht ändert. Fasern im Bereich der Ondulationen. Die Schwellfestigkeit  $\sigma_0(10^7)$  wird erreicht, wenn die anfängliche Dehnungsamplitude kleiner als 0,6% ist, sodaß im ersten Lastspiel N=1 keine Scherbrüche auftreten (vgl. Schadensdehnung im Zugversuch). Die Oberdehnung der unidirektionalen Thermoplastverbunde ist bei tiefen Temperaturen im Bereich der Schwellfestigkeit mit  $\approx 0,6\%$  etwas geringer als bei den konventionellen CFK-Verbunden (mit spröden Epoxiden 0,7%, mit zähen Epoxiden 0,8% /9/. Bei Raumtemperatur wurden für UD-Verbunde mit verschiedenen Matrizes ähnliche Oberdehnungen im Bereich der Schwellfestigkeit gemessen /10/: Mit PEEK-Matrix 0,65%, mit spröden Epoxiden 0,7 bis 0,95% und mit zähen Epoxiden 0,8%.

Entgegen der Annahme unterscheidet sich die Lebensdauer der 0°-Verbundschichten in den Kreuzverbunden von der Lebensdauer der separaten UD-Schicht, wie die verschobenen Wöhlerkurven in Bild 35 erkennen lassen. Im PC-Kreuzverbund vermindern die Querrisse durch Spannungskonzentrationen die Lebensdauer der 0°-Verbundschichten. Die Ausbreitung von Längsrissen wird durch die thermischen Vorspannungen begünstigt. In den dünnen 0°-Verbundschichten des PEEK-Kreuzverbundes mit guter Haftung wird die Bildung von Längsrissen im Gegensatz dazu unterdrückt. Die Lebensdauer der 0°-Verbundschicht steigt daher an. Die Oberdehnung des PEEK-Kreuzverbundes beträgt im Bereich der Schwellfestigkeit mehr als 0,8% (bei Raumtemperatur ca. 0,7% /10/).

Unter Biegewechsel-Belastung besitzen die UD-Verbunde bei gleicher Oberspannung eine geringere Lebensdauer, als unter Zugschwell-Belastung. Bei der Biegewechsel-Belastung mit dem Lastverhältnis R=-1 wurde eine Dehnungsamplitude von 0,4% im Bereich der Dauerfestigkeit bestimmt. Obwohl die Druckfinnen den Bruch durch Scherspannungsspitzen beeinflussen, ist die gemessene Dauerfestigkeit mit Raumtemperaturwerten vergleichbar ( $\epsilon_0 \approx$  0,3% /37/).

#### - Einfluβ der Probenform auf die Festigkeiten

Bei allen Temperaturen werden die gemessenen Festigkeiten von der Probenform beeinflußt. Dabei lassen sich zwei Ursachen unterscheiden:

1.) An den Probenrändern werden die Kompabilitätsbedingungen der klassischen Laminattheorie verletzt. So hängt z.B. die in der Probenmitte gemessene Querkontraktionszahl von dem Verhältnis Probendicke zu Probenbreite ab. Die Querkontraktionszahl nimmt mit zunehmender Probenbreite ab und nähert sich dem theoretischen Wert an (s. Anhang B). An den spannungsfreien Probenrändern wird die unterschiedliche Querkontraktion der UD-Verbundschichten durch Spannungen senkrecht zur Schichtebene ausgeglichen. Die Schadensentwicklung beginnt meist an den Probenrändern (Querrisse, Längsrisse und Delaminationen), schreitet ins Probeninnere fort und beeinflußt den Bruchprozeß. 2.) Um Brüche im Bereich der Krafteinleitung zu vermeiden, muß die Prüflast gleichmäßig in den zu prüfenden Probenquerschnitt eingebracht werden. Die Zugfestigkeit der taillierten Flachproben hängt deshalb vom Radius der Taillierung bzw. von der Probenlänge ab. Die interlaminare Scherfestigkeit und die Biegefestigkeit hängen vom Verhältnis der Probenlänge (zwischen den Auflagern) zur Probendicke ab. Einen idealen Prüfkörper stellen dünnwandige Rohre dar, bei denen Randeinflüsse ausgeschlossen sind und bei denen eine gleichmäßige Krafteinleitung in den Prüfquerschnitt möglich ist. Die Technologie zur Herstellung qualifizierter CFK-Rohre mit thermoplastischer Matrix wird erst entwickelt. Zur Zeit ist es daher schwer, den Randeinfluß sowie Spannungsspitzen bei der Materialprüfung auszuschließen.

