

**Forschungszentrum Karlsruhe**

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6581

Einfluss von Tieftemperatur und Wasserstoff  
auf das Versagensverhalten von  
Glasfaser-Verbundwerkstoffen unter  
statischer und zyklischer Belastung

Gunter Geiss

Institut für Materialforschung

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

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2001

Einfluss von Tieftemperatur und Wasserstoff  
auf das Versagensverhalten von  
Glasfaser-Verbundwerkstoffen unter  
statischer und zyklischer Belastung

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Doktors der Ingenieurwissenschaften**

von der Fakultät für Maschinenbau der  
Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte

**Dissertation**

von

Dipl.-Ing. Gunter Geiss  
aus Temeschburg

Tag der mündlichen Prüfung:

08. Dezember 2000

Hauptreferent:

Prof. Dr. rer. nat. Dietrich Munz, Universität Karlsruhe (TH)

Korreferent:

Prof. Dr. rer. nat. Günther Hartwig, Universität Erlangen-Nürnberg

## Zusammenfassende Darstellung

Ziel der Arbeit war es, das Versagensverhalten von glasfaserverstärktem Kunststoff (GF/EP) bei Raum- und Tieftemperatur durch geeignete Experimente zu beschreiben.

Das Versagensverhalten von GF/EP ist bei Raumtemperatur RT von der Spannungrisskorrosion beeinflusst. Bei 77 K, wo diese Prozesse eingefroren sind, liegt die Bruchspannung von unidirektionalem (UD) GF/EP 50 % über der bei RT. Nach dem quasi-statischen Zugversuch ist der Probenkörper regelrecht zerpinselt, was auf die enorm hohe Bruchdehnung zurückzuführen ist.

Aus den Versuchen an Kreuzverbunden geht hervor, dass sich das Material bei 77 K nahezu linear-elastisch bis zum Bruch verhält. Bei Raumtemperatur jedoch dominiert das viskoelastische Verhalten der Kunststoffmatrix.

Allgemein degradieren UD- und Kreuzverbunde im Schwingversuch sehr stark.

Der Einfluss von Wasserstoff auf GF/EP UD hat sich nur in den Ermüdungsversuchen gezeigt. Nach einer dreimonatigen Einlagerung der Proben in gasförmigem Wasserstoff bei 80 °C hat sich im anschließenden Schwingversuch bei 77 K eine Erhöhung der Dauerfestigkeit um 30 % im Vergleich zu nicht eingelagerten Proben ergeben.

## The influence of low temperature and hydrogen on the failure modes of fiberglass composite material under steady-state and cyclic loads

This study was conducted to describe the failure modes of fiberglass-reinforced polymers at room temperature and low temperatures by means of appropriate experiments.

The failure modes of fiberglass-reinforced polymers at room temperature are influenced by stress corrosion cracking. At 77 K, when these processes are frozen, the fracture stress of unidirectional fiberglass-reinforced polymer is 50 % higher than it is at room temperature. After a quasi steady-state tensile test the specimen is nearly fragmented as a result of the immense elongation at fracture.

Experiments on composites wound crosswise indicate that the material, at 77 K, behaves nearly linearly elastic up to the point of fracture. At room temperature, however, visco-elastic behavior of the polymer matrix dominates.

In general, unidirectional and cross-wound composites are degraded strongly in a vibration test.

The influence of hydrogen on unidirectional fiberglass-reinforced polymer became apparent only in fatigue tests. After three months of storage of the samples in gaseous hydrogen at 80 °C, the subsequent vibration test at 77 K showed an increase by 30 % in fatigue strength compared to samples not stored in this way.

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
2	Theoretische Grundlagen .....	5
2.1	Elastische Eigenschaften von Faserverbunden.....	5
2.1.1	Unidirektionale Verbunde.....	5
2.1.2	Kreuzverbunde .....	8
2.1.3	Unidirektionale Verbunde unter biaxialer Belastung .....	11
2.2	Thermische Eigenschaften von Faserverbunden .....	14
2.2.1	Unidirektionale Verbunde.....	14
2.2.2	Kreuzverbunde .....	17
2.3	Mechanische Eigenschaften von Gläsern bei RT und 77 K.....	17
2.3.1	Festigkeit.....	18
2.3.2	Glasfasern.....	19
2.3.3	Spannungsrissskorrosion .....	20
2.4	Statistische Auswertung .....	22
2.4.1	Quasistatische Zugversuche.....	22
2.4.2	Wöhlerkurven.....	24
3	Untersuchte Faserverbunde & Apparaturen.....	27
3.1	Untersuchte Faserverbunde.....	27
3.1.1	Verstärkungsfasern .....	27
3.1.2	Polymermatrix .....	29
3.1.3	Faser-Matrix Verbund.....	29
3.2	Probenformen .....	31
3.2.1	Zugproben .....	31
3.2.2	Torsionsproben.....	31
3.3	Das Experiment an der Apparatur.....	32
3.3.1	Zugversuche .....	32
3.3.2	Biaxial-Versuche .....	34
3.4	Apparaturen zur Schadensanalyse.....	34

4	Einspannmethode .....	37
4.1	Herkömmliche Prüfmethode nach DIN EN ISO 527 .....	37
4.1.1	Spannbacke .....	37
4.1.2	Prüfmethode mit Aufdoppler .....	38
4.1.3	Experimentelle Unzulänglichkeiten .....	39
4.2	Optimierung der Einspannmethode .....	41
4.2.1	Spannbacke .....	41
4.2.2	FEM-Optimierung .....	43
4.2.3	Verschiedene Verbindungsmethoden .....	45
4.3	Angewandte Einspannmethode .....	52
4.4	Neu entwickelte Spannbacke .....	54
5	Tieftemperatur-Versagensverhalten .....	57
5.1	Versagensverhalten unter Zugbelastung .....	57
5.1.1	Unidirektionale Verbunde .....	57
5.1.2	[0/90°] - Verbunde .....	68
5.1.3	[±45°] - Verbunde .....	72
5.2	Versagensverhalten unter Scherbelastung .....	74
5.2.1	Unidirektionale Verbunde .....	74
5.2.2	[0/90°] - Verbunde .....	77
5.2.3	[±45°]- Verbunde .....	81
5.3	Versagensverhalten von GF/EP-UD unter biaxialer Belastung .....	84
6	Wasserstoffinduzierte Änderung des Versagensverhaltens .....	89
6.1	Vorkonditionierung der Proben .....	90
6.2	Quasistatische Zugbelastung bei Raumtemperatur .....	91
6.3	Quasistatische Zugbelastung bei 77 K .....	94
6.4	Schwellende Zugbelastung bei 77 K .....	95
6.5	Infrarotspektroskopie .....	97
6.6	Diskussion .....	98
7	Zusammenfassung .....	101
	Anhang .....	105
	Literaturverzeichnis .....	109

# Symbolverzeichnis

## Lateinische Buchstaben

C	[Pa]	Steifigkeitsmatrix
E	[Pa]	Elastizitätsmodul
F	[N]	Zugkraft
F	[ – ]	Verteilungsfunktion
G	[Pa]	Schubmodul
L	[m]	Länge
L	[ – ]	Maximum-Likelihood-Funktion
M	[Nm]	Torsionsmoment
N	[ – ]	Lastwechselzahl
R	[ – ]	Verhältnis Unter- zu Oberspannung
$R_{\perp}^{(+)}$	[Pa]	Quer-Zugfestigkeit
$R_{\perp}^{(-)}$	[Pa]	Quer-Druckfestigkeit
$R_{\perp\parallel}$	[Pa]	Quer/Längs-Schubfestigkeit
$R_{\perp\perp}^A$	[Pa]	Bruchwiderstand der Wirkebene
S	[Pa <sup>-1</sup> ]	Nachgiebigkeitsmatrix
T	[K]	Temperatur
$V_f$	[ – ]	Faservolumengehalt
d	[m]	Dicke
d	[inch]	Faserdurchmesser
f	[ – ]	Verteilungsdichtefunktion
l	[m]	Länge
$p_{\perp\parallel}^{(+)}$	[ – ]	Neigungmaß
$p_{\perp\parallel}^{(-)}$	[ – ]	Neigungmaß
$p_{\perp\perp}^{(+)} = p_{\perp\perp}^{(-)}$	[ – ]	Neigungmaß

## Griechische Buchstaben

$\Gamma$	[ – ]	Gammafunktion
$\Lambda$	[ – ]	logarithmisches Dekrement

$\alpha$	[K <sup>-1</sup> ]	thermischer Ausdehnungskoeffizient
$\alpha$	[ - ]	Lageparameter
$\beta$	[ - ]	Formparameter
$\tan\delta$	[ - ]	mechanischer Dämpfungsfaktor
$\varepsilon$	[ - ]	Dehnung
$\gamma$	[ - ]	Scherung
$\mu$		Mittelwert in der jeweiliger Einheit
$\nu$	[ - ]	Querkontraktionszahl
$\pi$	[ - ]	Konstante
$\theta$	[°]	Bruchwinkel
$\rho$	[g/cm <sup>3</sup> ]	
$\sigma$	[Pa]	Normalspannung
$\sigma$		Standardabweichung in der jeweiligen Einheit
$\tau$	[Pa]	Scherspannung

### Verschiedene

$\infty$		gegen unendlich strebend
$\varnothing$	[m]	Durchmesser

### Tiefgestellte Indizes

B	Messgröße beim Bruch
D	Dauerfestigkeit
G	Glasübergang
f	Faser
g,h	Formfaktoren
m	Matrix
o	ober, z. B. Oberspannung
v	Verbund
x,y,z	Kartesische Koordinaten
r,φ,θ	Polarkoordinaten
0	0°-Lage
90	90°-Lage
45	+45° oder -45°-Lage

### Tiefgestellte Indizes

th	thermisch
----	-----------

# 1 Einleitung

In absehbarer Zukunft wird unser Energiebedarf, insbesondere in der Automobiltechnik und in der Luft- und Raumfahrt, nicht mehr mit fossilen Brennstoffen abgedeckt werden können. Aus diesem Grunde und zum Schutz der Umwelt müssen einerseits neue Energieträger gefunden und andererseits muss nach Einsparpotentialen gesucht werden. In diesem Zusammenhang wäre eine Möglichkeit die Reduktion von bewegten Massen, wie Verkehrsmittel, Flugzeuge und Raketen. Im Automobilbau bedeutet Gewichtsersparnis einen geringeren Kraftstoffverbrauch und in der Luft- und Raumfahrt eine höhere Nutzlastkapazität.

Um tragende Konstruktionsteile leichter zu machen, wird heutzutage die Formgebung mit rechnergestützten Programmen optimiert und durch Werkstoffe geringer Dichte ersetzt. Für diese Aufgaben sind Metalle wie Titan, Aluminium, Magnesium und deren Legierungen prädestiniert. Auch finden geschäumte Metalle oder Polymere und immer häufiger faserverstärkte Kunststoffverbunde ihren Einsatz in den ingenieurmäßigen Konstruktionen. Letztere Materialien erlangen nur zögernd ihren Einzug, da noch eine gewisse Unsicherheit, das Bruchverhalten quantitativ zu beschreiben, besteht.

Faserverbundwerkstoffe bestehen aus der Matrix, im Allgemeinen auf Polymerbasis, und den Verstärkungsfasern. Der anisotrope Aufbau hat den Nachteil, dass die Belastbarkeit quer zur Faserorientierung niedrig ist. Ferner können diese Materialien nicht jede beliebige Krümmung annehmen. Nicht nur die mechanischen Eigenschaften sind richtungsabhängig, sondern auch das thermische Verhalten, sei es bezüglich der Wärmeleitung oder Wärmeausdehnung.

Dies eröffnet wiederum die Möglichkeit durch geeignete Wahl der Materialien und der Anordnung der Faserlage im Mehrschichtverbund beispielsweise ein tragendes Element mit stark negativer thermischer Ausdehnung herzustellen [Hartwig 95]. Der bedeutendste Vorteil von Faserverbundwerkstoffen aber ist, dass sie in Richtung der Fasern über eine hohe Bruchspannung verfügen, vor allem aber eine ausgezeichnete Festigkeit pro Dichte. Dieser Umstand veranlasst diesen Leichtbaumaterialien – zur Zeit noch auf geometrisch einfache Bauteile eingeschränkt – Funktionen zu übertragen, die der bisherige Kenntnisstand und die Berechnungsmethoden ermöglichen.

Beispielsweise werden an Aufhängungen von Behältern für flüssiges Helium, die ein Bestandteil von supraleitenden Magneten sind, die Anforderungen hoher Festigkeit bei niedriger Wärmeleitung und Wärmeausdehnung gestellt, die nur Verbundwerkstoffe erfüllen. Ein weiterer Einsatz ist das Leitwerk des Airbus, das aus Kunststoff mit Kohlenstofffasern als Verstärkung besteht. Für die Feststoffbehälter, die sogenannten



Booster, der nächsten Generation der Ariane-Raketen soll Stahl als Trägermaterial durch Carbonfaser-Verbundwerkstoffe abgelöst werden.

Für die Verwendung von faserverstärkten Kunststoffverbunden in der Luft- und Raumfahrt benötigt man insbesondere Materialkennwerte für den Übergang von Raumtemperatur, die auf der Erde herrscht, zu Temperaturen im Weltall, die wenige Grad über dem absoluten Nullpunkt liegen. Beim Abkühlen treten zusätzliche Faktoren auf, die berücksichtigt werden müssen. Durch verschiedene Wärmeausdehnungskoeffizienten der einzelnen Komponenten entstehen innere thermische Spannungen (Eigenspannungen). Die Eigenschaften der Polymermatrix ändern sich drastisch [Hartwig 94].

