

KfK 4887  
August 1991

**Experimentelle Überprüfung des  
Ermüdungsverhaltens von  
Faserverbundwerkstoffen mit  
unterschiedlichen Probenformen  
bei 77 K mit Flüssigkeits-  
und Gaskühlung**

A. Mayer, K. Pannkoke  
Institut für Materialforschung

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



**KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE**  
Institut für Materialforschung

**KfK 4887**

**Experimentelle Überprüfung des Ermüdungsverhaltens von  
Faserverbundwerkstoffen mit unterschiedlichen Probenformen  
bei 77 K mit Flüssigkeits- und Gaskühlung**

**A. Mayer, K. Pannkoke**

**Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe**

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

## ZUSAMMENFASSENDE DARSTELLUNG

Zur Überprüfung des Ermüdungsverhaltens von unidirektionalen Faserverbunden unter zugschwellender Belastung im Tieftemperaturbereich wurden Untersuchungen durchgeführt bezüglich

- (1) des Einflusses der Probenform und
- (2) des Einflusses des Kühlmediums (flüssiger und gasförmiger Stickstoff).

Im ersten Teil der Arbeit wurden zu (1) folgende Probenformen untersucht:

- Dickentaillierte Probenform
- Flachprobe ohne Krafteinleitungselemente
- Flachprobe mit Aufdopplern aus GFK und CFK
- Breitentaillierte Probenform

Es zeigte sich, daß nur für die dickentaillierte Probenform der Bruch der Proben an der richtigen Stelle (Meßquerschnitt) erfolgte und nur sie i.a. eine geringe Streubreite der Ergebnisse aufwies.

Im zweiten Teil der Arbeit wurde der Frage nachgegangen, ob die Wahl des Kühlmediums - flüssiger oder gasförmiger Stickstoff - einen Einfluß auf das Ermüdungsverhalten des untersuchten Werkstoffes hat.

Es ergeben sich systematische, aber geringfügige Unterschiede hinsichtlich der Lebensdauern, die auf die in den beiden Kühlmedien vorliegenden ungleichen thermischen Zustände für die Probe und zwischen Probe und Kühlmedium zurückzuführen sind.

## EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF THE FATIGUE BEHAVIOUR OF FIBRE COMPOSITE MATERIALS USING VARIOUS SPECIMEN FORMS AT 77 K WITH LIQUID AND GAS COOLING.

### ABSTRACT

The fatigue behaviour of unidirectional fibre composite materials has been investigated at cryogenic temperatures under tensile loading conditions with a view to determine

- (1) the influence of the specimen shape and
- (2) the influence of the cooling medium (liquid or gaseous nitrogen).

The first part of this work consisted in the examination of the following specimen shapes:

- Specimens waisted in thickness
- flat specimens without force-introducing components
- flat specimens with platelets made of GFK and CFK, respectively
- specimens waisted in width.

It turned out that only in the specimen waisted in thickness the crack occurred at the right position (measurement cross-section).

Generally, the scattering range of the results was found to be very small with this specimen shape being used.

The second part of this work concentrated on the question, whether the fatigue behaviour of the material investigated is affected by the selection of the cooling medium (liquid or gaseous nitrogen).

The lifetimes of the materials were found to differ only slightly but systematically. In both cooling media, these differences are to be attributed to the different thermal conditions of the specimen and between the specimen and the cooling medium, respectively.

<b>INHALTSVERZEICHNIS</b>		<b>Seite</b>
<b>1.</b>	<b>EINLEITUNG</b>	<b>1</b>
<b>2.</b>	<b>EXPERIMENTELLE DURCHFÜHRUNG</b>	<b>4</b>
2.1	Probenmaterial	4
2.2	Beschreibung der Versuchseinrichtung	5
2.3	Probenformen	7
2.4	Versuchsdurchführung	12
2.5	Zur statistischen Auswertung der Meßergebnisse	13
2.6	Fehlerbetrachtung	14
<b>3.</b>	<b>ERGEBNISSE</b>	<b>15</b>
3.1	Die Verbunde AS4/PEEK und T300/EP V913	15
3.1.1	Statische Zugversuche	15
3.1.2	Wöhlerkurven	16
3.1.3	Bruchbildcharakteristik	17
3.2	Ergebnisse aus den Versuchen mit verschiedenen Probenformen für AS4/PEEK	20
3.3	Ergebnisse aus den Versuchen mit Flüssigkeits- und Gaskühlung für AS4/PEEK	23
<b>4.</b>	<b>DISKUSSION DER VERSUCHSERGEBNISSE</b>	<b>25</b>
<b>5.</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG</b>	<b>27</b>
<b>6.</b>	<b>ANHANG</b>	<b>28</b>
<b>7.</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS</b>	<b>30</b>

## LISTE VERWENDETER SYMBOLE

$E_{(11)}$	Elastizitätsmodul; (mit Index: 1. Stelle = Belastungsrichtung, 2. Stelle = Meßrichtung)	Pa
F	Kraft	N
L	Länge	m
$L_0$	Bezugslänge der Probe	m
N	Lastwechselzahl	--
$N_B$	Bruchlastwechselzahl	--
R	Verhältnis von Unterspannung $\sigma_u$ zu Oberspannung $\sigma_o$ im Dauerschwingversuch	--
T	Temperatur	K
b	Probenbreite	m
d	Probendicke	m
g, h	Formparameter der Wöhlerkurven	--
$\Delta..$	..-Differenz	..
$\Gamma()$	Gammafunktion	--
$\alpha, \beta$	Formparameter der Weibullverteilung	--
$\varepsilon$	Dehnung	%
$\varepsilon_B$	Bruchdehnung	%
$\nu_{12}$	Querkontraktionszahl	--
$\sigma$	Spannung	Pa
$\sigma_B$	Zugfestigkeit	Pa
$\sigma_o$	Oberspannung im Dauerschwingversuch	Pa
$\sigma_{oD}$	Dauerfestigkeit	Pa
$\sigma_u$	Unterspannung im Dauerschwingversuch	Pa

# 1. EINLEITUNG

Faser/Polymer-Verbunde werden in der Tieftemperaturtechnologie eingesetzt in Bereichen

- der Weltraumforschung (Satelliten),
- der Supraleitungstechnologie (Elektromagnete hoher Feldstärken, Wechselfeldmagnete in der Fusionstechnologie, Medizintechnik),
- der Wasserstofftechnologie (Transportbehälter).

Für die Anwendung von Faserverbunden sind Kenntnisse über deren mechanische Eigenschaften notwendig. Von entscheidender Bedeutung sind dabei die statische Zugfestigkeit und die Dauerfestigkeit. Als Dauerfestigkeit wird das Lastniveau angesehen, das der dynamisch belastete Werkstoff noch nach  $10^7$  Lastwechseln erträgt.

Verbunde aus Kohlenstoffasern und Epoxidmatrix zeichnen sich aus durch hohe Zugfestigkeiten und Dauerfestigkeiten auch bei tiefen Temperaturen. Epoxidharze zeigen bei tiefen Temperaturen eine geringe Bruchdehnung, die beim Abkühlen durch thermische Vordehnungen zwischen Faser und Matrix sogar nahezu erschöpft wird. Diese Tatsache führte u.a. zu Untersuchungen von Verbunden mit thermoplastischen Polymeren als Matrices.

Solche zähen Thermoplaste besitzen bei tiefen Temperaturen eine größere Bruchdehnung als die spröden Duromere. Die Differenz zwischen thermischer Vordehnung und Bruchdehnung vergrößert sich dadurch. Das führte zu der leider nicht bestätigten Annahme, mit solchen Matrixwerkstoffen bessere mechanische Eigenschaften im Verbund erzielen zu können.

Der zu betrachtende unidirektionale (UD-) Verbund, kombiniert aus der hochfesten Faser AS4 (Hercules) und dem thermoplastischen Polymer Polyetheretherketon (PEEK; ICI), weist eine hohe statische Zugfestigkeit (2500 MPa) bei einer Bruchdehnung von 1.6 % auf. Die Dauerfestigkeit beträgt dagegen unter zugschwellender Belastung bei 77 K nur noch 40 % der statischen Zugfestigkeit [1]. Diese Dauerfestigkeit liegt erheblich unter den von entsprechenden Verbunden mit Epoxiden als Matrixwerkstoff erreichten Werten [2/3]. Nach dynamischem und statischem Versagen zeigen die AS4/PEEK-Proben eine pinselförmige Zerfaserung. Sie ist auf die Bildung von Längsrissen zwischen den Fasern mit anschließender Delamination zurückzuführen [4].

Die niedrige Dauerfestigkeit und der Schädigungsmechanismus von AS4/PEEK können zwei Ursachen haben:

1. Werkstoffeigenschaft.

Die ausgeprägte Bildung von Längsrissen und das schlechte Ermüdungsverhalten sind eine Folge der gewählten Faser/Matrix-Kombination.

2. Versuchsbedingungen.

Die beobachteten Fakten sind möglicherweise eine Folge der gewählten Versuchsbedingungen, wie z.B.:

- der Probenform oder
- der Wahl des Kühlmediums  
(flüssiges/gasförmiges Kühlmedium).

Aufgabe der vorliegenden Arbeit ist es, den Einfluß der oben genannten Versuchsbedingungen auf das Ermüdungsverhalten des AS4/PEEK-Materials zu untersuchen.

Zur kontinuierlichen Krafteinleitung und Definition einer(s) Meßstrecke (Sollbruchquerschnittes) fand bisher eine dickentaillierte Probe (DT-Probe) Verwendung. Die Taillierung wird durch symmetrisches Abtragen der Dicke eines Rechteckstreifens (z.B. LxBxD: 200x10x2) mit einem Fräser erzeugt. Von den dabei durchtrennten Fasern kommen in den Außenbereichen der Taillierung mehr Faserenden in der Oberfläche zu liegen als in der Meßstrecke. Die Wahrscheinlichkeit einer Rißinitilierung ist so in diesen Außenbereichen sehr groß. In diesem Fall würde das Versagensverhalten eindeutig von der Wahl der DT-Probenform bestimmt.

Um einen möglichen Einfluß der Probenform festzustellen, sollen verschiedenartige Probenformen geprüft werden:

1. Dickentaillierte Probe ( = DT-P.)
2. Flachprobe ohne Krafteinleitungselemente ( = F-P.)
3. Flachprobe mit GFK bzw. CFK-Aufdoppler ( = F/GA- bzw. F/CA-P.)
4. Breitentaillierte Probe ( = BT-P.)

Zu Beginn der Untersuchung wird mit der DT-Probe eine vollständige Wöhlerkurve gemessen. Der DT-Probe werden die oben unter 2.,3. und 4. genannten Probenformen gegenübergestellt.

Zunächst interessiert bei der Flachprobe, auf welches Niveau die Lebenserwartung sinkt, wenn keine Krafteinleitungszonen vorhanden sind.