#### 6. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Kohlenstoffaserverstärkte UD- und Kreuzverbunde mit thermoplastischer Matrix zeigen beim Abkühlen von Raumtemperatur (293K) auf tiefe Temperaturen (77K und 5K) eine Zunahme der Bruchdehnung, des Elastizitäts-Moduls und der Zugfestigkeit. Die Bruchdehnung nimmt trotz Versprödung der thermoplastischen Matrix zu, da die Lasten im Bereich lokaler Schäden infolge der ansteigenden Matrixsteifigkeit bei tiefen Temperaturen besser auf benachbarte Kohlenstoffasern übertragen werden. Voraussetzung dafür ist eine optimale Faser-Matrix-Haftung. Die untersuchten PEEK-Verbunde besitzen bei allen Temperaturen eine ausgezeichnete Haftung und sind daher bei einachsiger Zug-Beanspruchung konventionellen CFK-Verbunden mit Epoxid-Matrix überlegen.

Von äußerster Wichtigkeit für die Konstruktion ist die Dehnung, bei der sich in mehrschichtigen Verbunden bei tiefen Temperaturen die ersten Risse bilden. Dies gilt insbesondere für die Auslegung von Flüssiggas-Behältern, bei denen die Gasdiffusion unterbunden werden muß. In Kreuzverbunden mit geringer Faser-Matrix-Haftung (PC-Verbunde) sind die thermischen Vorspannungen bei tiefen Temperaturen in der Lage Risse zu initiieren. In Kreuzverbunden mit guter Haftung (PEEK-Verbunde) bilden sich bei tiefen Temperaturen erst bei einer äußeren Dehnung von 0,2% Querrisse. Bezüglich der ersten Rißbildung sind Kreuzverbunde mit thermoplastischer Matrix Epoxidharz-Verbunden vergleichbar. Es wurde gezeigt, daß die Rißbildung in Kreuzverbunden durch die Verwendung dünnerer Schichten (bei gleicher Gesamtdicke) unterbunden werden kann.

Die vergleichsweise hohe Viskosität der Thermoplaste verursacht bei der Herstellung der Verbunde häufig fehlgeordnete Fasern und Faserwellen. Durch diese Materialfehler entstehen bei tiefen Temperaturen unter Zugbelastung Teilbrüche in den lasttragenden Schichten. Bei Zugschwell-Beanspruchung bewirken die Materialfehler eine Abnahme der Schwellfestigkeit  $(10^7 \text{ Lastspiele})$  auf ca. 43% (UD-Verbunde) und auf 45% bis 50% (Kreuzverbunde) der Zugfestigkeit. Die Wechselfestigkeit (107) eines unidirektional verstärkten Flachstabes sinkt unter Biegewechsel-Beanspruchung bei tiefen Temperaturen auf ca. 30% der quasistatischen Biegefestigkeit. Um die ausgezeichneten Schwellfestigkeiten kohlenstoffaserverstärkter Epoxide zu erreichen, muß die Ausrichtung der Kohlenstoffasern beim Herstellungsprozeß optimiert werden. Ein derzeit in der Entwicklung befindliches Herstellungsverfahren basiert auf der sogenannten Hybridtechnik, bei der feinste Thermoplast- und Faserfilamente miteinander versponnen werden. Damit ist beim Erhitzungsprozeß eine wesentlich intensivere Faser-Matrix-Bindung und eine homogenere Faseranordnung möglich.

In Hinsicht auf die Konstruktion von Bauteilen der Tieftemperaturtechnologie sind zukünftige Untersuchungen auf mehrachsige Belastungen zu erweitern. Insbesondere fehlen zur Zeit zuverlässige Kenndaten der Scherfestigkeit bei tiefen Temperaturen. Dünnwandige Rohrproben sind für diese Untersuchungen erfolgversprechend, da sie eine Kombination von Zug- oder Drucklasten mit Torsionsmomenten erlauben und die störenden Randeinflüsse flächiger Proben ausschließen.
## 7 ANHANG

## A BESCHREIBUNG DER SCHADENSTYPEN UND BEGLEITENDE MIKROFRAKTOGRA-PHISCHE AUFNAHMEN

Die Vielzahl der in Faserverbunden auftretenden Schadenstypen läßt sich prinzipiell in zwei Kategorien einteilen: Faserschäden und Matrix/Grenzflächen-Schäden. Eine Übersicht der Schadenstypen in UD- und in Kreuzverbunden wird in Tabelle A1 gegeben. Die an den kohlenstoffaserverstärkten Thermoplasten beobachteten Schadenstypen sollen im folgenden an ausgewählten mikrofraktographischen Aufnahmen veranschaulicht werden. Die Röntgendurchstrahlungsaufnahme (Bild A1) eines Kreuzverbundes gibt eine Überblick über die auftretenden Schäden der Matrix und der Grenzschicht. Zum Vergleich wird im Bild A2 eine räumliche (schematische) Darstellung dieser Schäden gegeben. Bei der Röntgenaufnahme und bei allen Rasterelektronenmikroskopaufnahmen lag eine horizontale Belastung der Proben vor.