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, das Versagensverhalten von glasfaserverstärktem Kunststoff unter der Berücksichtigung der oben genannten Problematik durch geeignete Experimente bei Raum- und Tieftemperatur zu beschreiben. Es sollte dabei nicht nur der zerstörte Werkstoff untersucht werden, sondern auch der Versagensmechanismus verfolgt werden. Unter dem Gesichtspunkt des möglichen Einsatzes von Glasfaserverbunden als Wasserstoffbehälter war es ferner von großem Interesse, ob eine wasserstoffinduzierte Veränderung der Materialkennwerte eintritt.

Es existiert eine Vielzahl an Literatur zu Faserverbundwerkstoffen im Allgemeinen und zu deren Einsatz in der Tieftemperaturtechnologie. Zusammenfassende Arbeiten auf dem Gebiet dieser Leichtbaumaterialien bezüglich Aufbau, Eigenschaften, Verarbeitung, Konstruktion und Berechnung wurden von Ehrenstein, Moser und insbesondere von Puck geschrieben [Ehrenstein 81], [Moser 92], [Puck 95]. Puck liefert neue Berechnungsgrundlagen für glasfaserverstärkte Kunststoffe und stellt für multiaxiale Belastungen von Verbunden neue Hypothesen auf, die experimentell noch nicht überprüft sind.

Obige Arbeiten beziehen sich ausschließlich auf die Eigenschaften der Werkstoffe bei Raumtemperatur. Verglichen mit dem Bedarf von Tieftemperatur-Materialkennwerten gibt es relativ wenige Publikationen. Reed und Golda haben einen umfassenden Vergleich über kryogene Eigenschaften von unidirektional faserverstärkten Polymeren aufgestellt [Reed und Golda 94]. Darin sind die wichtigsten Arbeiten über Materialien verschiedener Fasern bei unterschiedlichen Temperaturen aufgeführt, zum Beispiel:

- Zug- oder Druckbelastung: [Dahl.–Pet. 80], [3M 88], [Reed und McColskey 94]
- Zugschwellende Belastung: [Kasen 75], [Morris 89].

Scherversuche an unidirektionalen Verbunden bei tiefen Temperaturen wurden in den neunziger Jahren durchgeführt, zum Beispiel [Evans et al. 90 a], [Kasen 90] und [Walsh et al. 95]. Experimente unter biaxialer Belastung, Druck gepaart mit Scherung, wurden in Japan gemacht, [Nishijima et al. 95] und [Okada und Nishijima 90]. Reed hat unidirektionale Glasfaser-Verbunde biaxialen Ermüdungsversuchen unterzogen [Reed et al. 95].

---

Ähnliche Versuche wie in der vorliegenden Arbeit haben Hübner, Pannkoke und Ahlborn an Kohlenstofffaser-Verbundwerkstoffen durchgeführt [Hübner 96], [Pannkoke 92] und [Ahlborn 89].

Wie eingangs erwähnt, besteht auch ein Bestreben nach neuen Energieträgern, wobei Wasserstoff zur Zeit die vielversprechendste Alternative zu sein scheint. Auf diesem Gebiet gibt es bereits zahlreiche Arbeiten bezüglich der Produktion, Lagerung, Distribution und Anwendung, zum Beispiel [Dechema 86], [Mathis 76] und [Peschka 84]. In der vorliegenden Arbeit wurden Materialien untersucht, die sich vor allem für die Speicherung von Wasserstoff eignen. Während der Einfluss von Wasserstoff auf Metalle und deren Legierungen hinlänglich untersucht ist, existieren praktisch keine Daten über eine eventuelle wasserstoffinduzierte Änderung der Materialeigenschaften von Kunststoffen. Im Bereich der Faserverbundwerkstoffe wurden erste Schritte getan, die im Kapitel 6 ausführlicher behandelt werden.



## 2 Theoretische Grundlagen

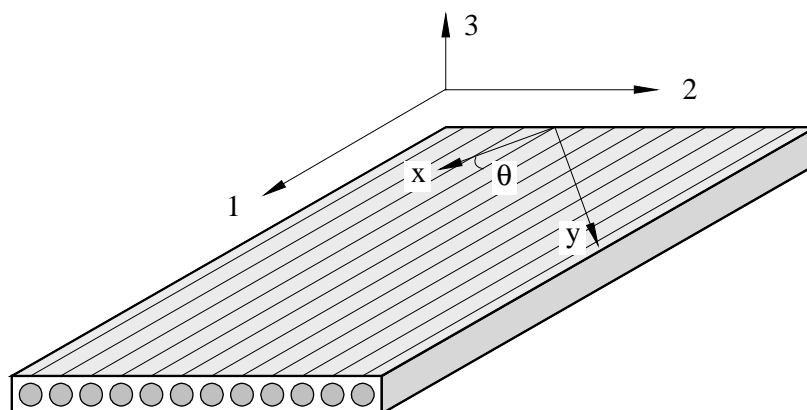
Die in dieser Arbeit untersuchten Faserverbund-Materialien bestehen aus zwei Komponenten, der Matrix und den Verstärkungsfasern. Es handelt sich also um heterogene Werkstoffe. Bei äußerer Belastung entstehen komplexe innere Spannungszustände, die von thermischen Spannungen überlagert werden. Letztere werden durch den Herstellungsprozess bei relativ hohen Temperaturen und durch das Abkühlen auf Tieftemperatur induziert.

In diesem Kapitel werden zunächst die mathematischen Methoden zur Erfassung der elastischen Eigenschaften vorgestellt, um anschließend die Auswirkungen der thermisch induzierten Spannungen zu beleuchten. Im darauffolgenden Abschnitt werden die Tief- und Raumtemperatur-Eigenschaften von Gläsern im Allgemeinen und die der Glasfasern im Besonderen erleutert. Abschließend wird auf die statistischen Auswertverfahren eingegangen.

### 2.1 Elastische Eigenschaften von Faserverbunden

#### 2.1.1 Unidirektionale Verbunde

Eine einzelne unidirektionale Schicht (UD-Schicht) ist wie in **Abbildung 2.1** gezeigt aufgebaut. Die Faseranordnung zu zwei zueinander senkrechten Achsen ist symmetrisch, d. h. der Sonderfall der orthogonalen Anisotropie oder Orthotropie liegt vor.



**Abbildung 2.1:** Aufbau einer UD-Schicht und deren Koordinatensystem  
1, 2, 3: Koordinatensystem einer separaten UD-Schicht  
x, y: Koordinatensystem der äußeren Belastung

Unter der idealisierten Voraussetzung, dass sich alle Bestandteile des Verbundes linear-elastisch verhalten, lässt sich das Materialverhalten mit dem Hooke'schen Gesetz folgendermaßen beschreiben:

$$\sigma_i = C_{ij} \cdot \varepsilon_j \quad (2.1)$$

oder

$$\varepsilon_i = S_{ij} \cdot \sigma_j \quad (2.2)$$

mit:

$\sigma_i$  Spannungskomponenten

$\varepsilon_i$  Verzerrungskomponenten

$C_{ij}$  Steifigkeitsmatrix

$S_{ij}$  Nachgiebigkeitsmatrix

$C_{ij} = C_{ji}$  und  $S_{ij} = S_{ji}$

Im Folgenden werden ebene Spannungszustände betrachtet, wobei die Belastung nur in Richtung der Orthotropieachsen wirkt. Der Querschnitt der UD-Schicht ist zwar nicht homogen, jedoch werden hier mit mittleren Spannungen gerechnet. Dadurch reduzieren sich Gleichungen (2.1) und (2.2) zu [Puck 67]:

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \tau_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{E_1}{1 - \nu_{21} \cdot \nu_{12}} & \frac{\nu_{12} \cdot E_1}{1 - \nu_{21} \cdot \nu_{12}} & 0 \\ \frac{\nu_{21} \cdot E_2}{1 - \nu_{21} \cdot \nu_{12}} & \frac{E_2}{1 - \nu_{21} \cdot \nu_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \gamma_{12} \end{pmatrix} \quad (2.3)$$

und

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \gamma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_2} & 0 \\ -\frac{\nu_{21}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \tau_{12} \end{pmatrix} \quad (2.4)$$

mit:

$E_1, E_2$  Elastizitätsmoduln in Orthotropierichtungen (siehe Abbildung 2.1)

$G_{12}$  Schubmodul in der 1-2 – Ebene

$\nu_{12}$  Poisson-Verhältnis

$$\nu_{21} = \nu_{12} \cdot \frac{E_1}{E_2}$$

Die Steifigkeits- und Nachgiebigkeitsmatrix aus Gleichungen (2.3) und (2.4) setzen sich aus den vier Grundelastizitätsgrößen,  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $G_{12}$  und  $\nu_{12}$ , der einzelnen UD-Schicht zusammen. Diese wiederum lassen sich aus den Kennwerten der Faser,  $E_{1f}$ ,  $E_{2f}$ ,  $G_{12f}$  und  $\nu_{12f}$ , und der Matrix,  $E_{1m}$ ,  $E_{2m}$ ,  $G_{12m}$  und  $\nu_{12m}$ , sowie dem Faservolumenanteil  $V_f = V_{\text{Glas}}/V_{\text{gesamt}}$  bestimmen. Auf Grund der isotropen Eigenschaften der einzelnen Komponenten gilt ferner:

$$E_{1f} = E_{2f} = E_f \quad (2.5)$$

$$E_{1m} = E_{2m} = E_m$$

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (2.6)$$

Mit der Kompatibilitätsbedingung, das heißt die Faser und die Matrix erfahren in Faserlängsrichtung die selbe Dehnung – die Verbunddehnung – lässt sich der E-Modul  $E_1$  mit Hilfe der sogenannten Mischungsregel berechnen [Mallick 93]. Dabei ist der Faser-E-Modul als nahezu temperaturunabhängig zu betrachten  $E_f(T) = E_f$ .

$$E_1(T) = V_f \cdot E_f + (1 - V_f) \cdot E_m(T) \quad (2.7)$$

Für die weiteren Elastizitätsgrößen gibt Puck an [Puck 67]:

$$E_2 = \frac{E_m(T)}{1 - \nu_m^2(T)} \cdot \frac{1 + 0,85V_f^2}{(1 - V_f)^{1,25} + V_f \cdot \frac{\left(\frac{E_m(T)}{1 - \nu_m^2(T)}\right)}{E_f}} \quad (2.8)$$

$$G_{12}(T) = G_m(T) \cdot \frac{1 + 0,6V_f^{0,5}}{(1 - V_f)^{1,25} + V_f \cdot \frac{G_m(T)}{G_f}} \quad (2.9)$$

$$\nu_{21}(T) = V_f \cdot \nu_{21f} + (1 - V_f) \cdot \nu_{21m}(T) \quad (2.10)$$

Verläuft die Belastung des Verbundes nicht entlang der Orthotropieachsen, so kann die Steifigkeits- und Nachgiebigkeitsmatrix über eine Transformation berechnet werden [Jones 75]. Dabei sind die Normalspannungen nicht mehr von den Scherspannungen entkoppelt, also nicht wie Gleichungen (2.3) und (2.4).

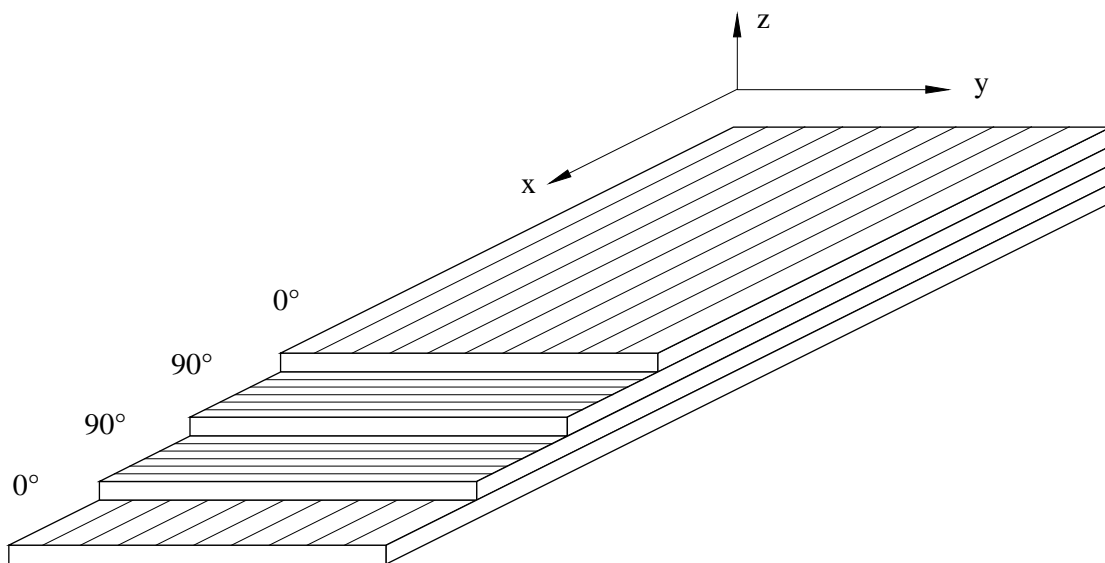
### 2.1.2 Kreuzverbunde

Ist ein Faserverbund beliebig mit UD-Lagen geschichtet, so ruft eine ebene Belastung oder eine Temperaturänderung nicht nur Verzerrungen, sondern auch noch Wölbungen hervor. Die in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe sind jedoch mittensymmetrisch aufgebaut, die Mittelebene ist also nur verzerrt, nicht verwölbt. Die Anordnung der Fasern bilden einen Sonderfall unter den Mehrschichtverbunden, da die Schichten in einem Winkel von  $90^\circ$  zueinander angeordnet sind. In diesem Fall spricht man von einem Kreuzverbund.