Im weiteren Verlauf wird die Flachprobe mit aufgeklebten Aufdopplern ausgestattet und entspricht somit ASTM Standard D 3039 für Ermüdungsuntersuchungen bei Raumtemperatur. Möglicherweise ist diese Art der Krafteinleitungszone auch für tiefe Temperaturen geeignet.

Weiterhin soll geklärt werden, ob eine Breitentaillierung der Dickentaillierung vorzuziehen ist. Auf der einen Seite werden durch den Abtrag der Breite Faserschädigungen über die Breite der Meßstrecke vermieden und so die Gefahr von Rißinitierungen gemindert. Auf der anderen Seite ist die Krafteinleitungszone wesentlich schwächer als bei der Dickentaillierung.

In einem zweiten Teil von Vergleichsmessungen soll untersucht werden, ob sich die Verwendung von flüssigem bzw. gasförmigem Stickstoff als Kühlmedium unterschiedlich auf das Ermüdungsverhalten auswirkt.

Um Messungen bei  $T = 77 \text{ K}$  durchzuführen, wurde bisher flüssiger Stickstoff als Kühlmedium verwendet, in den die Probe ganz eingetaucht war. Somit könnten, bedingt durch die hohe Präsenz von  $\text{N}_2$ -Molekülen an der Probe, viele davon in die allmählich mit Rissen behaftete Probe eindiffundieren. In Verbindung mit der zyklischen Belastung könnte dies zu Spannungsrißkorrosion führen.

## 2. EXPERIMENTELLE DURCHFÜHRUNG

### 2.1 Probenmaterial

Der zu untersuchende unidirektionale Verbund besteht aus der hochfesten Kohlenstofffaser AS4 und dem Thermoplasten Polyetheretherketon (PEEK) als Matrix (1.).

Zum Vergleich werden die Resultate von Dauerschwingversuchen an einer Kombination aus der hochfesten Kohlenstofffaser T300 und dem Duroplasten EP V913 als Matrix hinzugezogen [2/3].

Die Kohlenstofffasern AS4 und T300 haben ähnliche statische Eigenschaften (Tab. 1). Sie besitzen in Faserrichtung hohe Festigkeiten und Steifigkeiten.

Tab. 1: Kennwerte der Fasern AS4 und T300.

Faser	$\sigma_B$ [GPa]	E [GPa]	$\epsilon_B$ [%]
AS4 (Hercules)	3,8	227	1,6
T300 (Toray)	3,5	230	1,4

Bei PEEK (ICI) handelt es sich um ein teilkristallines Polymer. Selbst bei tiefen Temperaturen (77 K) weist es noch eine relativ große Bruchdehnung (5,1 %) und Zähigkeit auf. Die Zugfestigkeit beträgt 0,2 GPa und der E-Modul 5,9 GPa.

Für das Epoxidharz V913 (Ciba Geigy) können entsprechende Werte nicht angegeben werden, da es nur als Prepreg erhältlich ist. Das Harz ist ein Duroplast, d.h. die Polymerketten sind über chemische Brücken hochgradig miteinander vernetzt. Die Vernetzung hat eine starke Versprödung des Epoxidharzes bei Abkühlung auf tiefe Temperaturen zur Folge. Die Größe der Bruchdehnung ist davon abhängig und sinkt mit abnehmender Temperatur. Sie kann bei tiefen Temperaturen für das Epoxid im Verbund soweit sinken, daß die Differenz zu den thermischen Vordehnungen nur noch 0,3 % beträgt [1/2/3].

## 2.2 Beschreibung der Versuchseinrichtung

Die Versuche wurden an einer elektrodynamischen Resonanzprüfmaschine mit integriertem Spindeltrieb (Abb. 1) durchgeführt. Die maximale Zugkraft beträgt 100 kN [5].

Im Zugversuch erfolgt die Krafteinleitung in die Probe über die Zentralstange (8) mit dem Spindeltrieb (1).

Bei Zug-Schwell-Versuchen wird das Schwingssystem Zusatzmasse (4) - Zentralstange (8) - Probe (10) durch den Erregermagneten (2) und die Vorspannfeder (3) in sinusförmige Resonanzschwingungen versetzt.

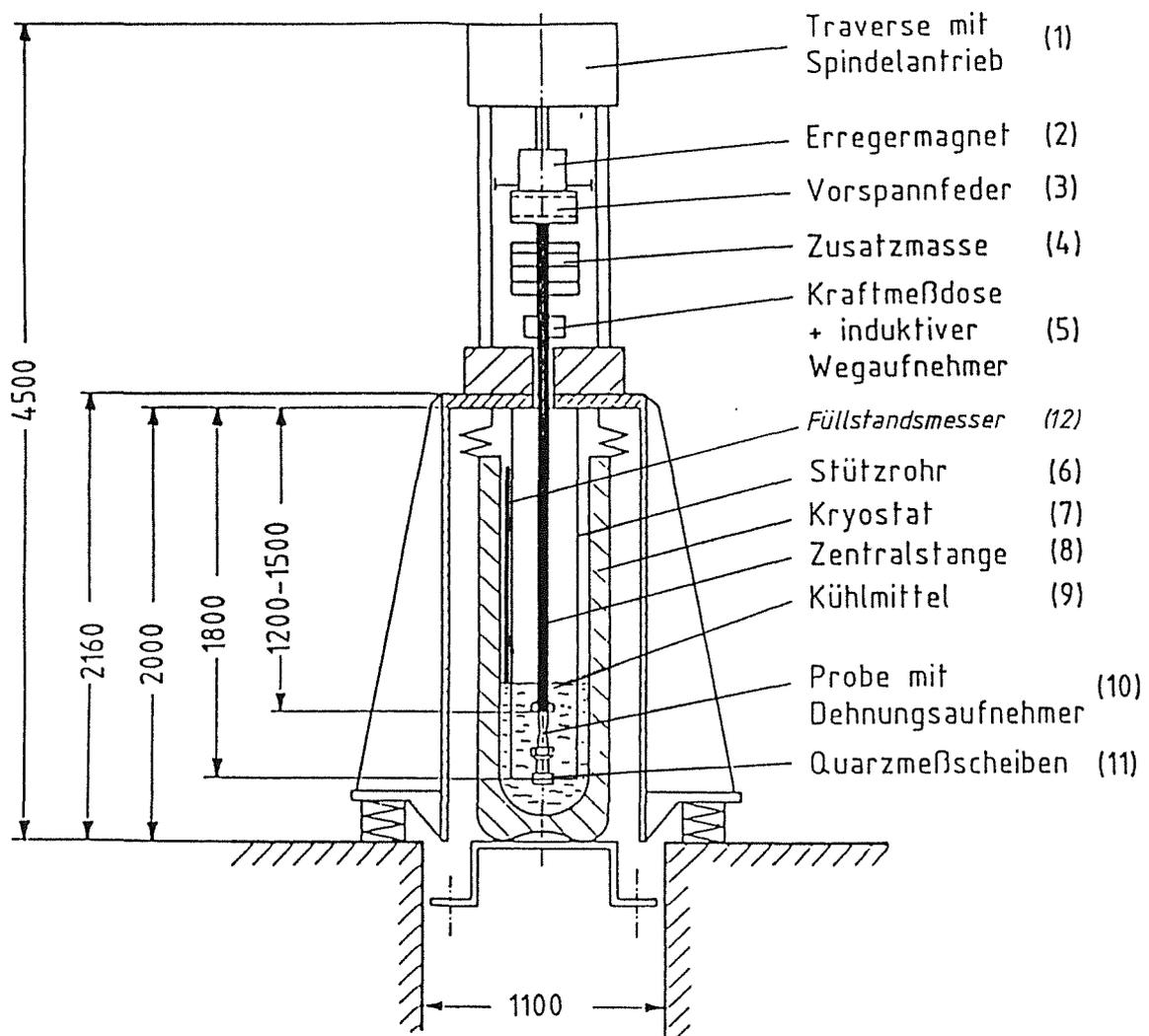


Abb. 1: Schematische Darstellung der Prüfmaschine.

Das Spannzeug (Abb. 2), bestehend aus zwei Spannbackenpaaren, überträgt hierbei die Prüfkraft von der Zentralstange durch Reibschluß in die Probe. Eine Probe wird dazu nach symmetrischer und paralleler Ausrichtung zu den Kanten der Spannbacken durch Schraubenverbindungen zwischen diesen eingeklemmt. Die Schrauben werden mit einem Drehmomentschlüssel gleichmäßig und gleich fest angezogen (60 Nm/ Schraube). Das Spannzeug mit Probe wird zwischen Zentralstange und Boden des Stützrohres (6) mit Hilfe zweier Bolzen eingehängt.

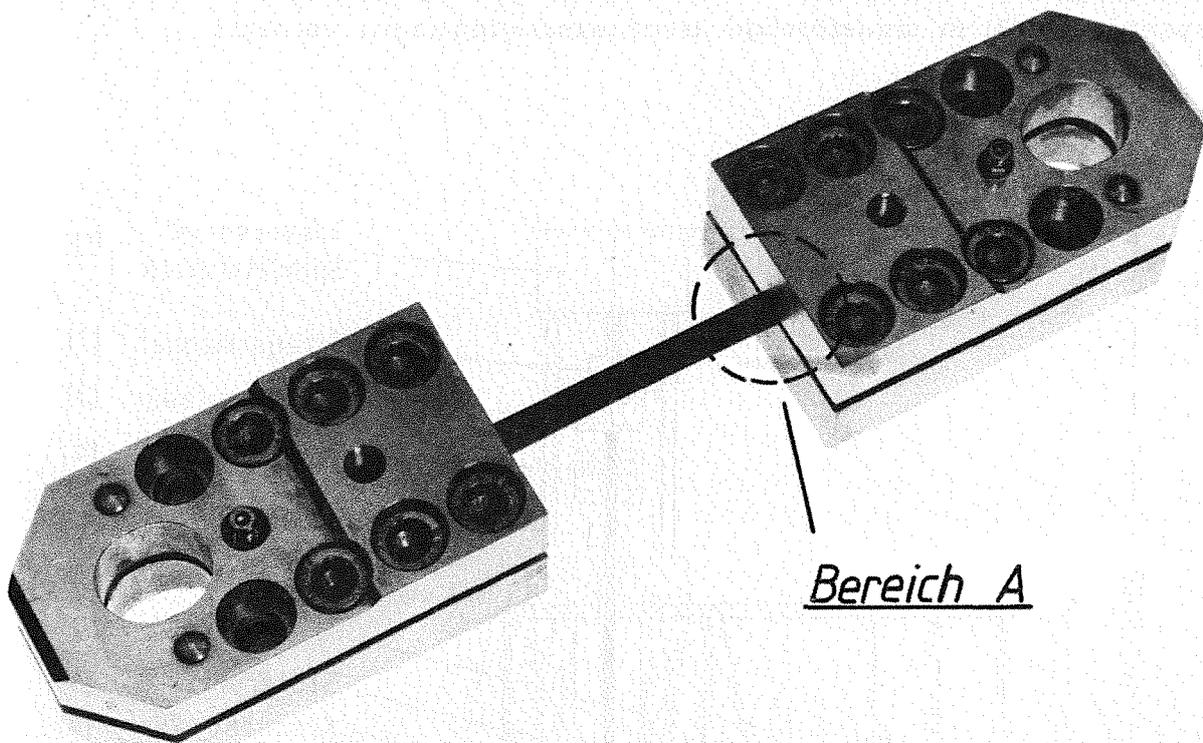


Abb. 2: Spannzeug mit Probe.