Tabelle	A1:	Schadensty	pen	in	UD-	und	Kreuzverbunden	bei	einachsiger	Zugbelas-
		tung in	Fase	erri	chtu	ng				

Verbund- art	Schadens- Schadens- kategorie typ		Schadensursache
UD	Faser- schaden	Faserbruch	Überschreiten der Faserbruch- bruchdehnung
		Faserscher- bruch	Fehlgeordnete Fasern werden durch Scherkräfte gebrochen
	Matrix/ Grenzfl Schaden	Längsriß	Versagen der Matrix durch Scherkräfte zwischen fehlge- ordneten Fasern, insbesondere an den Probenlängsseiten
кv			
0°-Schicht		wie UD-Ver	bund
90°- Schicht	Matrix/ Grenzfl Schaden	Querriß	Überschreiten der Bruchdehnung senkrecht zur Faser
0°/90°- Schicht	Matrix/ Grenzfl Schaden	Delamination	Spannungskomponenten senkrecht zur Schichtebene an den Pro- benrändern, Kreuzungspunkte zw. Längs- und Querrissen, Faserondulationen



**Bild A1:** Ausschnitt einer Röntgendurchstrahlungsaufnahme des Kreuzverbundes HTA7/PC[0/90]<sub>20s</sub>: Bei 77K mit einer Zugspannung von  $\overline{o_x}$  = 600MPa belastet. Probe mit Dijodmethan (J<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>) behandelt. Die Aufnahme wurde von der DFVLR (Köln), Institut für Strukturmechanik zur Verfügung gestellt.



Bild A2: Schematische Darstellung der Matrix- und Grenzflächenschäden in einem Kreuzverbund.

# Schadenstypen der UD-Verbunde und der 0°-Schichten in Kreuzverbunden

Die untersuchten UD-Verbunde und 0°-Schichten wiesen Abweichungen von der idealen Faseranordnung auf:

- Generell lag der Faserwinkel zur Belastungsrichtung zwischen 0° und 2°.
- In den Verbunden sind Faserwellen mit einem lokalen Faserwinkel zur Be lastungsrichtung von 3° bis 8° vorhanden. Der Faservolumengehalt schwankt zwischen Kern- und Randzonen der einzelnen Schichten um ca. ±5 Vol.% (AS4/PEEK) bzw. ca. ±10 Vol.% (HTA7/PC).

Diese Inhomogenitäten verursachen eine lokale Abnahme der Festigkeit auf bis zu 50% der theoretischen Zugfestigkeit. Im Bereich der Ondulationen entstehen Schäden durch Scherbelastung der Matrix und der Fasern, wie Bild A3 zeigt. Ausgehend von den Ondulationen breiten sich **Längsrisse** zwischen den Fasern unter Mode-II-Belastung aus. Laufen zwei Längsrisse beidseitig einer Faser oder eines Faserbündels aufeinander zu, werden die dazwischen liegenden Fasern durch Scherkräfte gebrochen (Prozeß des "*fibre-bridging*", Bild A4; vgl. /34/). Dieser Prozeß kann die Steifigkeit und die Festigkeit einer UD-Schicht durch Längsrißbildung wesentlich verringern.



## Bild A3:

Übersicht über den Bereich einer Faserondulation.

HTA7/PC[0/90]20s, 77K/422MPa/1·10<sup>6</sup>

100 μm



Bild A4: Bruch einer Kohlenstoffaser in der 0°-Schichte des Verbundes AS4/PEEK[0/90]4s durch Längsrisse beidseitig derselben.

77K/950MPa/7·10<sup>4</sup>

⊢——– 10 μm

# - Querrisse in der 90°-Schicht in Kreuzverbunden

In der 90°-Schicht treten **Querrisse** auf. Sie verlaufen bei geringer Haftung entlang der Grenzfläche (HTA7/PC, Bild A5) und bei guter Haftung in der Matrix (AS4/PEEK, Bild A6). Bild A7 zeigt, daß die Querrisse in den AS4/PEEK-Kreuzverbunden vor den 0°-Schichten stoppen und in einigen Fällen sogar umgelenkt werden.