Zwei verschieden angeordnete Kreuzverbunde wurden untersucht:

- $[0/90^\circ]$ -Verbund **Abbildung 2.2**

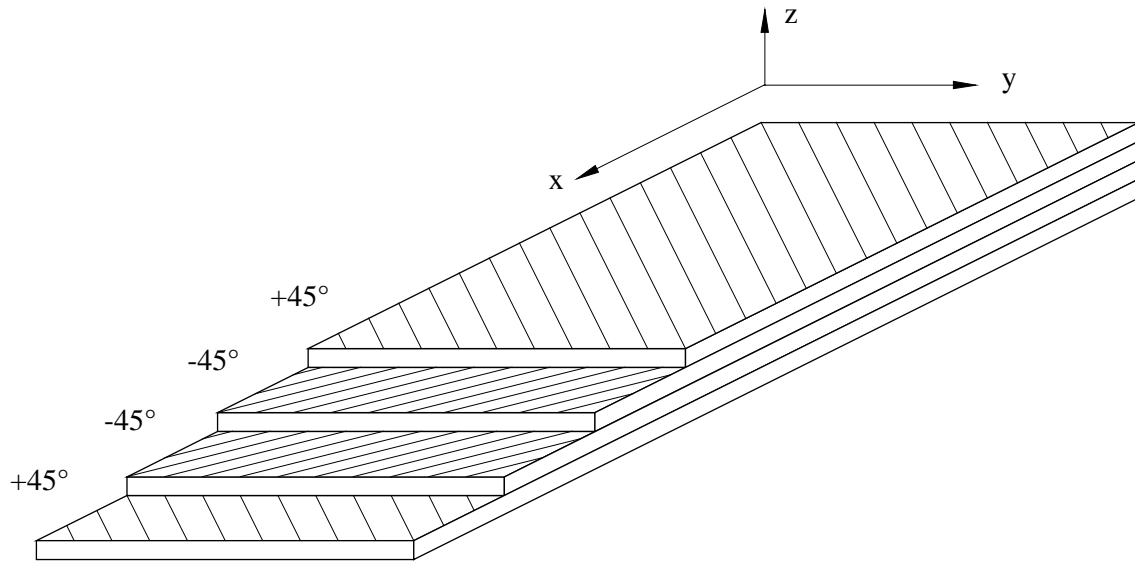
Die Fasern sind ausgeglichen und mittensymmetrisch orientiert, zum einen verläuft die Belastung parallel zur Faserlängsrichtung ( $0^\circ$ -Schicht) und zum anderen quer dazu ( $90^\circ$ -Schicht). Ausgeglichen bedeutet, dass die Gesamtdicke der  $0^\circ$ -Schichten genau so groß ist, wie die Gesamtdicke der  $90^\circ$ -Schichten.



**Abbildung 2.2:** Aufbau eines  $0/90^\circ$ -Verbundes und dessen Koordinatensystem

- $[\pm 45^\circ]$ -Verbund **Abbildung 2.3**

In diesem Fall liegen die Fasern immer in einem Winkel von  $45^\circ$  zu den Normalspannungen und sind auch ausgeglichen und mittensymmetrisch orientiert.



**Abbildung 2.3:** Aufbau einer  $\pm 45^\circ$ -Verbundes und dessen Koordinatensystem

Für die Berechnung der Elastizitätskonstanten wird angenommen, dass die einzelnen Lagen anisotrop, aber in sich homogen sind. Bei einer ebenen Belastung können die Elastizitätskonstanten  $\hat{C}_{ij}$  mit Hilfe der Konstanten der  $k$  verschiedenen Einzellagen  $\hat{C}_{ijk}$  ermittelt werden. Voraussetzung hierfür ist die Kompatibilitätsbedingung:

$$\varepsilon_{xk} = \varepsilon_x \quad \varepsilon_{yk} = \varepsilon_y \quad \varepsilon_{xyk} = \varepsilon_{xy} \quad (2.11)$$

das heißt, jede  $k$ -te Lage erfährt die selbe richtungsabhängige Dehnung.

Die Bestimmung der Elastizitätskonstanten erfolgt durch die Summation der Konstanten der Einzellagen, wobei sie nach der Dicke der  $k$ -ten Lage gewichtet werden:

$$\{\hat{C}_{ij}\} = \sum_{k=1}^n \frac{d_k}{d} \cdot C_{ijk} \quad (2.12)$$

mit:

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

$n$  Anzahl der Lagen

$d_k$  Dicke der  $k$ -ten Lage

$d$  Gesamtdicke des Verbundes

Die Elastizitäts- und Schubmoduln und die Querkontraktionszahlen der  $[0/90^\circ]$ - und der  $[\pm 45^\circ]$ -Kreuzverbunde lassen sich ermitteln zu [Puck 67]:



**[0/90°]-Verbund:**

$$E_x = \frac{1}{1 - \nu_{21}\nu_{12}} \cdot \left( d_0 E_1 + d_{90} E_2 - \frac{(\nu_{21} E_2)^2}{d_0 E_1 + d_{90} E_2} \right) \approx d_0 E_1 + d_{90} E_2 \quad (2.13)$$

$$\nu_{xy} = \frac{\nu_{21}}{d_{90} + d_0 \frac{E_1}{E_2}} \quad \nu_{yx} = \frac{\nu_{21}}{d_0 + d_{90} \frac{E_1}{E_2}} \quad (2.14)$$

$$G_{xy} = G_{12} \quad (2.15)$$

mit:

$d_0, d_{90}$  relative Schichtdicke bezogen auf die Gesamtdicke, es ist dabei unerheblich, aus wievielen Lagen der Verbund besteht;

Für einen ausgeglichenen [0/90°]-Verbund, das heißt  $d_0 = d_{90}$  gilt:

$$E_x = E_y \quad \text{und} \quad \nu_{xy} = \nu_{yx}$$

**[±45°]-Verbund:**

$$E_x = \frac{2E_1 G_{12} \left( \frac{1 + 2\nu_{21}}{E_1} + \frac{1}{E_2} \right)}{2G_{12} \left( \frac{\nu_{21}^2}{E_1} - \frac{1}{E_2} \right) - \frac{1}{2} \frac{E_1}{E_2} - \nu_{21} - \frac{1}{2}} \quad (2.16)$$

$$\nu_{xy} = \frac{2G_{12} \left( \frac{\nu_{21}^2}{E_1} - \frac{1}{E_2} \right) - \frac{1}{2} \frac{E_1}{E_2} + \nu_{21} - \frac{1}{2}}{2G_{12} \left( \frac{\nu_{21}^2}{E_1} - \frac{1}{E_2} \right) - \frac{1}{2} \frac{E_1}{E_2} - \nu_{21} - \frac{1}{2}} \quad (2.17)$$

$$G_{xy} = \frac{E_1}{4} \cdot \frac{\frac{E_1}{E_2} + 1 - 2\nu_{21}}{\frac{E_1}{E_2} - \nu_{21}^2} \quad (2.18)$$

mit:

$d_{+45} = d_{-45} = \frac{1}{2}d$ , das heißt ausgeglichener Winkelverbund

### 2.1.3 Unidirektionale Verbunde unter biaxialer Belastung

Die beiden vorhergehenden Abschnitte behandeln die uniaxiale Belastung von Faserverbundwerkstoffen. Da in der Praxis Werkstoffe fast niemals nur in einer Richtung beansprucht werden, ist es sinnvoll sie unter biaxialer Last zu untersuchen. Die ersten Bruchbedingungen für zusammengesetzte Beanspruchung sind drei voneinander unabhängige Grenzwerte [Stowell und Lin 61]:

$$\left( \frac{\sigma_1}{R_{\parallel}^{(\pm)}} \right)^2 = 1 \quad \begin{array}{ll} R_{\parallel}^{(+)} & \text{für } \sigma_1 > 0 \\ R_{\parallel}^{(-)} & \text{für } \sigma_1 < 0 \end{array} \quad (2.19)$$

$$\left( \frac{\sigma_2}{R_{\perp}^{(\pm)}} \right)^2 = 1 \quad \begin{array}{ll} R_{\perp}^{(+)} & \text{für } \sigma_2 > 0 \\ R_{\perp}^{(-)} & \text{für } \sigma_2 < 0 \end{array} \quad (2.20)$$

$$\left( \frac{\tau_{21}}{R_{\perp\parallel}} \right)^2 = 1 \quad (2.21)$$

mit:

- $\sigma_1$  Normalspannung in Faserlängsrichtung
- $\sigma_2$  Normalspannung in Faserquerrichtung und
- $\tau_{12}$  Schubspannung in 12-Richtung
- $R_{\parallel}^{(\pm)}$  Längs-Zug- oder Druckfestigkeit
- $R_{\perp}^{(\pm)}$  Quer-Zug- oder Druckfestigkeit
- $R_{\perp\parallel}$  Quer/Längs-Schubfestigkeit

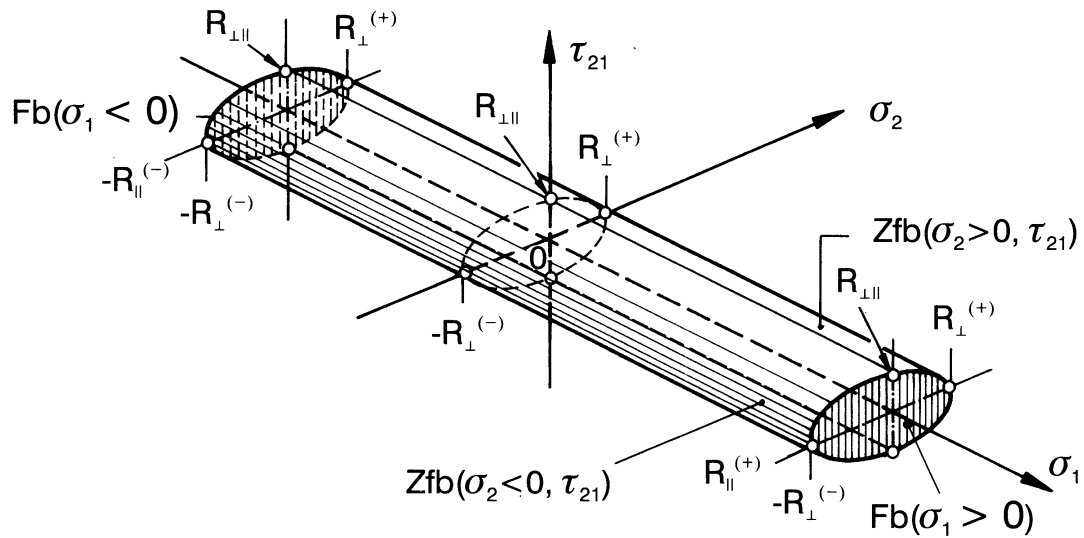
Gleichung (2.19) ermöglicht es, Faserbruch (Fb) vorherzusagen, während Gleichungen (2.20) und (2.21) ein Kriterium für Zwischenfaserbruch (Zfb) sind. In [Puck und Schneider 69] und [Puck 69] wurde das Zwischenfaserbruchkriterium erweitert zu:

$$\text{Fb:} \quad \left( \frac{\sigma_1}{R_{\parallel}^{(\pm)}} \right)^2 = 1 \quad \begin{array}{ll} R_{\parallel}^{(+)} & \text{für } \sigma_1 > 0 \\ R_{\parallel}^{(-)} & \text{für } \sigma_1 < 0 \end{array} \quad (2.22)$$

$$\text{Zfb:} \quad \left( \frac{\sigma_2}{R_{\perp}^{(\pm)}} \right)^2 + \left( \frac{\tau_{21}}{R_{\perp\parallel}} \right)^2 = 1 \quad \begin{array}{ll} R_{\perp}^{(+)} & \text{für } \sigma_2 > 0 \\ R_{\perp}^{(-)} & \text{für } \sigma_2 < 0 \end{array} \quad (2.23)$$

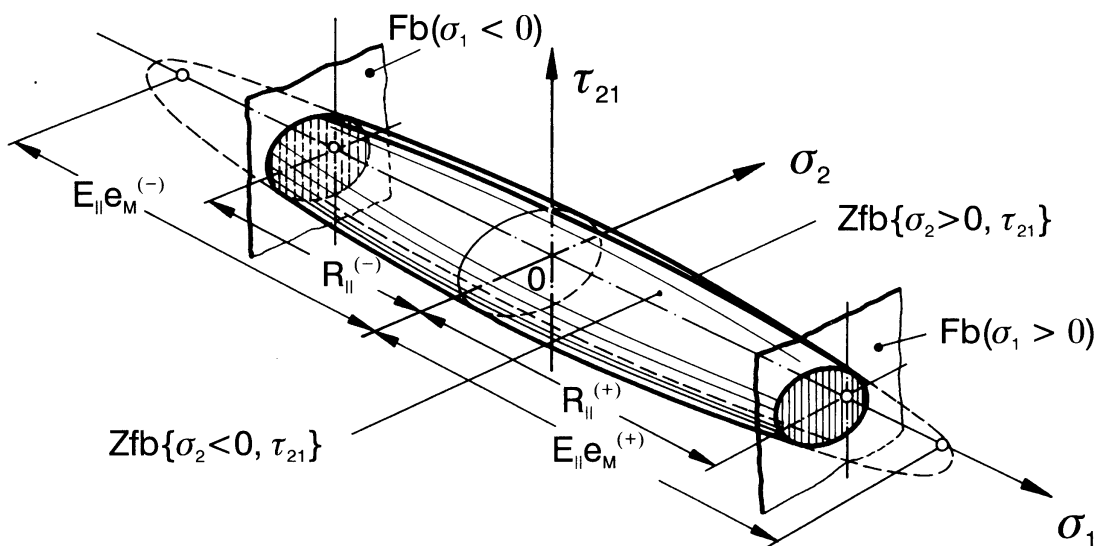
Das Zwischenfaserbruchkriterium, Gleichung (2.23), ist eine mehrachsige Versagenshypothese und unabhängig von  $\sigma_1$ .