Die Kühlung im Kryostaten (7) erfolgt durch die über einen Füllstandsmesser (12) automatisch gesteuerte Einleitung von flüssigem Stickstoff. Der Innenraum des Kryostaten ist durch Vakuumkammern und Superisolationssfolien von der Umgebung thermisch isoliert. Die Zentralstange und deren Durchführung stehen in Kontakt mit der Umgebung. Durch eine entsprechende Länge der Zentralstange wird die Wärmeleitung zur Probe reduziert. Das untere Ende des Füllstandsmessers ist bestimmend für die Höhe des flüssigen Stickstoffs. In Abb. 1 ist er so angebracht, daß die Probe im Flüssig-Stickstoff ganz eingetaucht ist. Um für die Probe eine gasförmige Stickstoffumgebung zu erzeugen, wird der Füllstandsmesser tiefer gehängt, sodaß die Oberfläche des flüssigen Stickstoffs bis zum oberen Ende der unteren Spannbacken reicht.

## 2.3 Probenformen

Die Aufgabe einer geeigneten Probenform ist die gleichmäßige Krafteinleitung von den Spannbacken in die Probenmeßstrecke. Dabei sind insbesondere Spannungskonzentrationen (Abb. 3) im Bereich des Austritts der Probe aus den Spannbacken abzubauen (=Bereich A, Abb. 2/3).

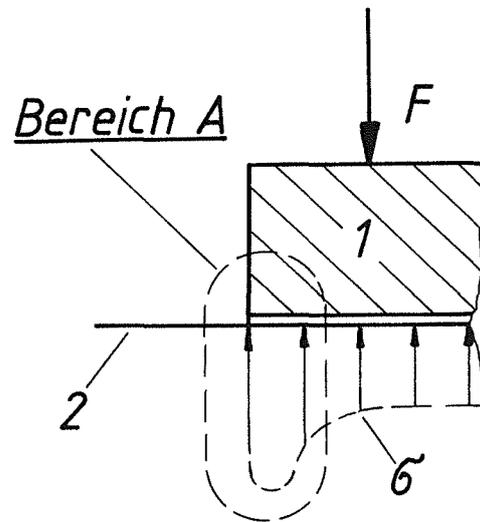


Abb. 3: Spannungserhöhungen bei Flächenpressung [6].

1 = Spannbacke, 2 = Probe

Tab. 2: Probenformen.

Probenbezeichnung (Kurzform)		Bemerkung
DT-P.	= dickentailliert s. Abb. 4a	
F-P.	= Flachprobe s. Abb. 4b	
F/GA-P. F/CA-P.	= Flachprobe mit GFK- CFK- Aufdoppler s. Abb. 5	Aufkleben der Aufdoppler mit: - UHU Plus - M Bond GA2 * - Ultrabond 100 * * spez. für tiefe Temperaturen
BT/ gT-Radius-P. kT-Radius-P.	= breitentailliert, mit großem T-Radius kleinem T-Radius s. Abb. 6	T-Radius = Taillierungsradius

Die Proben (Tab. 2) wurden mechanisch aus gepressten unidirektionalen Platten (Lay up:  $O_{16}$ / Dicke 1mm, 2mm für DT-Probe) der Firma Fiberite/ICI herausgearbeitet. Der Faservolumengehalt des Plattenmaterials betrug ca. 60 %. Ultraschalluntersuchungen (Anh. A) ergaben eine zufriedenstellende Qualität hinsichtlich der Porosität.

Von den zu untersuchenden Probenformen (Tab. 2) ist mit der DT-Probe (Abb. 4a) nach [1] eine gleichmäßige Krafteinleitung in den Meßquerschnitt sichergestellt. Die Taillierung stellt jedoch eine Kerbe dar, die in der Krafteinleitungszone neue Spannungskonzentrationen schafft. Diese Kerbwirkung wird durch den großen Taillierungsradius minimiert. Gleichzeitig bleibt die Steifigkeit der Probe erhalten, die eine hohe Prüffrequenz (=kürzere Versuchsdauer) ermöglicht.

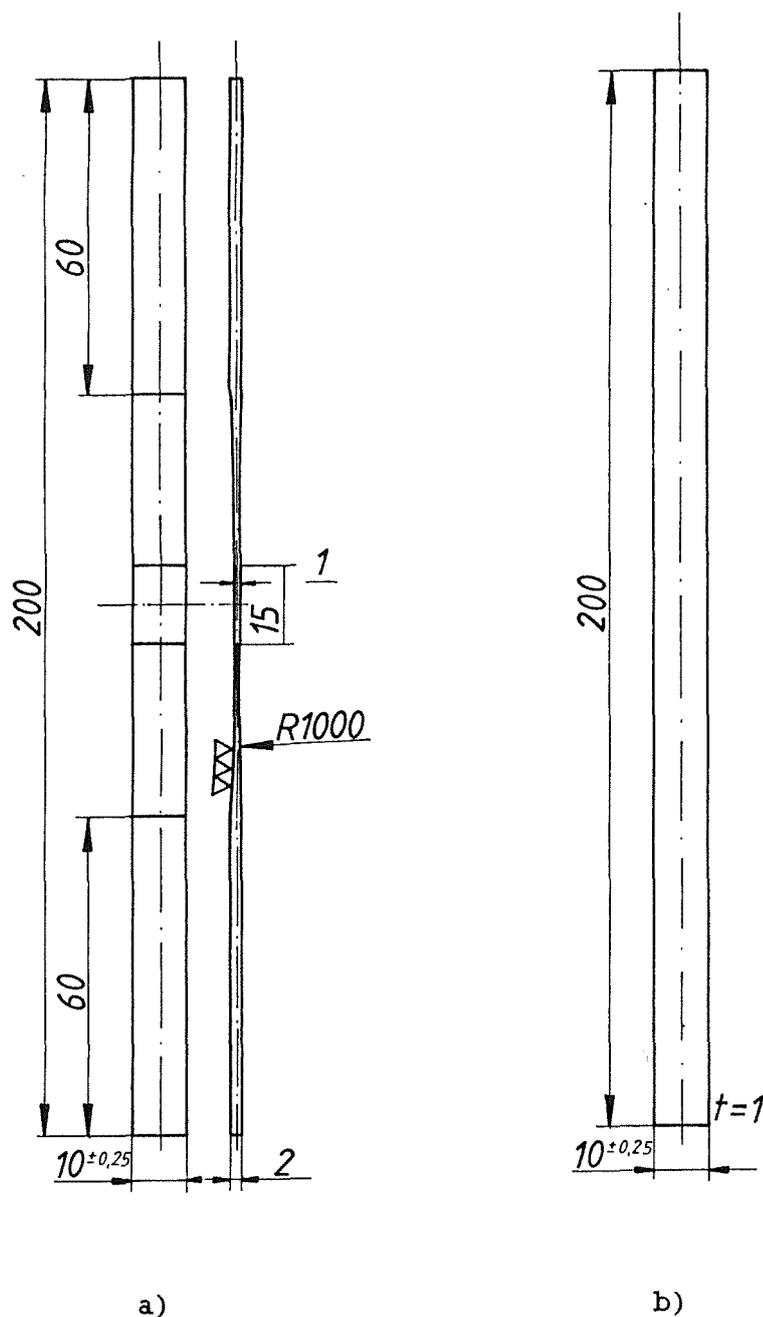


Abb. 4 Darstellung der a) DT-Probe, b) F-Probe

Die Flachprobe (Abb. 4b) stellt in Bezug auf die Krafteinleitungszone die schlechteste Probenform dar. Wie erwähnt, soll gemessen werden, auf welchem Niveau hier die Lebenserwartung liegt.

Versieht man die F-Probe mit Aufdopplern aus GFK (Abb. 5), so schafft man eine der ASTM-Norm D 3039 entsprechende Krafteinleitungszone. Die Kraftübertragung von den Aufdopplern in die Probe erfolgt dabei durch eine Klebverbindung. Für die Klebverbindungen werden drei Kleber (Tab. 2) verwendet, wovon zwei speziell tieftemperaturtauglich sind.

Diese Probenform kommt häufig in Dauerschwingversuchen bei Raumtemperatur zur Anwendung.

In dieser Arbeit werden Aufdoppler aus zwei Materialien (Abb. 5) geprüft. Das führt zur

- Flachprobe mit GFK-Aufdoppler (F/GA-Probe):

Durch die Wahl von zähen GFK-Aufdopplern nach der Norm soll der Spannungsabbau möglichst gleichmäßig erfolgen.

Problematisch für diese Probe in Bezug auf tiefe Temperaturen ist die unterschiedliche thermische Kontraktion von Aufdoppler, Klebschicht und

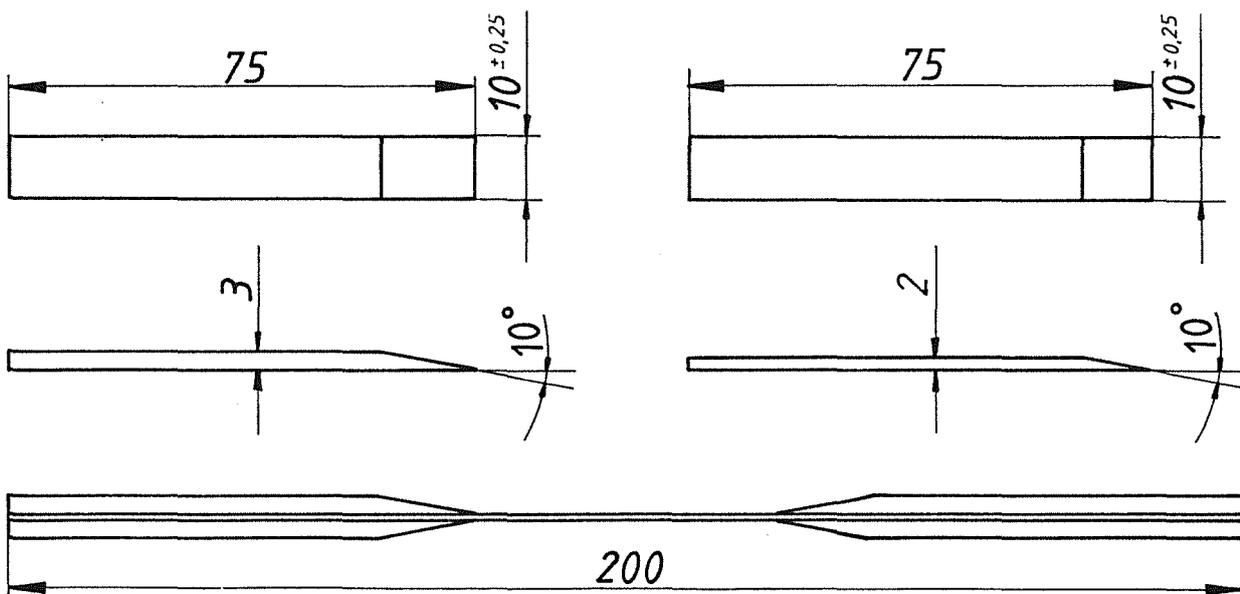


Abb. 5: Darstellung der Aufdoppler (o.l. GFK-, o.r. CFK-A.) und der F-Probe mit Aufdoppler.