**Bild A5:** Querriβ in der 90°-Schicht des Kreuzverbundes HTA7/PC[0/90]<sub>2</sub>0<sub>8</sub>.

77K/422MPa/1.10<sup>6</sup>

—→ 2 µm



## Bild A6:

Querriß in der 90°-Schicht des Kreuzverbundes AS4/PEEK[0/90]4s.

77K/880MPa/5·10<sup>4</sup>

l—— − 2 μm

**Bild A7:** Querriβ in der 90°-Schicht des Kreuzverbundes AS4/PEEK[0/90]4s, der vor der 0°-Schicht umgelenkt wurde.

77K/880MPa/5·104

⊢−−−− 10 µm

## **B** FEHLERBETRACHTUNG

#### ~ Spannungsmessung

Der Fehler der Spannungsmessung hängt bei den einzelnen Versuchen im wesentlichen von den folgenden zwei Einzelfehlern ab:

- vom Fehler bei der Kraftmessung,
- vom Fehler bei der Querschnittsbestimmung des Probekörpers.

Der Fehler bei der Spannungsmessung im Zugversuch errechnet sich für eine Fehlerverteilung nach der Gauß'schen Verteilungsfunktion gemäß der Gleichung:

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = \sqrt{\frac{\Delta F}{F}^2 + \frac{\Delta b}{b}^2 + \frac{\Delta d}{d}^2}$$

In Tabelle B1 wird eine Zusammenfassung der Fehler der Spannungsmessung in den verschiedenen Versuchen gegeben. Im einzelnen waren die größten Fehler: Im Zugversuch der Temperaturgang der Quarzmeßscheibe mit  $\Delta F/F=\pm 3\%$ ; im Zugschwell-Versuch zusätzlich eine überlagerte Schwebung  $\Delta F/F=\pm 5\%$ ; in den Biegeversuchen die Inhomogenität der Probendicke  $\Delta d/d=1\%$ .

Versuchsart	<b>∆</b> F∕F	<b>∆</b> b/b	∆d∕d	<b>Δ</b> σ/σ	
Zugversuch	3 %	0,5 %	1 %	3,2 %	
Zugschwell-V.	5 %	0,5 %	1 %	5,1 %	
Kurzbiegev.	1 %	0,5 %	1 %	1,5 %	
Langbiegev.	1 %	0,5 %	1 %	2,1 %	
Wechselbiege-V.	1 %	0,5 %	1 %	2,3 %	

Tabelle B1: Fehler der Spannungsmessung in den Versuchen

Die Bruchspannungen hängen von der Probenform ab, da bei den taillierten Proben eine Kerbwirkung auftritt /26/. Generell wurde für die bei Raumtemperatur bestimmten Bruchspannungen eine gute Übereinstimmung mit anderen Arbeiten gefunden /26//31/.

#### - Dehnungsmessung

Der Fehler bei der Dehnungsmessung hängt im wesentlichen von folgenden Einzelfehlern ab:

- vom Fehler bei der Bestimmung der Bezugslänge,
- von zusätzlichen Verlängerungen in den Spannbacken (Zugversuch)
- und von der Inhomogenität der Probendicke (Biegeversuch).

In Tabelle B2 wird eine Zusammenfassung der Fehler der Dehnungsmessung in den einzelnen Versuchen gegeben.

Versuchsart	∆Lo/Lo	<b>∆</b> (L-L0)/(L-L0)	<b>∆</b> d/d	<b>≬</b> €/€
Zug, Dehnmeßstreifen	1 %			1 %
Zug, Interkalibration	1 %	5 %		5,1 %
Biegung	1 %		1 %	2,2 %

Tabelle B2: Fehler der Dehnungsmessung in den Versuchen

## - Messung des Elastizitätsmodules

Der Fehler bei der Messung des Elastizitätsmodules ergibt sich aus den Fehlern der Spannungs- und der Dehnungsmessung. Da alle E-Modulmessungen im quasistatischen Zugversuch durchgeführt wurden, ist der Fehler kleiner 5,1%.

### - Messung des Ausdehnungskoeffizienten

Der Fehler bei der Messung der integralen thermischen Längenänderung hängt von den folgenden Einzelfehlern ab:

- vom Fehler beim manuellen Zählen der Interferenzschritte,
- vom Fehler bei der Bestimmung der Bezugslänge Lo
- und von der Auflösung des Laser-Interferometers (320nm).

Daraus ergibt sich für die Ausdehnungsmessungen in Faserrichtung ein Meßfehler von ca. 6 %, senkrecht zur Faserrichtung ein Meßfehler von 0,2 %.