Gleichungen (2.22) und (2.23) sind in **Abbildung 2.4** grafisch in Form eines Bruchzylinders dargestellt.



**Abbildung 2.4:** Darstellung der Fb- und Zfb-Bedingung als Bruchzylinder, aus [Puck 95]

Diese Form des Bruchkörpers würde bedeuten, dass die Spannung in Faserlängsrichtung  $\sigma_1$  keinen Einfluss auf den Zwischenfaserbruch hätte. Puck erweiterte sein Bruchkriterium, was von einem Zylinder zu einem sehr langgestreckten Ellipsoid („Bruchzigarre“) führte, siehe **Abbildung 2.5**, aus [Puck 95].



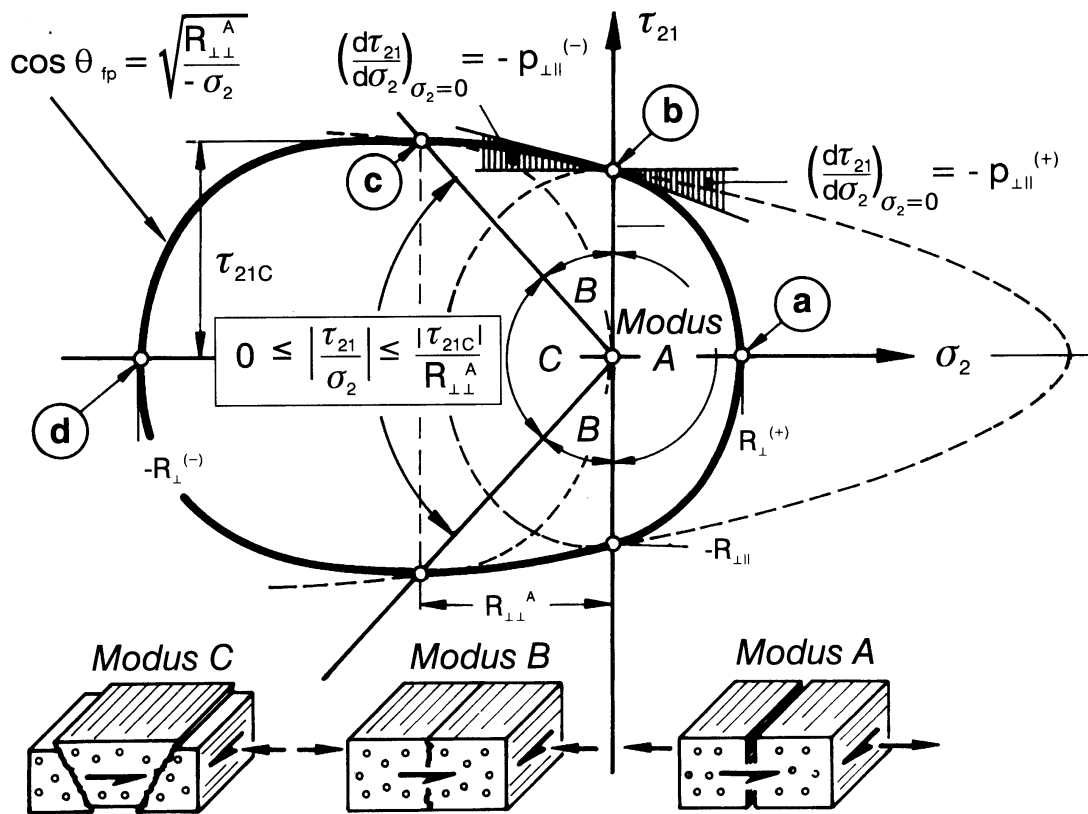
**Abbildung 2.5:** Darstellung der Fb- und Zfb-Bedingung als „Bruchzigarre“, aus [Puck 95]

Darin werden den Termen mit  $\sigma_2, \sigma_3, \tau_{23}, \tau_{31}, \tau_{21}$  ein Zusatzterm  $Z()$  folgender Form hinzugefügt:

$$Z(\sigma_1) = \frac{\sigma_1^2}{E_{\parallel} e_M^{(+)} e_M^{(-)}} + \frac{\sigma_1}{E_{\parallel}} \left( \frac{1}{e_M^{(+)}} - \frac{1}{e_M^{(-)}} \right) \quad \begin{matrix} e_M^{(+)} & \text{für } \varepsilon_1 > 0 \\ e_M^{(-)} & \text{für } \varepsilon_1 < 0 \end{matrix} \quad (2.24)$$

Hierin sind  $E_{\parallel} e_M^{(+)}$  und  $E_{\parallel} e_M^{(-)}$  die  $\sigma_1$  Spannungen des UD-Verbundes, bei der die Zug-Bruchdehnung  $e_M^{(+)}$  bzw. Druck-Bruchdehnung  $e_M^{(-)}$  der Matrix erreicht wird.

In der vorliegenden Arbeit wurde die Ebene  $\sigma_2$ - $\tau_{21}$ ,  $\sigma_1=0$  bei tiefen Temperaturen untersucht. In **Abbildung 2.6** ist diese Ebene noch einmal vergrößert dargestellt.



**Abbildung 2.6** Darstellung der Ebene  $\sigma_2$ - $\tau_{21}$ ,  $\sigma_1=0$ , aus [Puck 95]

Die Bruchkurve wird in drei Abschnitte unterteilt: Modus A, B und C, wobei die Modi A und C durch eine Ellipse beschrieben werden und Modus B durch eine Parabel, siehe Gleichungen (2.25), (2.26) und (2.27), aus [Puck 95].

$$\sqrt{\left(\frac{\tau_{21}}{R_{\perp\parallel}}\right)^2 + \left(1 - p_{\perp\parallel}^{(+)} \frac{R_{\perp}^{(+)}}{R_{\perp\parallel}}\right)^2 \left(\frac{\sigma_2}{R_{\perp}^{(+)}}\right)^2} + p_{\perp\parallel}^{(+)} \frac{\sigma_2}{R_{\perp\parallel}} = 1 \quad \text{für Modus A} \quad (2.25)$$

$$\frac{1}{R_{\perp\parallel}} \left( \sqrt{\tau_{21}^2 + (p_{\perp\parallel}^{(-)} \sigma_2)^2} + p_{\perp\parallel}^{(-)} \sigma_2 \right) = 1 \quad \text{für Modus B} \quad (2.26)$$

$$\left[ \left( \frac{\tau_{21}}{2(1 + p_{\perp\parallel}^{(-)}) R_{\perp\parallel}} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_2}{R_{\perp}^{(-)}} \right)^2 \right] \frac{R_{\perp}^{(-)}}{(-\sigma_2)} = 1 \quad \text{für Modus C} \quad (2.27)$$

mit:

$R_{\perp}^{(+)}$	Quer-Zugfestigkeit	$p_{\perp\parallel}^{(+)}$	Neigungsmaß
$R_{\perp}^{(-)}$	Quer-Druckfestigkeit	$p_{\perp\parallel}^{(-)}$	Neigungsmaß
$R_{\perp\parallel}$	Quer/Längs-Schubfestigkeit	$p_{\perp\parallel}^{(+)} = p_{\perp\parallel}^{(-)}$	Neigungsmaß
$R_{\perp\parallel}^A$	Bruchwiderstand der Wirkebene		

Das Neigungsmaß  $p_{\perp\parallel}^{(+)}$  entspricht der Steigung der Modus A-Kurve bei  $\sigma_2 = 0$  und  $p_{\perp\parallel}^{(-)}$  entspricht der Steigung der Modus B-Kurve bei  $\sigma_2 = 0$ . Dabei kann  $p_{\perp\parallel}^{(+)}$  und  $p_{\perp\parallel}^{(-)}$  unterschiedliche Werte annehmen, das heißt die Bruchkurve ist stetig aber nicht stetig differenzierbar.

Im unteren Abschnitt von **Abbildung 2.6** ist die Abhängigkeit des Verbund-Burchwinkels  $\theta_{fp}$  von der Belastungsart und -größe dargestellt. Bei einer Beanspruchung unter Modus A oder B verläuft  $\theta_{fp}$  im rechten Winkel zur Zug- bzw. Druckspannung  $\sigma_2$ . Unter Modus C Belastung lässt sich  $\theta_{fp}$  wie folgt berechnen [Puck 95]:

$$\theta_{fp} = \arccos \sqrt{\frac{R_{\perp\parallel}^A}{-\sigma_2}} \quad \text{für } \sigma_1 = 0. \quad (2.28)$$

## 2.2 Thermische Eigenschaften von Faserverbunden

### 2.2.1 Unidirektionale Verbunde

Wie die elastischen Eigenschaften, ist auch die thermische Ausdehnung von Faserverbundwerkstoffen anisotrop. Die Faser und die Matrix haben verschiedene Wärmeausdehnungskoeffizienten –  $\alpha_{\text{Faser}}$  ist etwa zehn mal höher als  $\alpha_{\text{Matrix}}$  – wobei die beiden Materialien für sich betrachtet isotrop sind. Der Ausdehnungskoeffizient der Glasfaser ist über den Temperaturbereich als nahezu konstant zu betrachten, während sich der der Matrix ändert [Schwarz 88]:

$$\begin{aligned}\alpha_{\text{Faser}} : \quad \alpha_{f1} = \alpha_{f2} = \alpha_f \\ \alpha_{\text{Matrix}} : \quad \alpha_{m1}(T) = \alpha_{m2}(T) = \alpha_m(T)\end{aligned}\tag{2.29}$$

Durch eine Temperaturänderung werden im Verbund innere thermische Spannungen induziert. Dadurch dass die Matrix bei Abkühlung stärker kontrahiert als die mechanisch steifere Faser, wird die Matrix zum einen in Faserlängsrichtung auf Zug belastet und zum anderen in Umfangsrichtung um die Faser, das heißt die mechanische Belastbarkeit wird reduziert. Dies geschieht allein durch den Herstellungsprozess, da das Epoxydharz bei über 100 °C aushärtet [Bailey et al. 79].

Bei einer Temperaturänderung ergibt sich eine Verbunddehnung gemäß:

$$\epsilon_i = S_{ij} \cdot \sigma_j + \int_T^{T+\Delta T} \alpha_{iv} dT\tag{2.30}$$

Greifen keine äußeren Kräfte an, so entspricht  $\sigma_i$  den inneren thermischen Spannungen. Um die Wärmeausdehnungskoeffizienten des Verbundes  $\alpha_{iv}$  zu bestimmen, werden folgende Idealisierungen angenommen [Schneider 71]:

- Die Fasern werden als ideal gerade, parallel laufend und in der Matrix gleichmäßig verteilt angenommen.
- Zwischen Faser und Matrix besteht vollkommene Haftung.
- Ideal elastisches Verhalten für Fasern und Matrix wird vorausgesetzt.
- Bei seiner Aushärtetemperatur sei der Faser/Matrix-Verbund spannungsfrei, Schrumpfspannungen durch Volumenschwund werden nicht berücksichtigt.
- Der Faser/Matrix-Verbund besteht ausschließlich aus Fasern und Matrix. Zusatzstoffe wie Schlichte und Haftvermittler, Lufteinschlüsse und sonstige Fremdkörper werden nicht berücksichtigt.