Probe bei der Abkühlung. Während Aufdoppler und Klebschicht in allen Richtungen kontrahieren, geschieht dies beim Probenmaterial im wesentlichen quer zur Faserrichtung. Die daraus resultierenden thermischen Vordehnungen sind insbesondere für die Klebschichten eine zusätzliche mechanische Belastung.

- Flachprobe mit CFK-Aufdoppler (F/CA-Probe):

Durch die Verwendung von Aufdopplern aus Probenmaterial soll die thermisch bedingte Zusatzbelastung reduziert werden, denn Aufdoppler und Probe kontrahieren gleichartig.

Die thermische Vordehnung der Klebschicht, resultierend aus der unterschiedlichen Kontraktion von Klebschicht und Probenmaterial, bleibt allerdings erhalten.

Die Form der breitentaillierten Proben (Abb. 6) wird bestimmt durch den Taillierungsradius und die Länge der Meßstrecke:

- BT-Probe mit großem Taillierungsradius:

Im ersten Fall der BT-Probe (Abb. 6a) ist am ehesten ein homogener Spannungszustand im Kraffteinleitungsbereich gegeben. Die Kerbwirkung der Taillierung wird wie bei der DT-Probe durch den großen Taillierungsradius niedrig gehalten.

- BT-Probe mit kleinem Taillierungsradius:

Bei der zweiten Form der BT-Probe (Abb. 6b) ist der Taillierungsbereich weiter von den Spannbacken (Bereich A, Abb. 2/3)) entfernt. Einerseits wird somit der Bereich der Kraffteinleitung vergrößert, andererseits verstärkt der kleinere Taillierungsradius die Kerbwirkung der Taillierung.

Beide BT-Proben haben die gleiche Meßstreckenlänge.

Die Kraffteinleitungszone ist generell schwächer als bei der DT-Probe, da sich die Taillierung nur über die Dicke der Probe erstreckt. Bei der DT-Probe reicht die Taillierung hingegen über die ganze Breite der Probe.

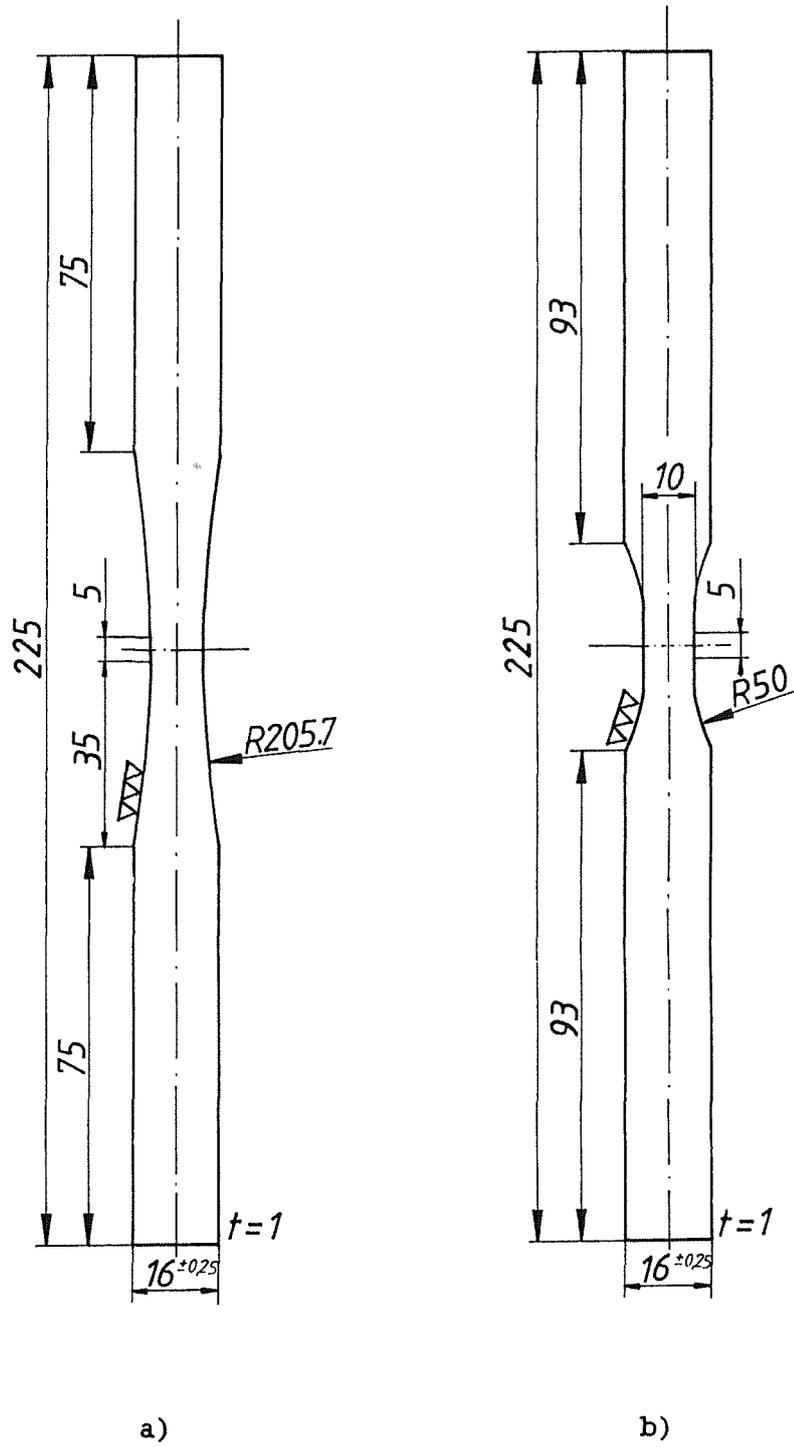


Abb. 6: Darstellung der a) BT/gT-Radius-Probe, b) BT/kT-Radius-Probe.

## 2.4 Versuchsdurchführung

Die statischen Zugversuche wurden mit dem Spindelantrieb bei einer Abzugsgeschwindigkeit von ca. 0,8 mm/s für die DT-Probe ausgeführt. Dabei erfolgt die Kraftmessung und -kontrolle durch die Kraftmeßdose. Über den ausgemessenen Querschnitt in der Meßstrecke der Probe und der aufgebrauchten Kraft bis zum Bruch (aus Meßschrieb) kann die Zugfestigkeit berechnet werden. Die Bestimmung des E-Moduls ( $E_{11}$ ) und der Querkontraktionszahl ( $\nu_{12}$ ) erfolgt aus den Kraft-Dehnungs-Diagrammen. Die Dehnung in und quer zur Faserrichtung wurde mit aufgeklebten Dehnungsmeßstreifen (Typ WK-06-125TM-350) gemessen.

Zur statistischen Absicherung wurden mindestens 6 und maximal 12 Wiederholungsmessungen durchgeführt.

Die dynamischen Ermüdungsversuche mit DT-Probenform erfolgten unter zugschwellender Belastung bei einem R-Verhältnis von 0,1 und einer Resonanzfrequenz von ca. 80 Hz. Die Größe der Resonanzfrequenz hängt von der Steifheit des gesamten schwingenden Systems aus Zusatzmasse, Zentralstange und Probe ab. Die Experimente wurden bis zu einer maximalen Lastwechselzahl von  $10^7$  für dauerfeste Proben durchgeführt. Die Erwärmung der Proben bei schwingender Beanspruchung im flüssigen Stickstoff-Medium ist vernachlässigbar klein [1].

Das Lastniveau der Vergleichsmessungen für die verschiedenen Probenformen lag bei 40 %/ $\sigma_B$ . Jede Messung wurde hierbei ein- oder mehrmals ausgeführt.

Die Versuche mit unterschiedlicher Kühlung wurden auf den Lastniveaus von 40 %/ $\sigma_B$  und 60 %/ $\sigma_B$  durchgeführt. Die nur für die DT-Probenform vorgenommenen Messungen wurden jeweils mindestens 7 mal ausgeführt. Bei den Experimenten in gasförmiger Stickstoff-Atmosphäre stellte sich zwischen dem oberen und unteren Spannbackenpaar eine Temperaturdifferenz von ca. 30 K ein.

Die Ergebnisse aus diesen Versuchen werden bei den entsprechenden Lastniveaus mit denjenigen aus der Wöhlerkurve für AS4/PEEK mit DT-Probe verglichen.

## 2.5 Zur statistischen Auswertung der Meßergebnisse

Den berechneten Verteilungsdichtefunktionen liegt eine zweiparametrische Weibull-Verteilung zugrunde.

In der zweiparametrischen Weibull-Verteilung mit der Verteilungsdichte

$$f(x) = (\beta/\alpha) * (x/\alpha)^{\beta-1} * \exp(-(x/\alpha)^\beta) \quad (1)$$

wird  $\alpha$  als charakteristische Lebensdauer/Lageparameter und  $\beta$  als Form- oder Streuparameter bezeichnet. Die Parameter lassen sich mit der Maximum-Likelihood-Methode rechnerisch bestimmen [6/7].

Der Mittelwert und die Standardabweichung berechnen sich nach Gl. (2) und (3) [6].

$$\mu_x = \alpha * \Gamma(1/\beta + 1) \quad (2)$$

$$\sigma_x = \alpha * \left( \Gamma(2/\beta + 1) - \left( \Gamma(1/\beta + 1) \right)^2 \right)^{0,5} \quad (3)$$

Die Wöhlerkurven lassen sich durch die Gleichung

$$\sigma_o(N_B) = \sigma_{oD} + \frac{\sigma_B - \sigma_{oD}}{\exp(\log N_B/g)^h} \quad (4)$$

beschreiben [1/9]. Über die Methode der Summe der kleinsten Abstandsquadrate werden für Gl. (4) die Parameter  $g$  und  $h$  bestimmt, und so die Kurve an die Meßwerte angenähert.

## 2.6 Fehlerbetrachtung

Die bei den Messungen entstehenden Fehler übertragen sich für eine Fehlerverteilung nach der Gauß'schen Verteilungsfunktion wie folgt:

$$\Delta y/y = \left( (\Delta x_1/x_1)^2 + (\Delta x_2/x_2)^2 + (\Delta x_3/x_3)^2 + \dots \right)^{0,5} \quad (5)$$

Die Spannungen werden über die Messung von Kräften und Querschnitten ermittelt. Die maximalen Fehler ergaben sich für den Zugversuch aus dem Meßfehler der Kraftmeßdose und im Zug-Schwell-Versuch aus einer der Amplitude überlagerten Schwebung:

Tab. 3: Fehlerwerte bei der Spannungsmessung.