# C ÜBERSICHT ALLER KENNWERTE

Verbund	Kenn- gröβe	Ein- heit		Tem 5K	perat 77K	u r 293K	Glei- chung
AS4/PEEK [0]18	σib	MPa	gem. ber.	2330± <sup>80</sup> 2550	2270±100 2550	2080± <sup>4 0</sup> 2480	15
(parallel zur	E1	GPa	gem. ber.	159± <sup>5</sup> 156	155±4 156	142± <sup>5</sup> 155	2a
richtung)	Es	GPa	gem.	$152\pm^{7}$	142± <sup>9</sup>	139±10	
	μ2 1		gem. ber.	0,35 0,26	0,36 0,26	0,3 0,3	2c
	€1 B	%	gem. ber.	1,6± <sup>0,05</sup> 1,6	1,6± <sup>0,10</sup> 1,6	1,5± <sup>0,10</sup> 1,6	15
AS4/PEEK [90]18 64 Vol%	σ2 в	MPa	gem. ber.	$90 \pm 20$ 120	90± <sup>9</sup> 120	105± <sup>3</sup> 60	16
(senk- recht zur	E2	GPa	gem. ber.	14,5± <sup>0</sup> ,7 13,9	13,2± <sup>0,4</sup> 13,2	11,1± <sup>0,6</sup> 10,8	2b
richtung)	μ1 2		gem. ber.	0,08 0,03	0,07 0,03	0,04 0,02	2c
   	€2 В	%	gem.	0,6± <sup>0</sup> ,1	$0, 7 \pm 0, 1$	1,1±0,1	
AS4/PEEK [0/90]4s	σx b	MPa	gem. ber.	1260±40 1260	1260± <sup>70</sup> 1260	1030± <sup>60</sup> 1220	5b
30 001%	Ex	GPa	gem. ber.	80± <sup>5</sup> 79	80± <sup>7</sup> 79	77± <sup>4</sup> 76	5b
	Es	GPa	gem.	79± <sup>3</sup>	79± <sup>5</sup>	$74 \pm 5$	
	μух		ber.	0,06	0,05	0,04	5c
	€хв	%	gem. ber.	1,6± <sup>0,1</sup> 1,6	1,6± <sup>0,1</sup> 1,6	1,4± <sup>0,03</sup> 1,6	5b

**TABELLE C1:** Mechanische Kenngrößen der AS4/Polyetheretherketon-Verbunde gemessen (gem.) im quasistatischen Zugversuch bei drei Temperaturen im Vergleich mit Berechnungen (ber.).

Verbund	Kenn- gröβe	Ein- heit		Tem 5K	peratu 77K	r 293K	Glei- chung
HTA7/PC [0]8	σ1 Β	MPa	gem. ber.	2060±190 2080	1980±120 2080	1700±160 2060	15
(parallel zur	E1	GPa	gem. ber.	130±5 130	135±7 130	122± <sup>7</sup> 129	2a
richtung)	Es	GPa	gem.	129±14	$132 \pm 12$	121±7	
	μ2 1		gem. ber.	0,36 0,26	0,39 0,26	0,35 0,30	2c
	€1 B	%	gem. ber.	1,6± <sup>0</sup> ,1 1,6	1,5±0,1 1,6	1,4± <sup>0,1</sup> 1,6	15
HTA7/PC	σ2 в	MPa	gem.	54±7	51± <sup>11</sup>	34±5	
54 Vol% (senk-	E2	GPA	gem. ber.	13,5± <sup>0</sup> ,6 13,2	12,0± <sup>0,4</sup> 12,1	7,8± <sup>0,6</sup> 7,5	2ъ
Faser- richtung)	μ1 2		gem. ber.	0,07 0,04	0,06 0,03	0,04 0,02	2c
	€2 B	%	gem.	$0, 4 \pm 0, 1$	$0, 4 \pm 0, 1$	$0, 4 \pm 0, 1$	
HTA7/PC [0/90]20s 50 Vol%	σхв	MPa	gem. ber.	810± <sup>80</sup> 1250	790±90 1230	670±43 1200	5Ъ
	Ex	GPa	gem. ber.	74±3 78	70± <sup>5</sup> 77	70± <sup>5</sup> 75	5b
	Es	GPA	gem.	67± <sup>9</sup>	66± <sup>9</sup>	67± <sup>8</sup>	
	μух		gem. ber.	12± <sup>0</sup> , 1 0,07	0,12 0,06	0,08 0,04	5c
	€xB	%	gem. ber.	 1,6	1,2± <sup>0</sup> ,1 1,6	1,0±0,1 1,6	5b

TABELLE C2: Mechanische Kenngrößen der HTA7/Polycarbonat-Verbunde gemessen (gem.) im quasistatischen Zugversuch bei drei Temperaturen im Vergleich mit Berechnungen (ber.).