Unter Voraussetzung der Kompatibilität und mit Hilfe des Kräftegleichgewichtes lassen sich die Ausdehnungskoeffizienten in Richtung der Orthotropieachsen wie folgt bestimmen [Schneider 71]:

$$\alpha_{iv}(T) = \alpha_f + \frac{\alpha_m(T) - \alpha_f}{\frac{V_f}{1 - V_f} \cdot \frac{E_f}{E_m(T)} + 1}\tag{2.31}$$

$$\alpha_{2v} = \alpha_m(T) - (\alpha_m(T) - \alpha_f) \cdot \left( \frac{2(1+v_m(T))(v_m^2(T)-1) \cdot C}{\frac{(1,1V_f+1)}{(1,1V_f-1)} - v_m(T) + 2v_m^2(T) \cdot C} - \frac{\left( \frac{v_m(T)E_f}{E_m(T)} \right)}{\frac{1}{C} + E_f E_m(T)} \right) \quad (2.32)$$

mit:

$$C = \frac{1,1V_f}{1-1,1V_f}$$

Für den Ausdehnungskoeffizienten in transversaler Richtung lässt sich auch eine lineare Mischungsregel angeben, mit einem Fehler zwischen 5 und 10 % [Hartwig 88]:

$$\alpha_{2v} = V_f \cdot \alpha_f + (1 - V_f) \cdot \alpha_m(T) \quad (2.33)$$

Wie oben erwähnt, wird die Matrix im Verbund bei einer Temperaturänderung auf Zug beansprucht. Diese Vordehnung der Matrix reduziert ihre mechanische Belastbarkeit. Bei sehr kleiner thermischer Längenänderung der Faser resultiert auf Grund der Kompatibilitätsbedingung [Hartwig 88]:

$$\varepsilon_{1m}^{th} = \int_T^{T+\Delta T} (\alpha_{1v} - \alpha_m) \cdot dT \approx \left( \frac{\Delta L}{L_0} \right)_v - \left( \frac{\Delta L}{L_0} \right)_m \quad (2.34)$$

Die thermische Vordehnung der Matrix in Faserlängsrichtung entspricht also der Differenz der integralen thermischen Ausdehnungen des Verbundes und der Matrix.

Auf Grund des kleineren Ausdehnungskoeffizienten der Faser gegenüber der Matrix, schrumpft diese auf die Faser auf. Die dabei induzierten radialen Dehnungen sind als vernachlässigbar klein zu betrachten, wobei die azimuthale Dehnung der Matrix folgendermaßen abzuschätzen ist:

$$\varepsilon_{2m}^{th} = \varepsilon_{\theta m}^{th} \approx \left( \frac{\Delta L}{L_0} \right)_f - \left( \frac{\Delta L}{L_0} \right)_m \quad (2.35)$$

Die verbleibende Restdehnung der Matrix für die mechanische Belastung ergibt sich aus der Differenz der Matrix-Bruchdehnung und der thermischen Vordehnung:

$$\varepsilon_{1,Rest} = \varepsilon_{m,B}(T) - \varepsilon_{1m}^{th}(T) \quad (2.36)$$

$$\varepsilon_{2,Rest} = \varepsilon_{m,B}(T) - \varepsilon_{2m}^{th}(T) \quad (2.37)$$

### 2.2.2 Kreuzverbunde

Eine unidirektionale Schicht eines Faserverbundes hat wie beschrieben ein anisotropes thermisches Ausdehnungsverhalten. Fügt man nun UD-Schichten übereinander, so rufen diese bei einer Temperaturänderung gegenseitig zusätzliche thermische Spannungen hervor. Es wird angenommen, dass die Spannungen zwischen den Schichten innerhalb einer infinitesimalen Zwischenschicht übertragen werden. Die in dieser Schicht übertragenen Scherspannungen sind zu vernachlässigen.

Da die Orthotropieachsen der einzelnen UD-Schichten mit den Orthotropieachsen des Kreuzverbundes zusammenfallen, ergibt sich aus Symmetriegründen keine Schubverformung auf Grund der Wärmedehnung. Somit treten auch keine Scherspannungen in der Einzelschicht auf, sondern nur noch Normalspannungen parallel und senkrecht zur Faserrichtung. Mit Hilfe des Kräftegleichgewichts und unter Voraussetzung der Kompatibilität gilt [Hartwig 88]:

$$\sigma_2^{\text{th}} = -\sigma_1^{\text{th}} = \int_T^{T+\Delta T} \frac{\alpha_{2v}(T) - \alpha_{1v}(T)}{2 \cdot \nu_{12} + 1} \cdot E_2(T) dT \quad (2.38)$$

In Faserlängsrichtung entsteht eine thermisch induzierte Zugspannung und quer dazu eine Druckspannung. Auf Grund der hohen Steifigkeit der Faser, ist die Dehnung in Faserlängsrichtung vernachlässigbar und quer dazu erhält man durch Integration der Gleichung (2.38):

$$\varepsilon_2^{\text{th}} = \frac{\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_2 - \left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_1}{2\nu_{12} + 1} \quad (2.39)$$

Die Kennwerte  $E$ ,  $\nu$ ,  $\alpha$  und  $\Delta L/L_0$  beziehen sich jeweils auf eine UD-Einzelschicht.

## 2.3 Mechanische Eigenschaften von Gläsern bei RT und 77 K

Glas ist auf Grund seiner Festigkeit und chemischen Beständigkeit eines der ältesten und am weitesten verbreiteten Gebrauchsgüter; es wird bereits seit 7000 vor Christus hergestellt. Mit dem Problem der Zerbrechlichkeit, zum Beispiel einer Fensterscheibe, sind die meisten von uns seit ihrer Kindheit vertraut. Man hat meist den Eindruck, dass der Bruch plötzlich eintritt. Tatsächlich ist durch Hochgeschwindigkeitsaufnahmen zu belegen, dass sich Brüche mit etwa der Hälfte der Schallgeschwindigkeit ausbreiten können.

Auf der anderen Seite ist auch ein allmähliches Wachstum bereits existierender Risse zu beobachten, zum Beispiel das Vergrößern eines Risses in einer Windschutzscheibe. Insgesamt umfasst die Skala der Bruchgeschwindigkeit von Glas zwölf Größenordnungen (Zehnerpotenzen).



### 2.3.1 Festigkeit

#### Theoretische Festigkeit

Erste Arbeiten zum Entstehen und Wachsen von Brüchen in Glas wurden von Griffith in den zwanziger Jahren durchgeführt. Er ging davon aus, dass Atome an der Oberfläche eines Festkörpers nicht dasselbe dichte Bindungsgeflecht zu ihren Nachbarn haben wie die im Inneren. Da sie auf einer Seite nicht von anderen Gitteratomen umgeben sind und entsprechend weniger Bindungen eingehen, ist ihre Energie höher, als die von Atomen im Inneren. Eine Vergrößerung der Oberfläche erfordert daher die Zufuhr von Energie.

Ein Sprung kann nur wachsen, wenn die zugeführte mechanische Energie (Spannung) größer ist, als die Energie der vom Riss geschaffenen neuen Oberfläche. Gleichung (2.40) zeigt diesen Zusammenhang [Scholze 88]:

$$\sigma = \sqrt{\frac{4 \cdot E \cdot \gamma}{\pi \cdot l}} \quad (2.40)$$

mit den mittleren Werten:

$$E = 70 \text{ GPa}$$

$$\gamma = 0,3 \text{ N/m}$$

$$l = a = 1,6 \cdot 10^{-10} \text{ m (= atomarer Abstand)}$$

errechnet sich für Silicatgläser eine Theoretische Festigkeit von

$$\sigma \approx 1,3 \cdot 10^{10} \text{ Pa} = 13000 \text{ MPa.}$$

#### Praktische Festigkeit

Die wirklich gemessenen Festigkeiten liegen meist um mehrere Größenordnungen unter der theoretischen Festigkeit. Man findet im Allgemeinen Angaben für Zug- und Biegefestigkeiten im Bereich

$$\sigma_B \approx 50 \text{ bis } 200 \text{ MPa}$$

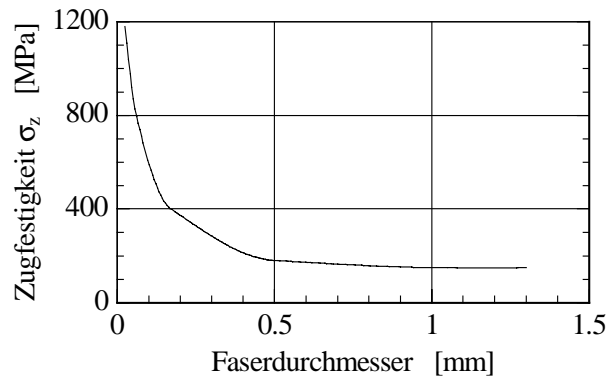
die bei einem E-Modul von ca. 70 GPa einer Bruchdehnung von

$$\epsilon_B \approx 0,07 \text{ bis } 0,3 \%$$

entsprechen.

### 2.3.2 Glasfasern

Unter zahlreichen Messungen, zum Beispiel [Anderegg 39], fanden besonders die Festigkeiten von Glasfasern Interesse. Schon [Griffith 20] hat beobachtet, dass bei Abnahme des Durchmessers von Glasfäden von 1 mm auf 3  $\mu\text{m}$  eine Zunahme der Festigkeit von 170 auf 3400 MPa erfolgt. Die in **Abbildung 2.7** von [Rexer 39] gefundene Abhängigkeit ist typisch.



**Abbildung 2.7:** Zugfestigkeit von Glasfasern in Abhängigkeit vom Durchmesser

Im Jahre 1858 wurde von Karmarsch folgende Abhängigkeit der Festigkeit vom Durchmesser aufgestellt, aus [Griffith 20] mit Größen und Einheiten aus dem Originaltext:

$$F = A + \frac{B}{d} \quad (2.41)$$

mit:

$$F \quad \text{Festigkeit in } \left[ \frac{\text{lbs.}}{\text{sq. inch}} \right]$$

A, B Konstanten

d Faser-Durchmesser in inch

Für Griffiths Experimente ergeben sich  $A = 22400$  und  $B = 98600$ .

Griffith hat für die Abhängigkeit vom Faserdurchmesser eine eigene Gleichung aufgestellt [Griffith 20]:

$$F = 22400 \cdot \frac{4,4 + d}{0,06 + d} \quad (2.42)$$

mit:

$$F \quad \text{Festigkeit in } \left[ \frac{\text{lbs.}}{\text{sq. inch}} \right]$$

d Faser-Durchmesser in inch

Griffith stellte fest, dass die angewandte Belastung um so größer sein muss, je kleiner der anfängliche Bruch in einem Stück Glas ist, um ihn zu verstärken. Dies erklärt, warum Glasfasern eine hundert- bis tausendmal höhere Bruchspannung haben als Fensterglas.

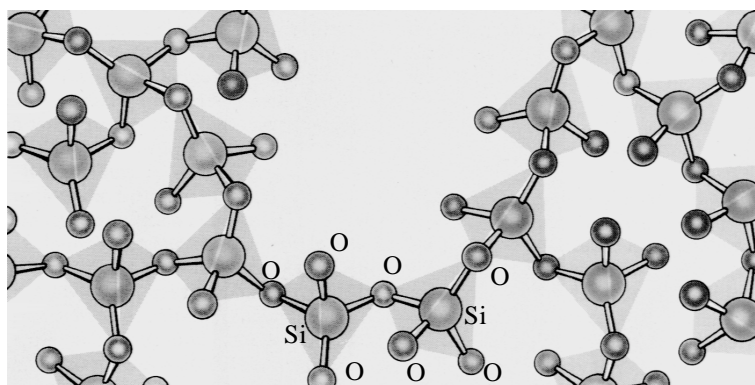
Heutzutage hergestellte Glasfasern erreichen bei einem Faserdurchmesser von ca. 14  $\mu\text{m}$  eine typische Bruchspannung von 2400 MPa bei einer Bruchdehnung von 3 %.

### 2.3.3 Spannungsrissskorrosion

#### Einfluss bei Raumtemperatur

Die Festigkeit von Glas ist nicht nur, wie im vorhergehenden Abschnitt beschrieben, von der Geometrie abhängig, sondern auch vom umgebenden Medium und der Temperatur. Der Einfluss der Korrosion auf Glas wurde bereits vielfach untersucht, z. B. [Bunker und Michalske 86] und [Hövel 91]. Die physikalischen und chemischen Wechselwirkungen, die das Auftrennen von Bindungen einzelner Atome an der Spitze eines Risses in Glas kontrollieren, wurden von [Michalske und Bunker 88] beschrieben.

Die Atome im Glas sind wie in **Abbildung 2.8** gezeigt angeordnet. Der Grundbaustein ist ein dichtgepackter Tetraeder aus vier Sauerstoffatomen, in deren Mitte ein Siliciumatom sitzt. Dabei ist jedes Sauerstoffatom an zwei benachbarte Siliciumatome gebunden und so gemeinsamer Eckpunkt zweier aneinandergrenzender Tetraeder. Diese sind mit bis zu vier Nachbarn zu einem raumfüllenden Gitter verknüpft. Breitet sich nun ein Riss aus, werden einzelne Silicium-Sauerstoff-Bindungen gelöst und Tetraeder auseinandergerissen, so dass an der Risspitze ein einzelner Ring auf einer Seite aufgebrochen ist und die nächste Silicium-Sauerstoff-Bindung kurz vor der Auflösung steht.