Versuch	$\Delta F/F$	$\Delta b/b$	$\Delta d/d$	$\Delta \sigma/\sigma$
Zug	0,2 %	0,5 %	1,0 %	1,1 %
Zug-Schwell	4,0 %	0,5 %	1,0 %	4,2 %

Der Fehler bei der Dehnungsmessung hängt vom Fehler bei der Bestimmung der Bezugslänge der Probe und von zusätzlichen Verlängerungen im Spannzeug ab:

Tab. 4: Fehlerwerte bei der Dehnungsmessung.

Versuch	$\Delta L_0/L_0$	$\Delta(L-L_0)/(L-L_0)$	$\Delta \varepsilon/\varepsilon$
Zug	1,0 %	5,0 %	5,1 %

Der Fehler bei der Messung des E-Moduls resultiert aus den Fehlern von Spannungs- und Dehnungsmessung und beträgt maximal 6,6 %.

### 3. ERGEBNISSE

#### 3.1 Die Verbunde AS4/PEEK und T300/EP V913

##### 3.1.1 Statische Zugversuche

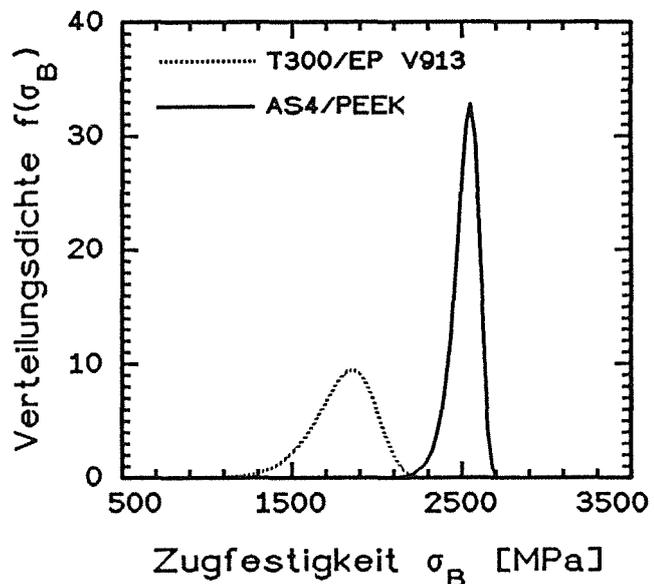
Trotz gleicher Faserfestigkeit von AS4 und T300 wurden unterschiedliche Zugfestigkeiten der Verbunde gefunden (Tab. 5). Dabei ist die Zugfestigkeit des T300/EP V913 mit ca. 70 % vom Wert des AS4/PEEK erheblich niedriger. Die Bruchdehnung erreicht nur ca. 65 % des Wertes von AS4/PEEK. Die Dehnbarkeit der Fasern wird beim AS4/PEEK im Gegensatz zum T300/EP V913 voll ausgenutzt. Bei T300/EP V913 wird die Faserdehnung nur zu ca. 75 % beansprucht. Die große Querkontraktionszahl des AS4/PEEK wird durch [1] bestätigt.

Tab. 5: Mittelwerte nach Weibull-Verteilung.

Verbund	$\sigma_B$ [GPa]	$\varepsilon_B$ [%]	$E_{11}$ [GPa]	$\nu_{12}$
AS4/PEEK	2,50	1,60	154	0,40
T300/EP V913	1,77	1,05	141	0,36

Aus den Verteilungsdichten für die Zugfestigkeiten (Abb. 7), ist zu erkennen, daß die Streuung der Meßwerte für AS4/PEEK geringer ist als bei T300/EP V913.

Abb. 7: Verteilungsdichten der Zugfestigkeiten. (Formparameter s. Anh. B)



### 3.1.2 Wöhlerkurven

Die vollständig gemessene Wöhlerkurve, d.h. die Auftragung der Lasthorizonte (Oberspannungen) gegen die gefundenen Lastwechselzahlen, weist für AS4/PEEK (Abb. 8) einen stark abfallenden Mittelteil auf. Die Dauerfestigkeit beträgt nur noch 34 % (0,84 GPa) der statischen Zugfestigkeit.

Beim Verbund T300/EP V913 (Abb. 8) stellt man dagegen fest, daß, trotz einer geringeren statischen Zugfestigkeit (1,77 GPa) die Dauerfestigkeit (1,40 GPa) entscheidend besser ist. Die Kurve des T300/ EP V913 fällt nur leicht und fast linear ab.

Die Meßwerte streuen wiederum bei AS4/PEEK relativ wenig, hingegen bei T300/EP V913, bedingt durch die flache Kurve, doch erheblich.

Der qualitative Verlauf der Wöhlerkurven stimmt mit solchen aus anderen Untersuchungen [1/2/3] überein.

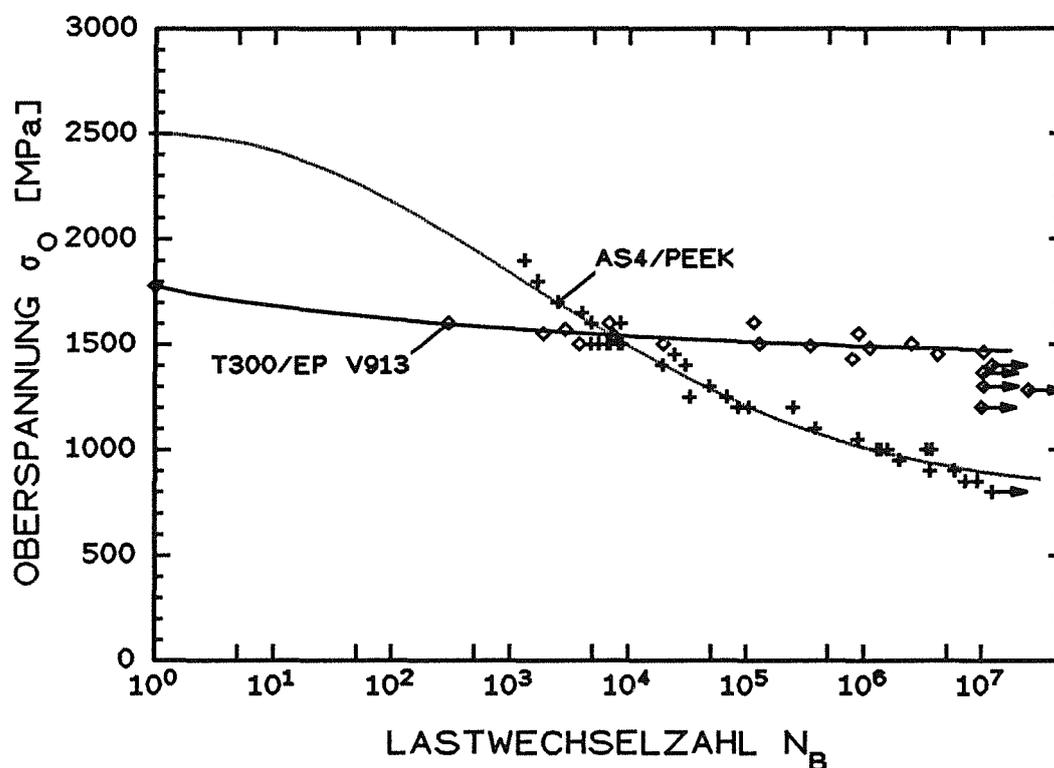


Abb. 8: Wöhlerkurven für AS4/PEEK und T300/EP V913 mit DT-Probenform. (Formparameter s. Anh. C)

### 3.1.3 Bruchbildcharakteristik

Der Bruch der Proben beider Verbunde erfolgte ausschließlich in der Meßstrecke.

Im Bruchbild von AS4/PEEK (Abb. 9a) fällt die durch starke Längsrißbildung und das Absteigen getrennter Materialbündel ("Pinsel") erzeugte pinselförmige Zerfaserung auf.

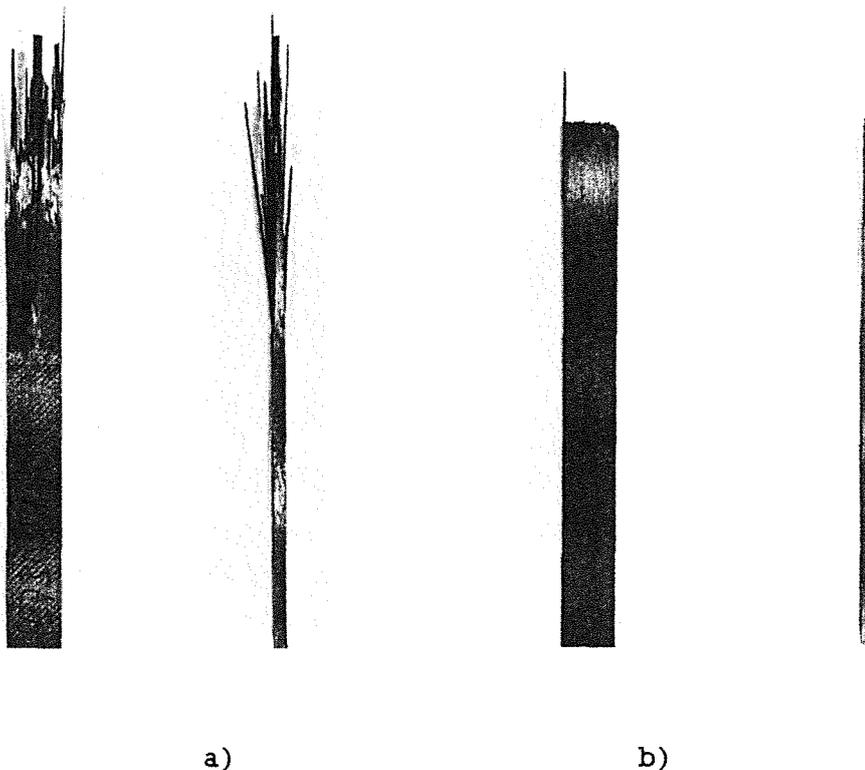


Abb. 9: Bruchbilder der DT-Proben: a) AS4/PEEK, b) T300/EP V913

Die Ausbreitung der Längsrisse reicht bis in den äußeren Taillierungsbereich, wobei jedoch keine Aussage darüber getroffen werden kann, ob die Längsrisse dort oder in der Meßstrecke initiiert werden.

REM-Aufnahmen von der Bruchfläche (Abb. 10/11) bestätigen die starke Bildung von Längsrissen in diesem Verbund.

Im Gegensatz dazu zeigt das Bruchbild von T300/EP V913 (Abb. 9b) keine pinselförmige Zerfaserung. Der Bruch der Proben erfolgt vielmehr wie durch einen Schnitt an einer Linie quer zur Faserrichtung.