Verbund	Kenn- gröβe	Ein- heit		Tem 5K	peratu 77K	r 293K	Glei- chung
HTA7/PC [0/90]2s	σχ Β	MPa	gem. ber.	570± <sup>50</sup> 1070	660± <sup>80</sup> 1060	480± <sup>20</sup> 1010	5b
	Ex	GPa	gem. ber.	63± <sup>12</sup> 67	59±13 66	48± <sup>3</sup> 63	5b
	Es	GPa	gem.	47±12	51± <sup>13</sup>	$44 \pm 3$	
	μ1 2		gem. ber.	0,06 0,07	0,06	0,04 0,03	5с
	€хв	%	gem. ber.	1,2± <sup>0</sup> ,3 1,6	1,3± <sup>0</sup> ,3 1,6	1,1± <sup>0,05</sup> 1,6	5b
HTA7/PC [±45]s	σχ Β	MPa	gem. ber.	101	110± <sup>20</sup> 96	60	14
	Ex	GPa	gem. ber.	20	16± <sup>1</sup> 18	 11	/35/
	G1 2	GPA	gem. ber	 5,1	6,2 5,1	3,0	/36/
	μух		gem. ber.	0,72	0,75 0,74	0,83	/35/
	€xB	%	gem.		$1, 2 \pm 0, 5$		

**TABELLE C2-FORTSETZUNG:** Mechanische Kenngrößen der HTA7/Polycarbonat-Verbunde gemessen (gem.) im quasistatischen Zugversuch bei drei Temperaturen im Vergleich mit Berechnungen (ber.).

Verbund	Kenn- gröβe	Ein- heit	Temperatur 5K 77K 293K
AS4/PEEK	<b>σ</b> 1 b	MPa	$2870\pm^{70} 2570\pm^{200} 2030\pm^{300}$
	Eı	GPa	$154\pm^5$ $140\pm^7$ $141\pm^7$
	€1 B	%	1,9 1,8 1,4
	<b>τ13</b> Β	MPa	$190\pm^{10}$ $170\pm^{10}$ $112\pm^{2}$
HTA7/ PC 3200	<b>σ1 b</b>	MPa	$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$
[0]8	E1	GPa	124± <sup>9</sup> 120± <sup>30</sup> 120± <sup>30</sup>
	€1 B	%	1,7 1,7 0,8
	τ13в	MPa	$140\pm^{15}$ $140\pm^{15}$ $64\pm^{1}$
HTA7/ PC 2400 [0]8	τ13B	MPa	$163\pm^3$ $150\pm^5$ $67\pm^1$

TABELLE C3: Mechanische Kenngrößen der unidirektionalen kohlenstoffaserverstärkten Thermoplaste gemessen im quasistatischen Biegeversuch bei drei Temperaturen (theoretische Kennwerte siehe Zugversuche).

.

**TABELLE C4:** Bruchdehnung  $\in 90^{\circ}$  der  $90^{\circ}$ -Verbundschicht in den CFK-Kreuzverbunden (Beginn der Querrißbildung) in Abhängigkeit von der Schichtdicke d90; zum Vergleich ist die gemessene Bruchdehnung  $\in 228$  der separaten UD-Schicht aufgeführt, die bei der klassischen Laminattheorie als Verbunddehnung eingesetzt wird (\* Raumtemperaturwerte nach /31/; \* Bruchdehnung bei logarithmischer Auftragung extrapoliert).

Kreuzverbund	Schichtdicke døø, mm	€90 berechnet	B, % gemessen	Eгв, % gemessen	
HTA7/PC [0/90]20s	0,24	0,91	1,04	0,37	
НТА7/РС [0/90]2 в	0,30 0,60	0,81 0,57	0,70+ 0,55+	0,43 0,43	
HTA7/PC [016/9016]	2,07	0,32	0,41	0,45	
AS4/PEEK [0/90]4 s	0,13 0,26	1,64 1,17	1,71 1,61	0,71 0,71	
AS4/PEEK [02/902]25	0,26*	1,17	1,68*	1,09*	
AS4/PEEK [032/9032]	2,09	0,42	1,27	0,96	

**TABELLE C5:** Kennwerte der Wöhlerkurven die in den Dauerschwingversuchen an den CFK-Thermoplastverbunden bestimmt wurden (R=0,1 Zugschwell-Versuche bzw. Biegeschwell-Versuche; R=-1 Wechselbiege-Versuche; g und h sind Parameter der Funktion Glg. 28 zur Beschreibung der Wöhlerkurven;  $\epsilon_0$  ist die anfängliche Oberdehnung bei einer Oberspannung im Bereich der Dauerfestigkeit gemäß Glg. 29).