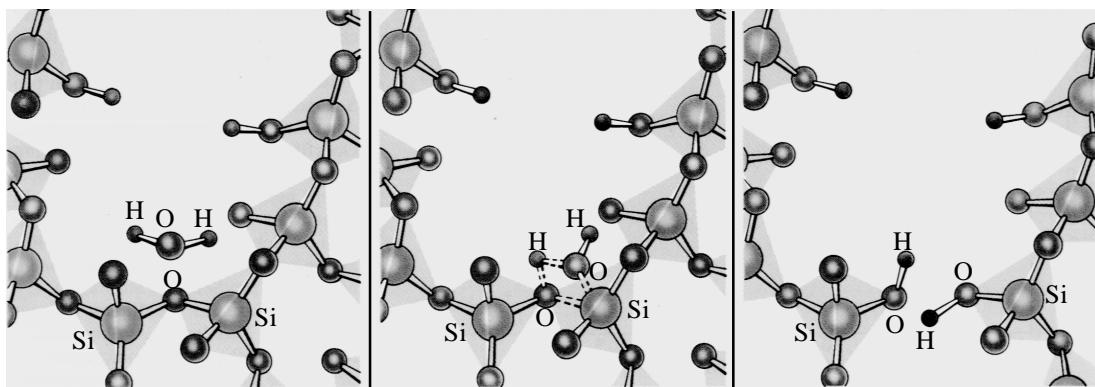


**Abbildung 2.8:** Atomarer Aufbau von Glas aus Sauerstoff und Silicium; aus [Michalske und Bunker 88]

In Gegenwart von Wasser sinkt die Energie, die zum Aufbrechen einer Silicium-Sauerstoff-Bindung benötigt wird, drastisch, nahezu um den Faktor 20. Die

Wechselwirkung lässt sich in drei Schritten veranschaulichen, siehe **Abbildung 2.9**. Zunächst diffundieren Wassermoleküle in die Rissöffnung, von denen eines an der Rissspitze adsorbiert wird. Ein freies Elektronenpaar seines Sauerstoffatoms baut nun mit einem unbesetzten Elektronenorbital eines Siliciumatoms eine Bindung auf, während gleichzeitig ein Sauerstoffatom der Silicium-Sauerstoff-Kette ein Wasserstoffatom des Wassermoleküls zu sich heranzieht.

Im nächsten Schritt werden die neu eingegangenen Bindungen auf Kosten der ursprünglichen Silicium-Sauerstoff-Bindung verstärkt. Schließlich wechselt das Wasserstoffatom vollends zu dem Sauerstoffatom der Kette über, die dadurch zwischen dem Sauerstoffatom und dem Siliciumatom unterbrochen wird. An der frischen Oberfläche werden so zwei Silanolgruppen aus je einer Hydroxylgruppe und einem Siliciumatom gebildet, während der Sprung im Glas um einen Schritt zum nächsten Atom vorrückt. Den ganzen Vorgang bezeichnet man dissoziative Chemisorption.



**Abbildung 2.9:** Aufbrechen einer Silicium-Sauerstoff-Verbindung durch ein Wassermolekül, die dissoziative Chemisorption; aus [Michalske und Bunker 88]

Die chemische Reaktion zwischen Glas und Wasser senkt die für das Risswachstum nötige Energie. Nicht unter Spannung stehendes Glas reagiert nur sehr langsam mit Wasser. Durch den beschriebenen chemischen Effekt wird die Oberfläche nur mit einer Geschwindigkeit von  $10^{-14}$  Millimeter pro Sekunde aufgelöst. In Gegenwart einer Spannung dagegen, können sich Sprünge auf Grund der Reaktion mit Wasser mit mehr als einem Millimeter pro Sekunde ausbreiten.

### Einfluss bei Tieftemperatur

Im Hochvakuum halten fehlerfreie Glasstäbe Zugspannungen von mehr als 10000 MPa aus, das heißt zehnmal mehr als die meisten handelsüblichen Metall-Legierungen. Ein Prüfen im Hochvakuum ist mit der Untersuchung bei 77 K vergleichbar. Bei tiefen Temperaturen, unter dem Gefrierpunkt von Wasser; sind die Prozesse der dissoziativen Chemisorption praktisch gestoppt. Zwar sublimiert Eis zu Wasserdampf, jedoch geschieht dies äußerst langsam, so dass die Diffusion von Wassermolekülen zur Rissspitze langsamer als das Fortschreiten des Risses ist.

Die bei 77 K erzielten Bruchspannungen und -dehnungen von unidirektionalen Glasfaserverbundwerkstoffen liegen etwa um 50 % höher als die bei Raumtemperatur.

Durch geeignete Oberflächenbeschichtungen und entsprechende Herstellungsverfahren, zum Beispiel im Vakuum oder unter Schutzgas, können Glasfasern auch bei Raumtemperatur Festigkeiten erreichen, die denen bei Tieftemperatur entsprechen. Jedoch ist dies sehr kostenaufwendig, weil Wasser stets in der Atmosphäre vorkommt.

Eine praktische Anwendung der dissoziativen Chemisorption betrieben die Glaser lange bevor diese Prozesse auf atomarer Ebene entdeckt wurden. Sie bringen Wasser, gewöhnlich in Form von Speichel, auf ihre leicht angeritzte Glasplatte und erhalten so eine glattere Rissfläche.

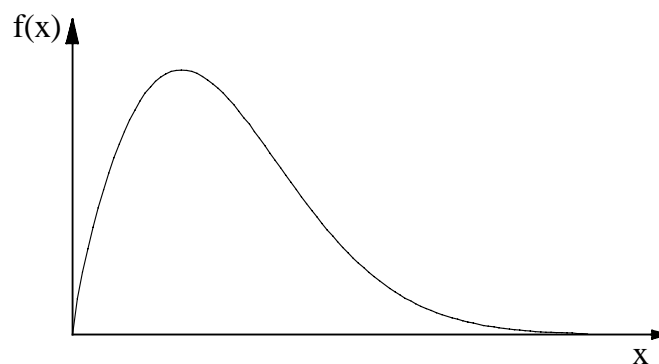
## 2.4 Statistische Auswertung

### 2.4.1 Quasistatische Zugversuche

Zur statistischen Auswertung der Messergebnisse aus den quasistatischen Versuchen wird eine zweiparametrische Weibull-Verteilung mit folgender Verteilungsdichtefunktion herangezogen:

$$f(x, \alpha, \beta) = \left(\frac{\beta}{\alpha}\right) \cdot \left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta-1} \cdot \exp\left[-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta}\right] \quad (2.43)$$

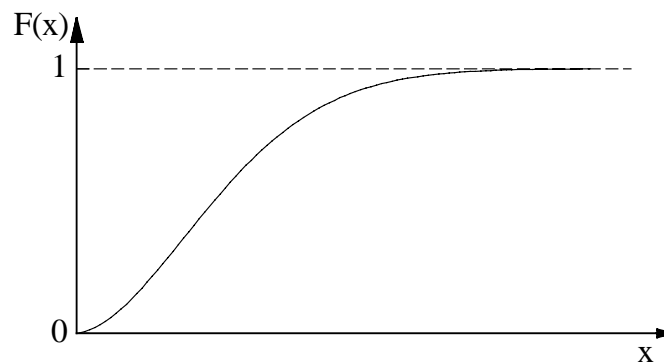
$f(x, \alpha, \beta)dx$  (**Abbildung 2.10**) bezeichnet die Wahrscheinlichkeit, dass ein Wert im Bereich  $x, x+dx$  liegt.  $\alpha$  und  $\beta$  sind die charakteristischen Lage- und Formparameter der Verteilung.



**Abbildung 2.10:** Weibull-Verteilungsdichtefunktion  $f(x, \alpha, \beta)$

Durch die Integration von  $f(x, \alpha, \beta)$  erhält man die entsprechende Verteilungsfunktion  $F(x, \alpha, \beta)$ , siehe **Abbildung 2.11**.

$$F(x, \alpha, \beta) = \int_{-\infty}^x f(\bar{x}, \alpha, \beta) d\bar{x} = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^\beta\right] \quad (2.44)$$



**Abbildung 2.11:** Weibull-Verteilungsfunktion  $F(x, \alpha, \beta)$

$F(x_0, \alpha, \beta)$  aus **Abbildung 2.11** ist gleich dem relativen Anteil der Messwerte kleiner als  $x_0$ . Die Parameter  $\alpha$  und  $\beta$  der Weibullverteilung lassen sich mit Hilfe der Maximum-Likelihood-Methode rechnerisch bestimmen. Sie beruht auf der Überlegung, dass die Wahrscheinlichkeit einen Stichprobenwert  $x_i$  zu messen, durch den Wert der Verteilungsfunktion  $F(x_i, \alpha, \beta)$  mit den Parametern  $\alpha$  und  $\beta$  gegeben ist. Die Wahrscheinlichkeit, eine Stichprobenmenge  $x_1, x_2, \dots, x_n$  zu messen, ist dann durch die Maximum-Likelihood-Funktion  $L(\alpha, \beta)$  gegeben, mit

$$L(\alpha, \beta) = n! \prod_{i=1}^n f(x_i, \alpha, \beta) \quad (2.45)$$

Bei vorgegebenen Stichprobenwerten  $x_1, x_2, \dots, x_n$  sind die Parameter  $\alpha$  und  $\beta$  am wahrscheinlichsten, für die  $L(\alpha, \beta)$  ein Maximum besitzt. Daraus ergibt sich:

$$\frac{\partial L(\alpha, \beta)}{\partial \alpha} = \frac{\partial L(\alpha, \beta)}{\partial \beta} = 0 \quad (2.46)$$

bzw., da  $F(x) > 0$  und  $L \neq 0$

$$\frac{\partial \ln L(\alpha, \beta)}{\partial \alpha} = \frac{\partial \ln L(\alpha, \beta)}{\partial \beta} = 0 \quad (2.47)$$

$\alpha$  und  $\beta$  werden durch die Lösung von Gleichung (2.47) gefunden. Nach Einsetzen von  $f(x, \alpha, \beta)$  und einigen Umformungen erhält man:

$$\alpha(x, \beta) = \left[ \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i^\beta \right]^{\frac{1}{\beta}} \quad (2.48)$$

$$\sum_{i=1}^n \left[ \frac{1}{\beta} - \ln \alpha(x, \beta) + \ln x_i - \left( \frac{x_i}{\alpha(x, \beta)} \right)^\beta \cdot \ln \left( \frac{x_i}{\alpha(x, \beta)} \right) \right] = 0 \quad (2.49)$$

Der Mittelwert  $\mu_x$  und die Standardabweichung  $\sigma_x$  der zweiparametrischen Weibull-Verteilung hängen mit den Parametern  $\alpha$  und  $\beta$  folgendermaßen zusammen:

$$\mu_x(\alpha, \beta) = \alpha \cdot \Gamma\left(\frac{1}{\beta} + 1\right) \quad (2.50)$$

$$\sigma_x(\alpha, \beta) = \alpha \cdot \left[ \Gamma\left(\frac{2}{\beta} + 1\right) - \left( \Gamma\left(\frac{1}{\beta} + 1\right) \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.51)$$

mit der tabellierten Gammafunktion  $\Gamma$ .

Im Anhang sind die Mittelwerte  $\mu_x$ , die Standardabweichungen  $\sigma_x$  und die dazugehörigen Parameter  $\alpha$  und  $\beta$  aufgeführt.

## 2.4.2 Wöhlerkurven

Die statistische Auswertung von Messergebnissen aus zugschwellenden Versuchen erfolgt mit Hilfe von Wöhlerkurven. Hierbei trägt man die Oberspannung  $\sigma_o$  oder –dehnung  $\epsilon_o$  über den Logarithmus der Lastwechselzahl  $N_B$  bis zum Bruch auf. Die Messpunkte werden mit folgender Ausgleichskurve gemittelt [Gecks und Och 77]:

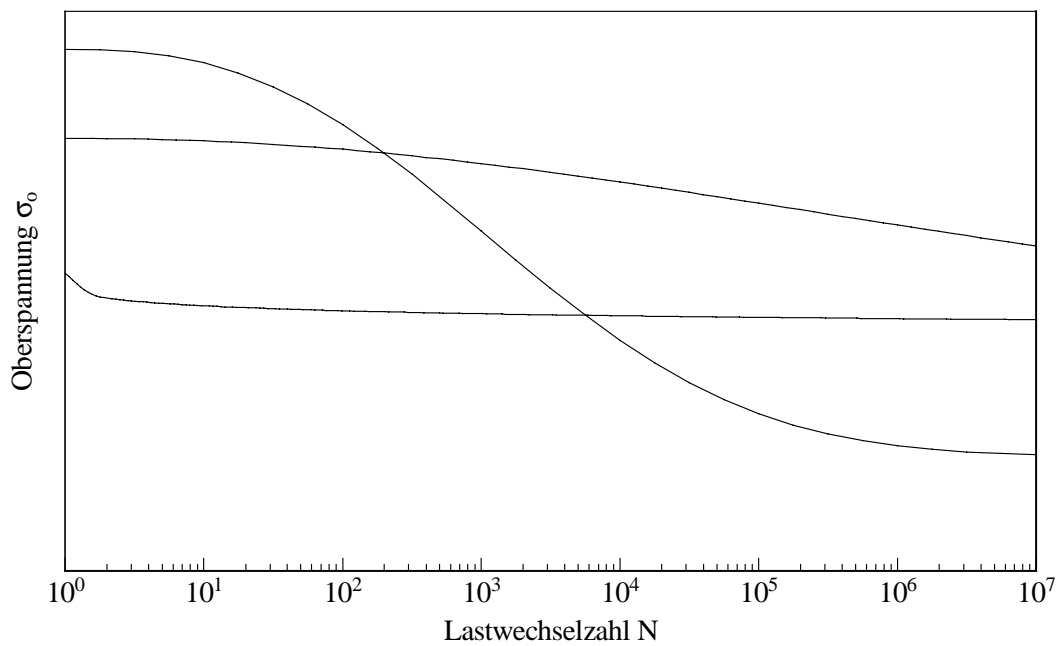
$$\sigma_o(N_B) = \sigma_D + \frac{\sigma_B - \sigma_D}{\exp\left[\left(\log \frac{N_B}{g}\right)^h\right]} \quad (2.52)$$

mit:

- $\sigma_o$    Oberspannung
- $N_B$    Zahl der Lastwechsel bis zum Probenversagen
- $\sigma_D$    Dauerfestigkeit (Grenzwert für  $N \rightarrow \infty$ )
- $\sigma_B$    quasistatische Bruchspannung
- g, h   Formfaktoren

Mit dieser Funktion können auch Wöhlerkurven mit horizontalen Asymptoten im Low- bzw. High-Cycle-Bereich oder stetige, konkave Kurven dargestellt werden. Je flacher diese Kurven sind, umso besser ist der untersuchte Werkstoff bezüglich seiner Schwingfestigkeit.