In diesem Verbund lassen sich auch in REM-Aufnahmen (Abb. 12) keine Längsrisse finden, jedoch erkennt man die Sprödigkeit der Matrix.

Die Haftung von Faser und Matrix ist bei beiden Verbunden gut. Die REM-Aufnahmen (Abb. 10/11) zeigen eine gleichmäßige Benetzung der Fasern. Im AS4/PEEK wurden jedoch auch Stellen mit nackten Fasern gefunden (Abb. 9). Bei der komplizierten Herstellung des Verbundes hat die hohe Viskosität des geschmolzenen PEEK zur Folge, daß an diesen Stellen keine Matrix auftritt und dadurch natürlich keine Faser-Benetzung stattfindet.

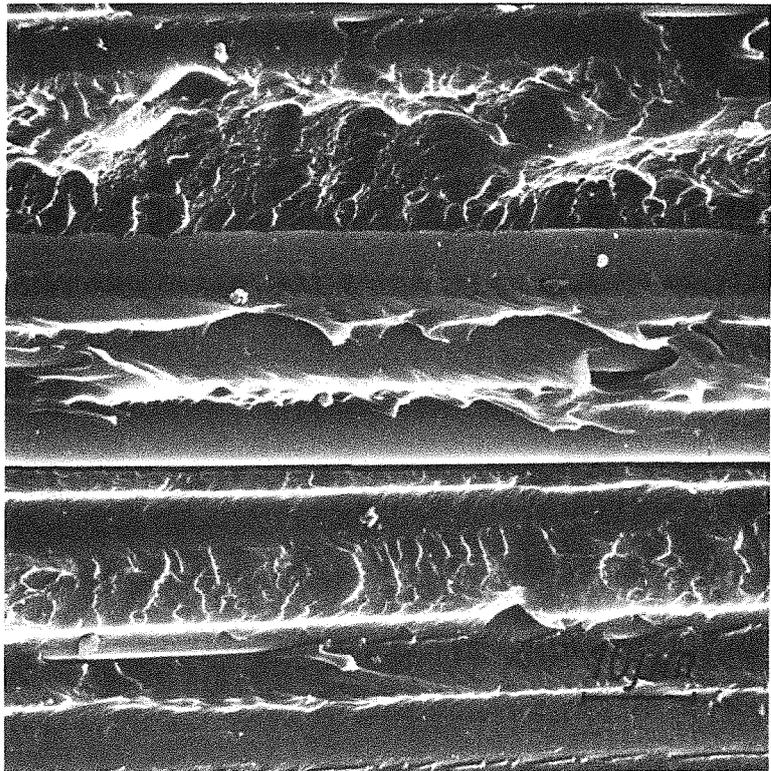
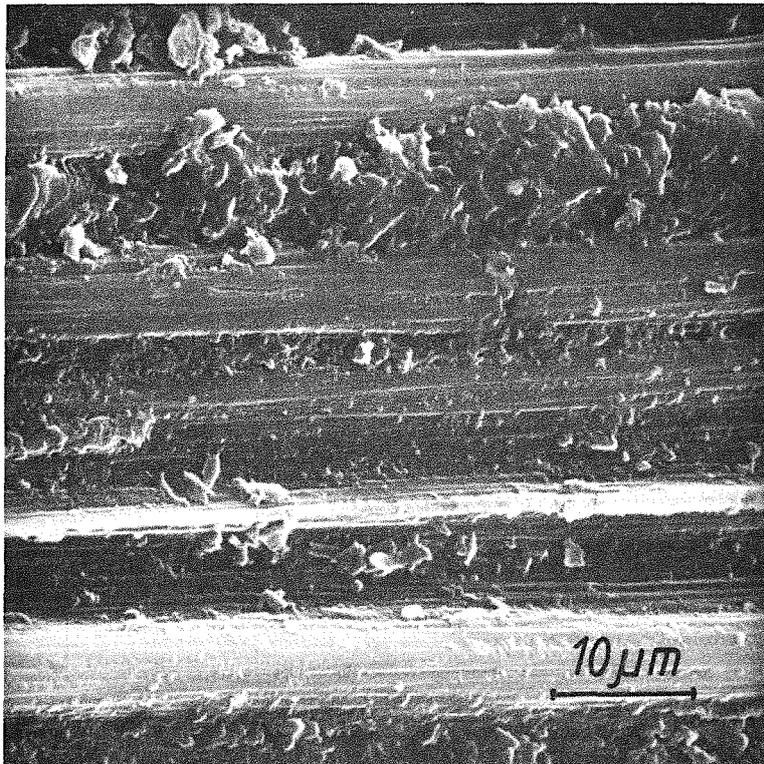


Abb. 10: REM-Aufnahme des Bruchbildes von AS4/PEEK (1500-fache Vergrößerung) Benetzte und nackte Fasern und Längsrisse.



**Abb. 11:** REM-Aufnahme des Bruchbildes von AS4/PEEK (1850-fache Vergrößerung) Längsriß und einzelne gebrochene Faser.



**Abb. 12:** REM-Aufnahme des Bruchbildes von T300/EP V913 (1900-fache Vergrößerung).

### 3.3 Ergebnisse aus den Versuchen mit verschiedenen Probenformen für AS4/PEEK

Beispiele von Ergebnissen mit ungeeigneten Probenformen, die an falschen Stellen, z.B. Einspannbereich, brechen, sind in Tab. 6 aufgeführt. Es zeigt sich eine enorme Streuung der Bruchlastwechselzahlen bei konstantem Lastniveau (diese Werte können natürlich nicht in Wöhlerkurven verwendet werden).

Detailbetrachtungen der probenformbedingten Versagensmechanismen werden im folgenden behandelt.

Die DT-Probenform erreicht beim Lasthorizont von 40 % der statischen Zugfestigkeit und Flüssig-Stickstoff-Kühlung eine mittlere Lastwechselzahl von  $2,004 \cdot 10^6 \pm 9,32 \cdot 10^5$  und hat die bereits in 3.1.3 aufgezeigte Bruchbildcharakteristik.

Tab. 6: Lastwechselzahlen der verschiedenen Probenformen bei Lasthorizont 40 % der statischen Zugfestigkeit und Flüssig-Stickstoff-Kühlung.

Probenform	Lastwechselzahl
F-Probe	60.000 53.900 42.900 117.800 176.600
F/GA : Kleber: UHU Plus	63.300 74.100 40.200 107.900
Ultrabond 100	78.200 71.500
M Bond GA2	175.000
F/CA : Kleber: M Bond GA2	15.200 14.000 44.000
BT : kleiner T-Radius	3.127.700 2.457.200 2.283.700
großer T-Radius	562.200 205.600 401.200 109.500

Verzichtet man auf eine Kraffteinleitungszone wie bei der F-Probe, so sinkt die Lebensdauer und beträgt maximal 10 % der Lastwechselzahlen der DT-Probe. Der Bruch erfolgt im Einspannbereich an der Stelle höchster Spannungskonzentration (Bereich A, Abb. 2/3) und hat die pinselige Zerfaserung zur Folge (Abb. 13a).

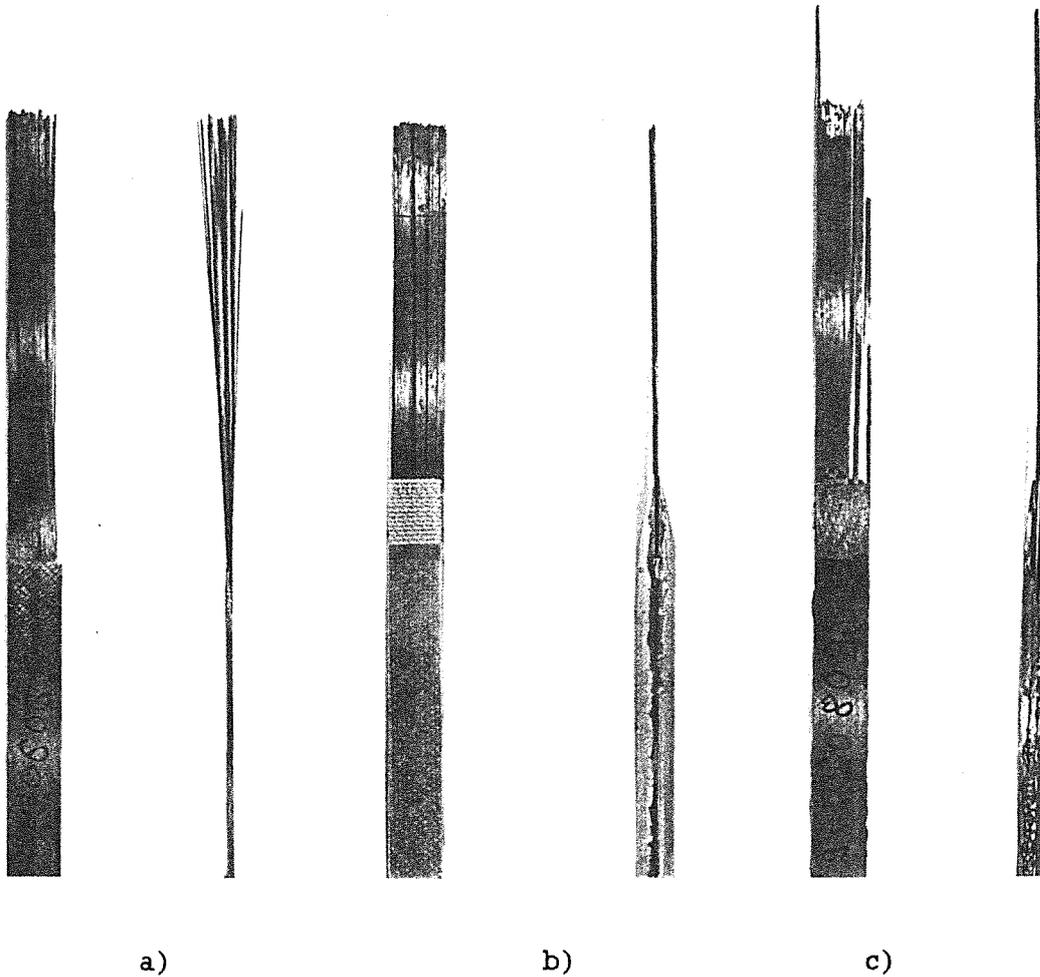


Abb. 13: Bruchbilder von: a) F-Probe, b) F/GA-Probe, c) F/CA-Probe

Bei den F-Proben mit Aufdopplern bewirken keiner der GFK- oder CFK-Aufdoppler noch verschiedene Kleber eine funktionsfähige Kraffteinleitungszone. In erster Linie versagen spontan die Klebungen, somit sind die Aufdoppler von der Probe abgetrennt, und die Kraffteinleitungszone wird unwirksam. Es liegt praktisch eine F-Probe vor, was die gleichen Lastwechselzahlen wie bei der F-Probe und der Bruch im Einspannbereich belegen. Im Bruchbild zeigen sich wiederum viele Längsrisse (Abb. 13b/c).