Verbund	R	fr	<b>σ1 b</b>	σ <sub>0</sub> (10 <sup>7</sup> )	$\frac{\sigma_0 (10^7)}{\sigma_0 \pi}$	g	h	$\frac{E(N_B)}{E(N-1)}$	€o(10 <sup>7</sup> )
		Hz	MPa	MPa	%			%	%
AS4/PEEK	0,1	76	2270	1000	44	5,5	3,1	85	0,8
	0,1	10	2570	1060	41	4,9	2,3	94	0,7
t t t	- 1	10	2570	780	30	4,6	3,9	94	0,5
HTA7/PC	0,1	70	1980	860	43	6,7	2,4	98	0,6
   	-1	10	2037	610	30	4,8	3,4	92	0,5
AS4/PEEK [0/90]4s	0,1	83	1260	670	53	4,9	2,8	98	0,8
HTA7/PC [0/90]20g	0,1	96	790	380	48	5,2	2,5	90	0,6
HTA7/PC [0/90]2s	0,1	87	660	300	45	4,9	5,2	77	0,7

8.	LITERATURVERZEICHNIS	Seiten
/1/	Hartwig, G.; S. Knaak Fibre-Epoxy Composites at Low Temperatures, Cryogenics, 24 (1984) pp. 639–647.	2
/2/	Beck, B.B. Fracture Analysis of Compression Damage in Glass Fabric/Epoxy G-10 CR, 295 K to 4 K, NBSIR-81-1645, Boulder (USA), April (1981) pp. 507-587.	2
/3/	Cameron, N.M. The Effect of Environment and Temperature on the Strength of E-Glass Fibres, Glass Technology, 9 (1968) pp. 14-21 and pp. 121-130.	2
/4/	Fitzer, E.; R. Weiß, G. Hartwig Fracture of Carbon-Fibre-Reinforced Epoxy Resin at Low Temperatures, High Temp. – High Pressures, 15 (1983) pp. 147–150.	3
/5/	Fitzer, E.; H. Jäger Oberflächenbehandlung von Kohlenstoffasern und mechanische Eigenschaften von Laminaten, Z. Werkstofftechnik, 16 (1985) S. 215–255.	3
/6/	Kasen, M.B. Mechanical and Thermal Properties of Filamentary Reinforced Structural Composites at Cryogenic Temperatures, Cryogenics, 15 (1975) pp. 327-349 and pp. 701-722.	4
/7/	Kasen, M.B. Cryogenic Properties of Filamentary-Reinforced Composites: An update, Cryogenics, 21 (1981) pp. 323-340	4
/8/	Hartwig, G. Overview of Advanced Fibre Composites, Cryogenics, 28 (1988) pp. 216–219.	4
/9/	Ahlborn, K. Fatigue Behaviour of Carbon Fibre Reinforced Plastics	

at Cryogenic Temperatures, Cryogenics, 28 (1988) pp. 267-272.

4, 16, 60

78

. /10/	Curtis, P.T.; Dorey, G. Fatigue of Composite Materials, Proc.: Fatigue of Eng. Mat. and Struc., Sheffield (1986) pp. 297-306.	5,60
/11/	Ahlborn, K.; S. Knaak Cryogenic Mechanical Behaviour of a Thick Walled CFRP-Structure, Cryogenics, 28 (1987) pp. 273-277.	5
/12/	Weiß, R.; W. Hüttner Kohlenstoffaserverstärkte Hochleistungsverbundkörper mit Thermoplasten als Matrix, Vortrag zum BMFT-Verbundprojekt 03M1017, Symposium Materialforschung, Hamm (1988) Red.: B. Vierkorn-Rudolph, D. Lillack, PLR der KFA-Jülich, (1988) S. 904-924.	5,29
/13/	Puck, A. Zur Beanspruchung und Verformung von GFK- Mehrschichtverbund-Bauelementen, Kunststoffe, 12 (1967) S. 965-973.	9
/14/	Schneider, W. Wärmeausdehnungskoeffizienten und Wärmespannungen von Glasfaser/Kunststoff-Verbunden aus unidirektionalen Schichten, Kunststoffe, 61 (1971) S. 273-277.	12
/15/	Hartwig, G. Thermal Expansion of Fibre Composites, Cryogenics, 28 (1988) pp. 255-266.	14
/16/	Timoschenko, S. Analysis of Bi-Metal Thermostats, J. Opt. Soc. Amer., 11 (1925) pp. 233-255.	15
/17/	Azzi, V.D.; S.W.Tsai Anisotropic Strength of Composites, Exp. Mech., 5 (1965) pp. 283-288.	15, 16
/18/	Puck, A.; H. Schürmann Die Zug/Druck-Torsionsprüfung an rohrförmigen Probekörpern, Kunststoffe, 72 (1982) S. 554-561.	16