In **Abbildung 2.12** sind typische Wöhlerkurven-Verläufe gezeigt.



**Abbildung 2.12:** Typische Wöhlerkurven-Verläufe





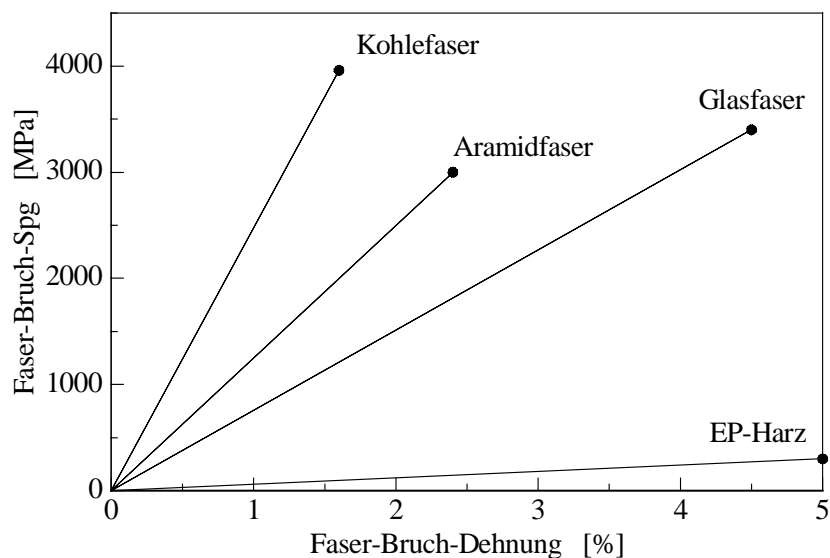
### 3 Untersuchte Faserverbunde & Apparaturen

In diesem Kapitel werden die einzelnen Komponenten der untersuchten Glasfaserverbunde vorgestellt. Es wird auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften der Fasern und der Matrix eingegangen, sowie auf die verschiedenen Orientierungen der Fasern im Verbund. Anschließend werden die Tieftemperatur-Apparaturen vorgestellt.

#### 3.1 Untersuchte Faserverbunde

##### 3.1.1 Verstärkungsfasern

Kernpunkt der vorliegenden Arbeit war die Untersuchung von glasfaserverstärktem Epoxydharz. Für das bessere Verständnis des Versagensverhaltens wurden einzelne Ergebnisse mit Kohlefaser- und Aramidfaser-Verbunden verglichen. Wie hoch die Bruchspannung und -dehnung der einzelnen Fasern bei Raumtemperatur ist, zeigt **Abbildung 3.1**.



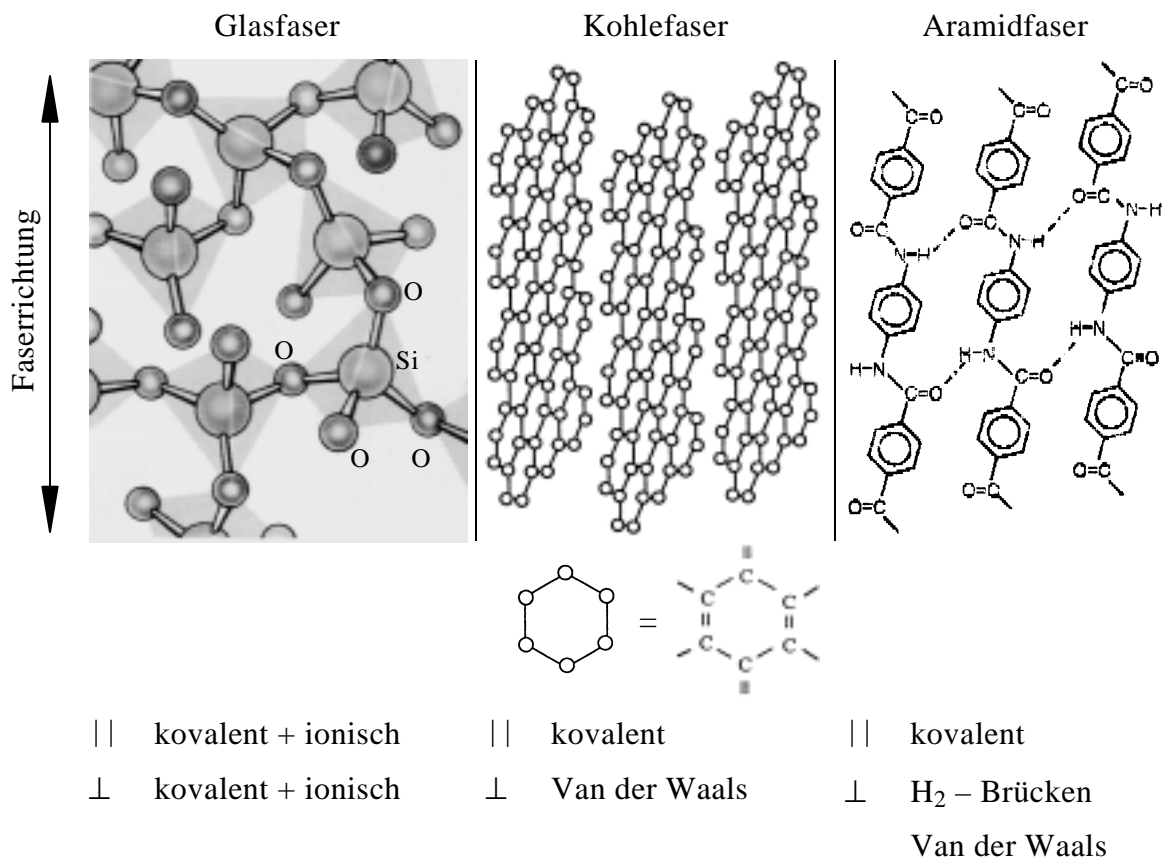
**Abbildung 3.1:** Bruchspannung und -dehnung bei Raumtemperatur einzelner Fasern; aus [Moser 92]

In Tabelle 3.1 sind die Werte der mechanischen und thermischen Eigenschaften bei Raumtemperatur der jeweiligen Verstärkungsfasern laut Hersteller angegeben.

**Tabelle 3.1:** Vergleich mechanischer und thermischer Eigenschaften verschiedener Verstärkungsfasern bei Raumtemperatur

Fasern	$\sigma_B$ [MPa]	$\epsilon_B$ [%]	E [GPa]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\varnothing$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\alpha$ [K <sup>-1</sup> ]
E-Glas	3400	4,5	73	2,6	14	$5 \cdot 10^{-6}$
HTA (Kohle)	3960	1,6	236	1,77	7,2	
Kevlar 49 (Aramid)	3000	2,4	112,4	1,44	12	$-4,9 \cdot 10^{-6}$

Die Glas-, Kohle- und Aramidfasern unterscheiden sich sehr stark in der Struktur, siehe **Abbildung 3.2**. Glasfasern setzen sich im Wesentlichen aus Silicium und Sauerstoffatomen zu einer regellosen Struktur zusammen, so dass ihre mechanischen und thermischen Eigenschaften isotrop sind. Kohle- und Aramidfasern sind im Aufbau kristallin und stark orientiert, in Faserrichtung hochfest und mit einem negativen Ausdehnungskoeffizienten und quer zur Faser kaum Last tragend und mit einem großem positiven Ausdehnungskoeffizienten.



**Abbildung 3.2:** Aufbau-Struktur von Glas-, Kohle- und Aramidfasern

### 3.1.2 Polymermatrix

Die Matrix der untersuchten Verbunde besteht aus Epoxydharz, einem duroplastischen Kunststoff der Firma Ciba Geigy (LY556 HY917). Er setzt sich aus zwei Komponenten, dem Harz (LY556) auf der Basis von Bisphenol A/Epichlorhydrin und dem aromatischen Diaminhärter (HY917) zusammen. Die Makromoleküle sind durch kovalente Bindungen miteinander vernetzt, wodurch dieser Kunststoff eine relativ niedrige Bruchdehnung besitzt. Die Materialkennwerte bei Raumtemperatur und 77 K sind in **Tabelle 3.2** angegeben.

**Tabelle 3.2:** Materialkennwerte des Epoxydharzes LY556 HY917 bei RT und 77 K

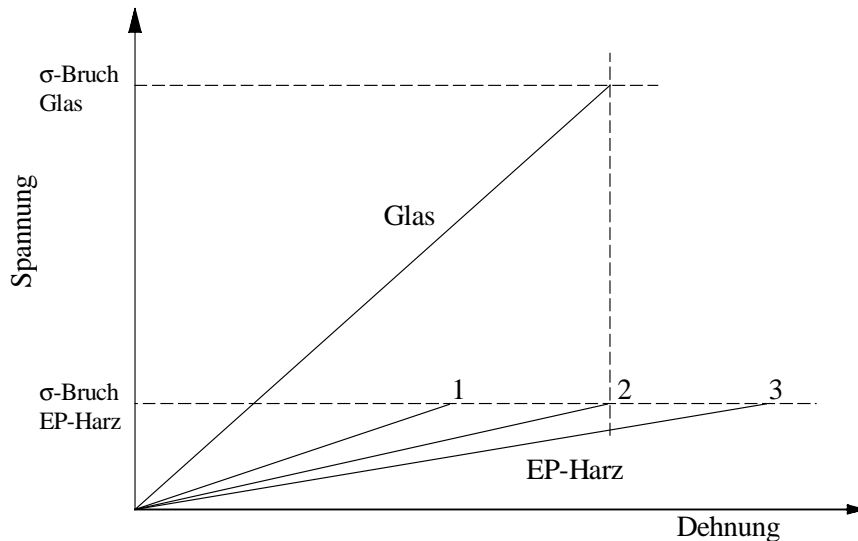
	$\sigma_B$ [MPa]	$\epsilon_B$ [%]	E [GPa]	$\alpha$ [K <sup>-1</sup> ]	$T_G$ [K]
RT	86	11	2,8	65	436
77 K	140	1,96	7,25		

Die Ursache für die erhöhte Bruchspannung bei sehr tiefen Temperaturen ist die thermische Kontraktion. Die Moleküle sind näher beisammen und dadurch stärker gebunden. Gleichzeitig wird die Bruchdehnung auf Grund des starren, glasartigen Verhaltens geringer [Hartwig 94].

### 3.1.3 Faser-Matrix Verbund

Es ist bekannt, dass in einem Faserverbund die Verstärkungsfasern den überwiegenden Teil der Last tragen, das heißt es muss im Verbund gewährleistet sein, dass die Fasern bis zu ihrer Bruchdehnung gestreckt werden können. Besitzt die Matrix eine geringere Bruchdehnung als die Faser, wie bei Punkt eins in **Abbildung 3.3**, so führt das Brechen der Matrix bei Erreichen ihrer Bruchdehnung zu Faserriss, was zu einem vorzeitigen Schaden im Verbund resultiert.

Daher sollte bei der Auswahl der einzelnen Komponenten für einen Faserverbund stets darauf geachtet werden, dass die Matrix-Bruchdehnung größer ist als die der Faser, wie in Punkt drei in **Abbildung 3.3**. Dies gilt insbesondere bei tiefen Temperaturen, wenn Kunststoffe verspröden und ihre Bruchdehnung drastisch abnimmt.



**Abbildung 3.3:** Kombinationsmöglichkeit von Faser und Matrix

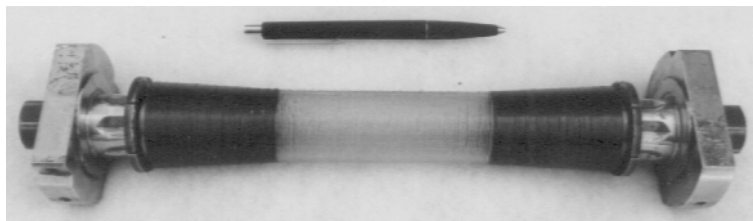
Die in diese Arbeit untersuchten Verbunde wurden alle im sogenannten Nasswickelverfahren hergestellt. Hierbei werden die Glasfäden mit dem noch nicht ausgehärteten Epoxydharz getränkt und je nach Probenform, auf eine Platte für Flachproben oder einen Dorn für Rohrproben, aufgewickelt. Anschließend härtet der Verbund auf der gepressten Platte oder dem rotierenden Dorn im Wärmeschrank aus.

Für die vorliegende Arbeit wurden Verbunde mit drei verschiedenen Faserorientierungen gewickelt:

- unidirektional (UD) zur Zug- bzw. Scherrichtung,
- im Winkel von  $0/90^\circ$  und
- im Winkel von  $\pm 45^\circ$ .