Für die beiden BT-Probenformen ergaben sich in der Lebensdauer unterschiedliche Ergebnisse.

Die Lastwechselzahlen waren für die BT-Proben mit großem T-Radius wesentlich kleiner als die der Proben mit kleinem T-Radius. Letztere erreichten in den Lastwechselzahlen die gleiche Größenordnung wie die DT-Probenform.

Das Bruchbild beider BT-Proben (Abb. 14a/b) weist wie die DT-Probe eine pinselförmige Zerfaserung auf, allerdings fand der Bruch der BT-Proben im Einspannbereich (Bereich A, Abb. 2/3) statt.

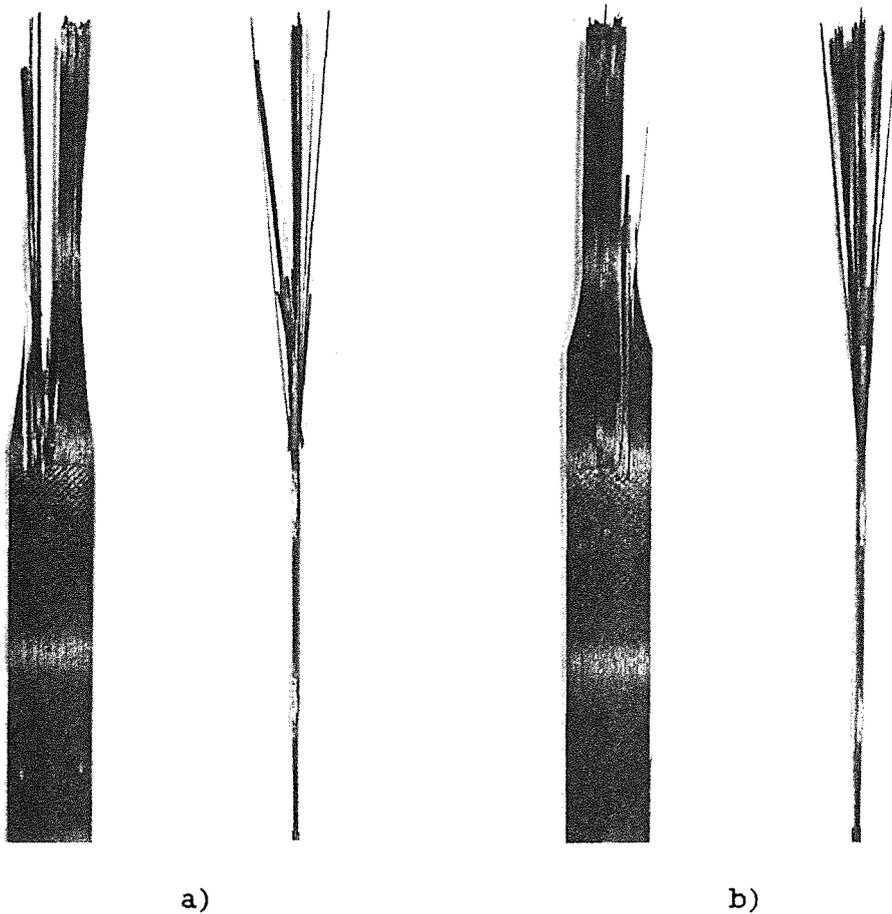


Abb. 14: Bruchbilder von: a) BT/gT-Radius-Probe, b) BT/kT-Radius-Probe.

### 3.4 Ergebnisse aus den Versuchen mit Gas- und Flüssigkeitskühlung für AS4/PEEK

Diese Vergleichsmessungen wurden, wie erwähnt, nur mit der DT-Probe durchgeführt. Dabei gibt es im Bruchbild und der Bruchstelle keinen Unterschied (vgl. Abb. 9a und 15). Die Lebensdauer liegt bei Kühlung mit gasförmigem Stickstoff unter der mit Flüssig-Stickstoff-Kühlung (Tab. 7). Die Verteilungsdichtefunktionen (Abb. 16) verdeutlichen aber, daß die Lastwechselzahlen für die beiden Lasthorizonte nicht wesentlich voneinander abweichen.

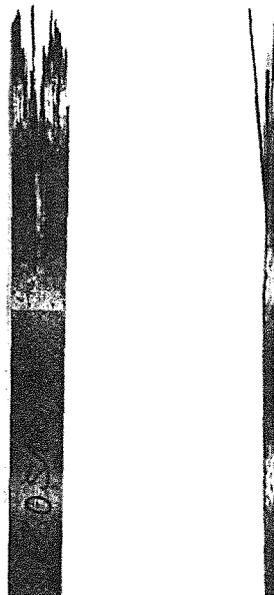


Abb. 15: Bruchbild der DT-Probe bei gasförmiger Kühlung.

Tab. 7: Lastwechselzahlen bei unterschiedlichen Kühlmedien.

Lasthorizont in % der Zugfestigkeit	Lastwechselzahlen für Kühlung mit	
	flüssigem N <sub>2</sub>	gasförmigem N <sub>2</sub>
40	1.371.000	901.900
	1.374.800	716.200
	1.285.000	1.901.400
	1.377.600	1.369.300
	3.363.600	356.600
	1.566.700	396.500
	3.589.000	521.100
60	6.700	6.000
	6.800	3.500
	4.700	4.000
	8.100	2.800
	5.500	3.900
	6.500	2.400
	8.700	3.400

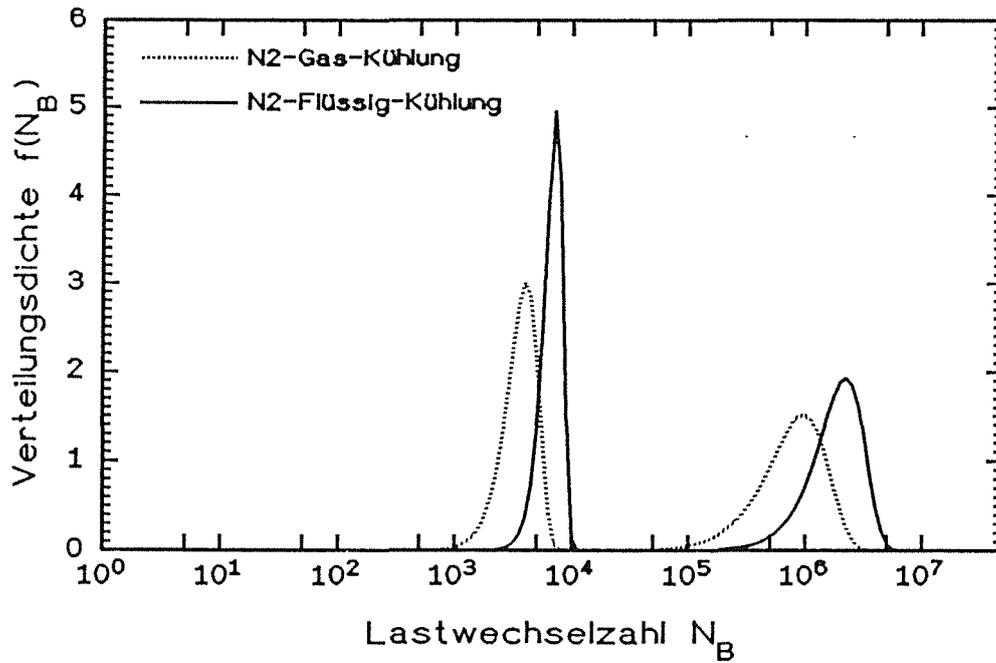


Abb. 16: Verteilungsdichten für AS4/PEEK (DT-Probe) bei unterschiedlicher Kühlung für die Lashorizonte 60 % und 40 % der Zugfestigkeit. (Formparameter s. Anh. B)

## 4. DISKUSSION DER VERSUCHSERGEBNISSE

### [1] Wöhlerkurven

Mit der DT-Probe wurden für die Faserverbunde AS4/PEEK und T300/EP V913 verschiedene Ergebnisse gefunden. Zum einen haben die Wöhlerkurven einen stark unterschiedlichen Verlauf, zum anderen ist die Streuung der Meßwerte für AS4/PEEK relativ gering, für T300/EP V913 jedoch sehr groß (3.1.2).

Diese unterschiedlichen Resultate sind also eine Folge signifikanten Werkstoffverhaltens und werden nicht durch die Wahl der DT-Probenform bestimmt.

### [2] Krafteinleitung

Die F-Proben ohne Krafteinleitungselemente versagen erwartungsgemäß im Einspannbereich an der Stelle höchster Spannungskonzentration bereits bei niedrigen Lastwechselzahlen. Es ist keine Krafteinleitungszone vorhanden, die die hohen Spannungen im Einspannbereich abbauen könnte.

F-Proben mit Aufdopplern nach ASTM Standard führen zu identischen Ergebnissen wie die F-Proben ohne Krafteinleitungselemente.

Das beschriebene Kontraktionsverhalten von Aufdoppler, Klebschicht und Probenmaterial bei der Abkühlung führt dazu, daß die Klebschichten mechanisch überlastet sind und sofort versagen. Die Aufdoppler werden dadurch von der Probe abgekoppelt und tragen nicht mehr zur Krafteinleitung bei. Die eigentlich zu verhindernde Kerbwirkung kommt wieder voll zur Geltung. Des weiteren birgt die Verwendung von Aufdopplern nach [9] (nicht vermeidbare) Fehler in sich: Unregelmäßigkeiten in den Abmessungen, der Geometrie (z.B. Parallelität der Kanten) und ungenügende Positionierung auf der Probe behindern eine gleichmäßige Krafteinleitung.

Die normierte Probe erweist sich also für Anwendungen bei tiefen Temperaturen als ungeeignet.

Die BT-Proben mit großem T-Radius erreichen gegenüber den F-Proben mit und ohne Aufdoppler etwas höhere Lebensdauern. Durch die Taillierung und die größere Breite der Proben im Einspannbereich - die Meßquerschnitte sind damit bei allen Probenformen gleich - werden dort die Spannungskonzentrationen etwas abgebaut.

Die Krafteinleitungszone erweist sich trotzdem als zu schwach und nur für eine kurze Zeit intakt, ehe sie durch Längsrißbildung abgetrennt wird. Solche Längsrisse konnten an BT-Proben, die nicht bis zum Bruch belastet wurden, festgestellt werden. Nach der Abtrennung der Krafteinleitungszone liegt praktisch wieder eine F-Probe vor, die im Einspannbereich versagt.

BT-Proben mit kleinem T-Radius haben den Vorteil, daß der Beginn der Taillierungszone weiter von der kritischen Stelle im Einspannbereich entfernt ist. Die Lebensdauern sind denen der DT-Proben ähnlich und werden offensichtlich durch die vergrößerte, massive Krafteinleitungszone hervorgerufen. Offenbar ist es wichtiger den Bereich von den Spannbacken bis zum Beginn der Taillierung möglichst weit auszudehnen, als durch einen großen Taillierungsradius die Kerbwirkung der Taillierung zu reduzieren. Letztendlich wird das Versagen, wie bei der BT-Probe mit großem T-Radius, durch die Abtrennung der Krafteinleitungszone eingeleitet. Der Bruch erfolgt daraufhin ebenfalls im Einspannbereich. Die Ergebnisse können somit nicht als vertrauenswürdig angesehen werden.