/19/	Chamis, C.C. Micromechanics Strength Theories, in: Composite Materials 5, L.J. Broutman editor, Academic Press, New York (1974) pp. 126-131.			17
/20/	Ogin, S.L.; P.A. Smith A Model for Matrix Cracking in Cross-Ply Laminates, ESA Journal, 11 (1987) pp. 45-60. 20	· ,	44,	45
/21/	Parvizi, A.; K.W.Garett, J.E.Bailey Constrained Cracking in Glass Fibre-Reinforced Epoxy Cross-Ply Laminates, J. Mat. Sci., 13 (1978) pp. 195-201. 18	<b>,</b> (	19,	44
/22/	Aveston, J.; A. Kelly Theory of Multiple Fracture of Fibrous Composites, J. Mat. Sci., 8 (1973) pp. 352-362.			19
/23/	Ahlborn, K. Mechanical Relaxations of Polymers at Low Temperatures, Cryogenics, 28 (1988) pp. 234-239.		26,	27
/24/	Hartwig, G. Cryogenic Properties, in: Encyclopedia of Polymer Science and Engineering 4, Mark, Bikales, Overberg, Menges editors, Wiley & Sons, New York, (1986) pp. 450-482.	:	26,	30
/25/	Berg C.A.; J. Tirosch, M. Israeli Analysis of Short Beam Bending of Fibre Reinforced Composites ASTM STP 497, Philadelphia (1971) pp. 206-218.	,		28
/26/	Soltesz, U. ; Frauenhofer Institut Freiburg, Private Mitteilungen.	:	28,	29
/27/	Weiß, W.; G. Hartwig Tieftemperatureigenschaften von hochfesten und hochmoduligen Kohlenstoffaserverbunden, Vortrag zum BMFT-Vorhaben DGLR-Vortrag Nr. 82-009, Stuttgart (1982).		33,	34
/28/	Seferis, J.C.; C.N. Velisaris Crystallisation Kinetics of Polyetheretherketone (PEEK) Matrices, Polym. Eng. Sci., 26 (1986) pp. 1574-1581.	<b>,</b> 1	21,	57

•

./29/	Katz, Y.; A. Bussiba; H. Mathias Mechanical Behaviour and Fatigue in Polymeric Composites at Low Temperatures, Proc.: Advances in Cryogenic Engineering 32; R.P.Reed, A.F. Clark editors,		45
	rienum Press, New York (1987) pp 179-186.		40
/30/	Barlow, C.Y.; A.H. Windle The Measurement of Fracture Energy in Aligned Composites, Comp. Sci. Techn., 33 (1988) pp. 135-150.		45
/31/	Baron, Ch.; K. Schulte Fatigue Damage Response of CFRP with Toughened Matrices and Improved Fibres, Proc.: Int. Conf. Comp. Mater., Vol. 4, London (1987).	44,	45
/32/	Jamison, R.; K. Schulte, K.L. Reifsnider, W. Stinchcomb Characterisation and Analysis of Damage Mechanics in Tension-Tension Fatigue of Graphite-Epoxy Laminates, ASTM STP 836, Philadelphia (1984) S. 21-55.		64
/33/	Perepechkow, I. Low Temperature Properties of Polymers, Pergamon Press, Frankfurt (1980) pp. 252-253.		31
/34/	Nairn, J.A.; P. Zoller The Development of Residual Thermal Stresses in Amorphous and Semicrystalline Thermoplastic Matrix Composites, Toughened Composites, N.J. Johnston editor, ASTM STP 937, Philadelphia (1987) pp. 328-341.	31,	34
/35/	Puck, A. Programm zur Spannungs-, Verformungs- und Bruchanalyse an Mehrschichtverbunden aus faserverstärkten Kunststoffen, Gesamthochschule Kasssel, Private Mitteilungen.		36
/36/	Vinson, J.R.; R.L. Sierakowski The Behaviour of Structures Composed of Composite Materials, Martin Nijhoff Publishers, Dordrecht (1986).		47
/37/	Prinz, R. Schädigungsmechanismen und Abschätzung der Lebensdauer von CFK-Laminaten, in: Schadensmechanik von CFK bei Schwingbelastung, DFVLR-Mitt. 87-08, Köln (1987) S. 211-246		60