Die vorherigen Beobachtungen führen zu dem Schluß, daß es am wichtigsten ist, eine funktionsfähige Krafteinleitungszone zu schaffen. Mit der DT-Probe ist dies am ehesten gewährleistet. Sie zeigt als einzige Probe kein Versagen im Einspannbereich.

### [3] Bruchbild

Bei allen Probenformen führt das Versagen für AS4/PEEK zu einer mehr oder minder ausgeprägten pinselförmigen Zerfaserung, was bei T300/EP V913 nicht zu beobachten ist. Das bedeutet, daß dies eine Folge unterschiedlichen Werkstoffverhaltens ist und nicht von der DT-Probenform abhängt.

### [4] Kühlung

Die Annahme, daß bei Flüssig-Stickstoff-Kühlung die Lebensdauern der Proben kürzer sind als bei gasförmigem Stickstoff, bestätigte sich nicht. Vielmehr reduzierten sich sogar die Lebensdauern bei Kühlung mit gasförmigem Stickstoff.

Der systematische, aber geringfügige Unterschied dürfte einmal auf den schlechteren Wärmeübergang zwischen Probe und Kühlmedium bei gasförmigem Kühlmedium zurückzuführen sein, der eine Erwärmung der Probe zur Folge hat. Des weiteren überlagern sich thermische Spannungen wegen eines Temperaturgradienten (ca. 30 K über die Probenlänge).

Es bleibt offen, ob bei Flüssig-Stickstoff-Kühlung Spannungsrißkorrosion stattfindet. Wenn ja, sollten die Lebensdauern bei gasförmigem Kühlmedium länger sein. Im vorliegenden Ergebnis könnte eine längere Lebensdauer der Proben durch die o.g. thermischen Bedingungen überkompensiert sein.

## 5. ZUSAMMENFASSUNG

Die Versuchsergebnisse belegen, daß mit der DT-Probenform, trotz der Faserschädigungen im Krafteinleitungsbereich, die zu übertragende Prüflast am ehesten gleichmäßig ohne Spannungsüberhöhungen in die Meßstrecke eingeleitet wird. Ausschließlich bei diesen Proben findet der Bruch in der Meßstrecke statt.

Die -wiederholt- für AS4/PEEK und T300/EP V913 gemessenen prägnant unterschiedlichen Ergebnisse mit konstanter DT-Probenform, lassen den Schluß zu, daß der starke Abfall der Wöhlerkurve und die geringe Streuung der Meßwerte von AS4/PEEK auf spezifisches Werkstoffverhalten zurückzuführen sind.

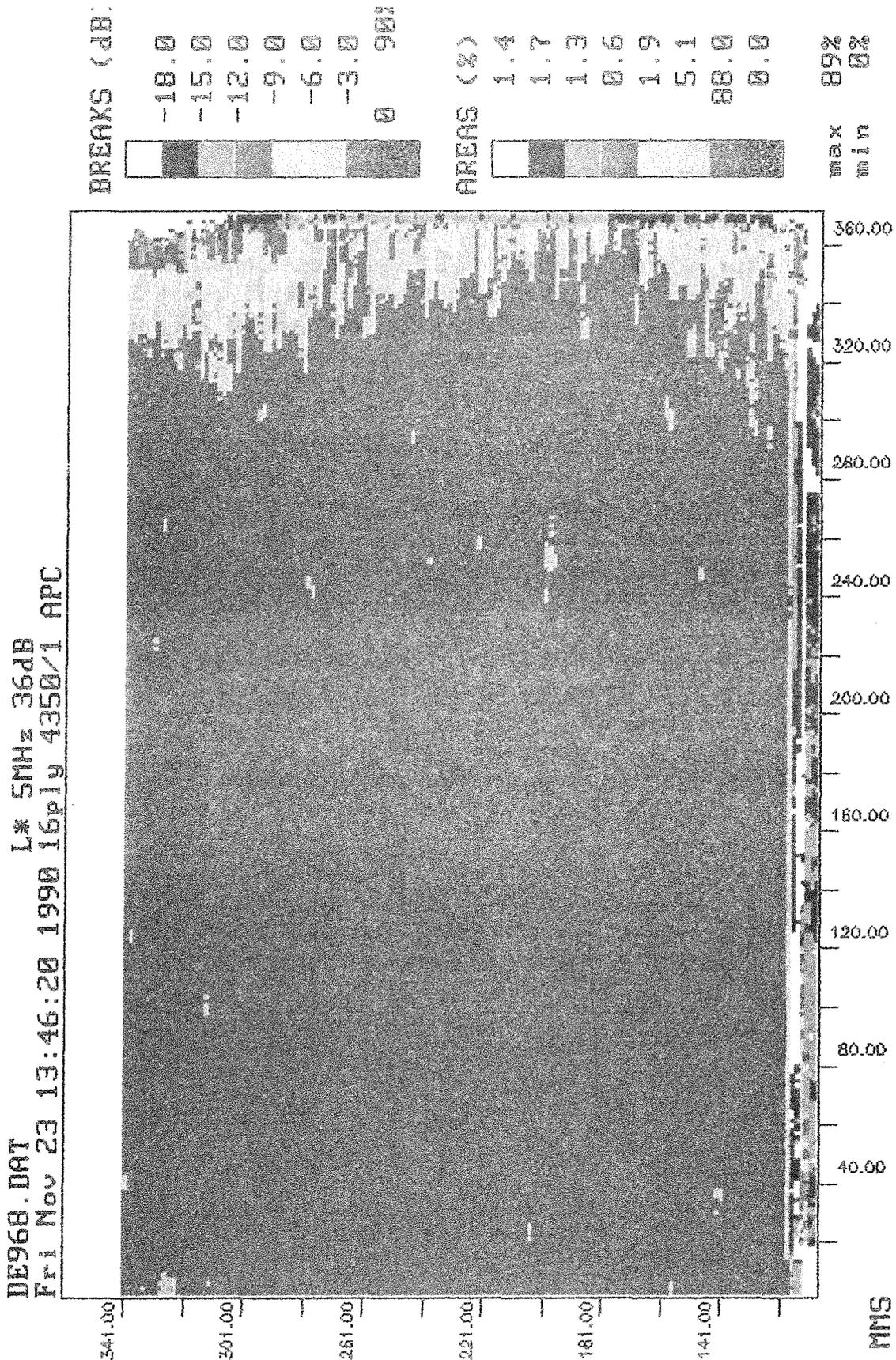
Mit den BT-Proben können umso höhere Lastwechselzahlen erreicht werden, je weiter der Taillierungsbereich von den Spannbackenenden entfernt ist. Jedoch wird die Krafteinleitungszone durch Längsrißbildung abgetrennt und die Proben versagen im Einspannbereich. Praktisch liegt damit wieder eine F-Probe vor, und die Ergebnisse sind entsprechend zu bewerten.

Für AS4/PEEK wurde bei allen Probenformen die Bildung einer pinselförmigen Zerfaserung, hervorgerufen durch Längsrißwachstum, beobachtet, d.h. es liegt eine Werkstoffeigenschaft vor. Generell kann über die Ausgangspunkte (Meßstrecke oder Bereich A, Abb. 2/3) der Längsrisse keine Aussage gemacht werden. Risse bei UD-Verbunden sind zu fein, um sie durch Röntgen- oder Ultraschall-Untersuchungen beobachten zu können.

Flüssiger Stickstoff als Kühlmedium erweist sich gegenüber gasförmigem als vorteilhafter. Mit ihm ist ein besserer Wärmeübergang von der Probe auf das Kühlmedium, und eine gleichmäßige Temperaturverteilung über der Probe gewährleistet.

## 6. ANHANG

**A:** Aufzeichnung des Ergebnisses aus der Ultraschall-Untersuchung einer AS4/PEEK-Platte (Lay up:  $0_{16}$ ,  $d = 1$  mm).



**B: Berechnete Parameter für die Weibull-Verteilungsdichten:**

Belastung	Verbund	Gleichg.	Abb.	$\alpha$	$\beta$
Versuche mit Flüssig-Stickstoff-Kühlung					
Zug	AS4/PEEK	1	7	2.540	33,6
	T300/EP V913	1	7	1.857	11,2
Zug-Schwell	AS4/PEEK				
	Lasthorizont 40%/ $\sigma_B$	1/2/3	16	2.263.000	2,3
	Lasthorizont 60%/ $\sigma_B$	1	16	7.246	5,9
Versuche mit Gas-Stickstoff-Kühlung					
Zug-Schwell	AS4/PEEK				
	Lasthorizont 40%/ $\sigma_B$	1	16	997.500	1,8
	Lasthorizont 60%/ $\sigma_B$	1	16	4.116	3,5

**C: Berechnete Parameter für die Wöhlerkurven:**

Belastung	Verbund	Gleichg.	Abb.	g	h
Zug-Schwell	AS4/PEEK	4	8	4,2	2,1
	T300/EP V913	4	8	3,6	0,8

## 7. LITERATURVERZEICHNIS

- [1] Ahlborn, K., Dissertation (PhD), Mechanische Eigenschaften von Kohlenstoffaserverstärkten Thermoplasten für die Anwendung in der Tieftemperaturtechnologie, Universität Karlsruhe, (1989)
- [2] Hartwig, G. and Knaak, S., Cryogenics (1984) 24 639-647
- [3] Hartwig, G., Advances in Cryogenic Engineering Materials (1981) 28 179-189
- [4] Pannkoke, K., Wagner H.J., Fatigue Properties of Unidirectional Carbon Fibre Composites at Cryogenic Temperatures; Cryogenics (in Druck)
- [5] Hartwig, G., Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Vol. 4, Wiley and Sons, New York, USA, 1986
- [6] Dubbel, Taschenbuch für den Maschinenbau, 16. Auflage, Springer-Verlag
- [7] Munz, D., Skript zur Vorlesung "Zuverlässigkeit von Konstruktionen", SS 90, Universität Karlsruhe
- [8] Reichelt, C., Rechnerische Ermittlung der Kenngrößen der Weibull-Verteilung, VDI-Verlag (Reihe 1, Nr. 56, 1978)
- [9] Gecks, M. and Och, F., Ermittlung dynamischer Festigkeitskennlinien durch nichtlineare Regressionsanalyse, Sonderheft DFVLR, Strukturmechaniktagung, Ottobrunn (1977)
- [10] Hart-Smith, L.J., Some Observations about Test Specimens and Structural Analysis for Fibrous Composites, Composite Materials: Testing and Design (Ninth Volume) ASTM STP 1059, S.P. Garbo, Ed., American Society for Testing Materials, Philadelphia, 1990, p. 86-120