Alle Kreuzverbunde sowohl für die Zug- als auch für die Torsionsversuche waren mittensymmetrisch und ausgeglichen, das heißt die Dicke der Schicht in  $0^\circ$  ist gleich der Dicke in  $90^\circ$  Richtung bzw.  $--+45^\circ$  und  $-45^\circ$ .

Nach dem Aushärten der Rohrproben wurden konische Aufdoppler aus Kohlefaser/Epoxydharz mit einem Wickelwinkel von etwa  $85^\circ$  gewickelt, siehe **Abbildung 3.4**. Sie dienen der Momenteinleitung im Torsionsversuch.



**Abbildung 3.4:** Am Probenende kohlefaserverstärktes Torsionsrohr aus umfangsgewickeltem GF/EP und Spannbacken

### Fertigung mit Abreißgewebe

Die Fertigung der Flachproben erfolgt mit Hilfe eines Abreißgewebes. Dieses wird zwischen die Platte und die darauf nass aufgewickelten Glasfasern gelegt. Die Herstellung mit Abreißgewebe hat den Vorteil, dass das überschüssige Harz aufgesaugt wird. Ferner hilft die dabei entstehende Oberflächenrauigkeit später bei der Beklebung der Proben mit dem Schmirgelgewebe, siehe hierzu auch Kapitel 4.

Da die unidirektionalen Flachproben lediglich 0,5 mm dick sind, ist es unerlässlich, die Oberflächenrauigkeit von 40  $\mu\text{m}$  von der gemessenen Dicke abzuziehen. Der Fehler würde über zehn Prozent der gemessenen Bruchspannung bzw. dem E-Modul betragen.

## 3.2 Probenformen

### 3.2.1 Zugproben

Für die Bestimmung der Materialkennwerte unter Zugbelastung wurden ausschließlich Flachproben verwendet.

#### Unidirektional verstärkte Proben

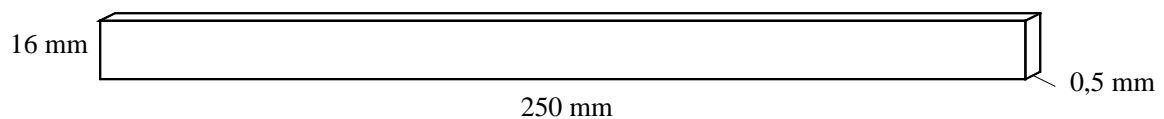


Abbildung 3.5: Geometrie der UD-Flachproben

#### 0/90°-Verbunde und $\pm 45^\circ$ -Verbunde

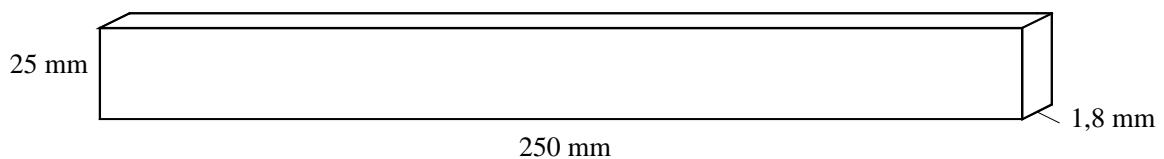
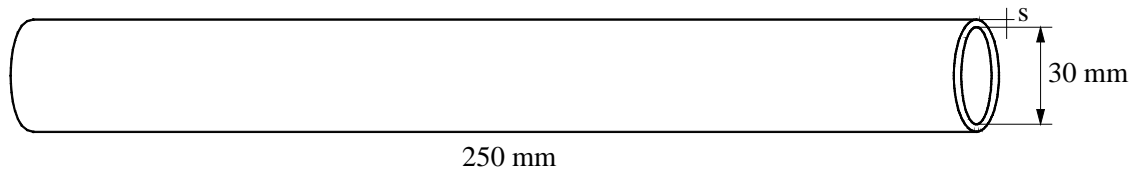


Abbildung 3.6 Geometrie der 0/90 und  $\pm 45^\circ$  Flachproben

### 3.2.2 Torsionsproben

Für die Bestimmung der Materialkennwerte unter Scherbelastung wurden Rohrproben mit einem Innendurchmesser von 30 mm verwendet. Auf Grund der verschiedenen Faserorientierungen differieren die Proben in der Wandstärke s. Sie betragen im Einzelnen:

- UD-Verbunde  $s = 1,5 \text{ mm}$
- 0/90-Verbunde  $s = 3,4 \text{ mm}$
- $\pm 45^\circ$ -Verbunde  $s = 0,95 \text{ mm}$ .



**Abbildung 3.7:** Geometrie der Rohrproben

### 3.3 Das Experiment an der Apparatur

#### 3.3.1 Zugversuche

Die quasistatischen und schwellenden Zugversuche wurden an einer elektro-magnetisch angetriebenen Prüfmaschine durchgeführt, siehe **Abbildung 3.8**. Die Antriebseinheit befindet sich oben und besteht für die quasistatischen Zugversuche aus einer Spindel. Für zugschwellenden Versuche wird ein Magnet, der sich ebenfalls oben befindet, in Eigenresonanz angeregt. Je nach verwendeter Faser und Orientierung ergibt sich eine resonante Prüffrequenz im Bereich von 55 bis 65 Hz.

Die Kraft wird über eine relativ lange Zugstange übertragen. Sie ist in dieser Länge ausgeführt, damit die Verluste an Kältemittel – in Form von verflüssigten Gasen – durch eingebrachte Wärmeenergie minimiert werden. Sie ist über ihre Länge mit drei Stützbändern gegen axiales Ausbrechen gestützt.

Am Boden des Stützrohres ist eine mit tieftemperaturtauglichen Dehnmessstreifen beklebte Kraftmessdose eingebaut. Diese Prüfmaschine ist für eine quasistatische Belastung von bis zu 100 kN und eine schwellende Beanspruchung von bis zu 50 kN ausgelegt. Sowohl die Kraftmessdose als auch der Probenkörper sind mit flüssigem Stickstoff bedeckt. Dies gewährleistet eine ausreichende Kühlung des Faserverbundes während des dynamischen Ermüdungsversuches.

Für die quasistatischen Versuche wurde ein Zwei-Punkt-Ansatzaufnehmer nach dem Biegebalkenprinzip verwendet, der ebenfalls mit flüssigem Stickstoff bedeckt ist. Das Messen der Bruchspannung von Glasfaserverbunden ist mit Dehnmessstreifen auf Grund der enormen Bruchdehnung von mehr als 4 % nicht möglich. Diese wurden lediglich für die Ermittlung der Querkontraktionszahl auf die Probe aufgeklebt.

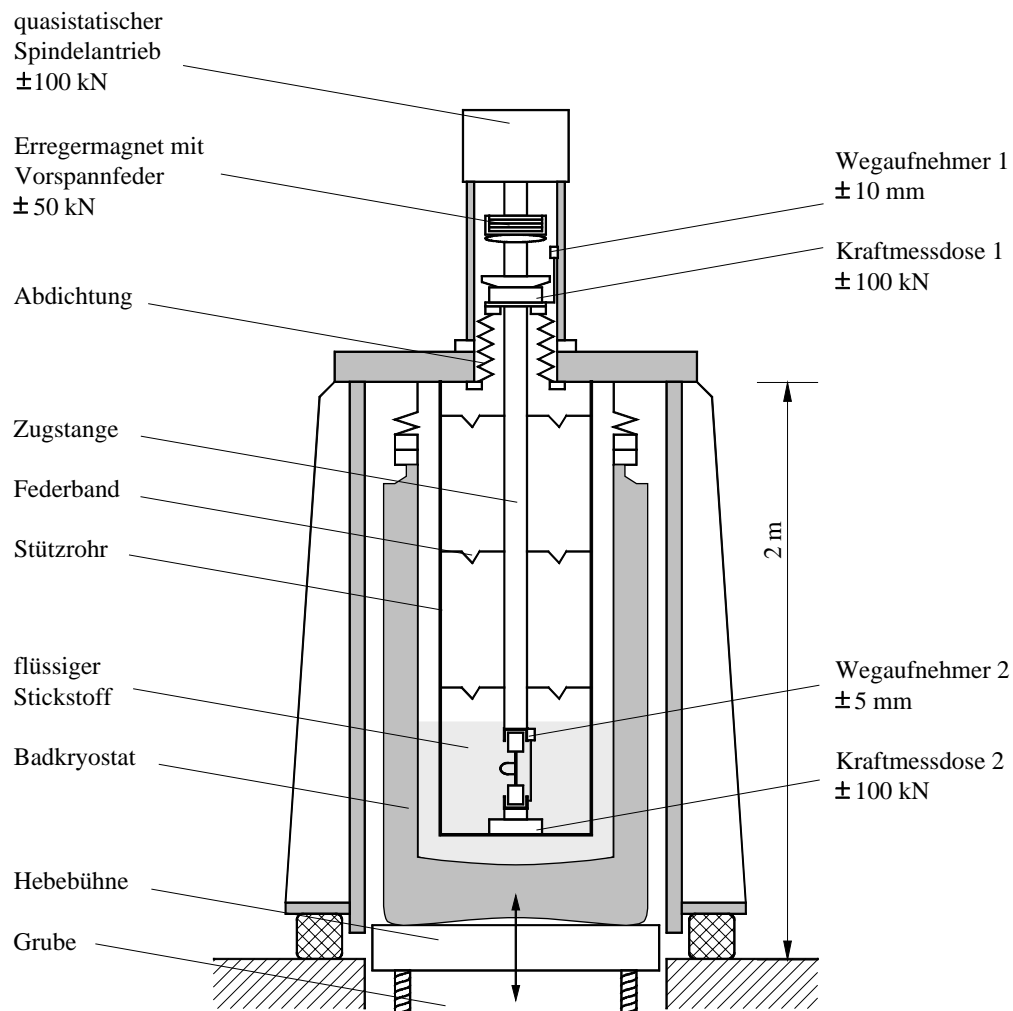
Unter der Antriebseinheit der Prüfmaschine ist eine zweite Kraftmessdose und ein weiterer Wegaufnehmer angebracht. Diese dienen nur zu Kalibrationszwecken, da sie

während des Versuches Reibung bzw. Deformation der Zugstange registrieren und somit keine Materialkennwerte liefert.

Die quasistatischen Zugversuche wurden weggesteuert gefahren, wobei die Abzugsgeschwindigkeit 0,033 mm/s betrug, nach DIN 527 [DIN 527] und. Die Schwingversuche zur Ermittlung der Materialermüdung wurden kraftgesteuert gefahren.

Zum Wechseln der Probe bei Tieftemperatur (77 K) wird der Badkryostat auf der Hebebühne in die Grube gefahren, somit liegt das Stützrohr frei. Um den Wechsel zu beschleunigen wird vor dem Abfahren die neue Probe in einer Spannvorrichtung vorbereitet. Die Kraftmessdose, der Wegaufnehmer und der Dehnungsaufnehmer werden dabei nur unwesentlich erwärmt.

Diese Apparatur ist auch zum Messen im flüssigen Helium bei 4 K geeignet.



**Abbildung 3.8:** Elektro-magnetische Zugprüfmaschine, schematische Darstellung



### 3.3.2 Biaxial-Versuche

Es wurden Versuche unter reiner Torsionsbelastung gefahren und unter Zug-/Druckbeanspruchung gepaart mit Torsion. Die Experimente wurden an einer Servo-Hydraulischen Apparatur der Firma Schenck durchgeführt. Der untere mechanische Aufbau der Apparatur entspricht dem der oben beschriebenen Zugprüfmaschine, die Kräfte und Momente jedoch werden mit einer Zwei-Komponenten-Messplattform aufgenommen.

Die Antriebseinheit besteht aus einem Drehzylinder, einer Ausgleichkupplung und einem Axialzylinder. Damit sind sowohl quasistatische und schwingende uniaxiale und biaxiale Versuche bei tiefen Temperaturen möglich.

Die Drehgeschwindigkeit des Zylinders betrug für die quasistatischen Versuche  $\dot{\alpha} = 0,13^\circ/\text{s}$ .

## 3.4 Apparaturen zur Schadensanalyse

### Mikroskopie

Da glasfaserverstärktes Epoxydharz durchsichtig ist, eignet es sich um mit einem Lichtmikroskop untersucht zu werden. Damit sind größere Schäden gut sichtbar. Für genauere Beobachtungen, zum Beispiel der Analyse der Bruchoberfläche, wurden mit einem Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) Aufnahmen gemacht.

### Ultraschall

Zur quantitativen Erfassung von inneren Schäden, die mit oben beschriebenen Apparaturen nicht zu erfassen sind, wurden Ultraschallaufnahmen, dem sogenannten C-Scan gemacht.

### Mechanische Dämpfung

Eine weitere Möglichkeit innere Schäden wie Matrix-Risse oder Delaminationen zwischen Faser und Matrix zu ermitteln ist das Torsionspendel. Bei einer Bewegung der Probe entsteht an den Oberflächen der Risse Reibung. Mit steigender Zahl der Risse vergrößert sich das Maß der gemessenen mechanischen Dämpfung. In **Abbildung 3.9** ist der Aufbau eines Torsionspendels schematisch dargestellt.

In der Einspannung kann eine komplette Flachprobe, wie sie bei den quasistatischen Zugversuchen verwendet wird, fixiert werden. Der obere Teil ist fest mit der Apparatur verbunden. An dem unteren Teil der Einspannung hängt die Schwungscheibe. Die

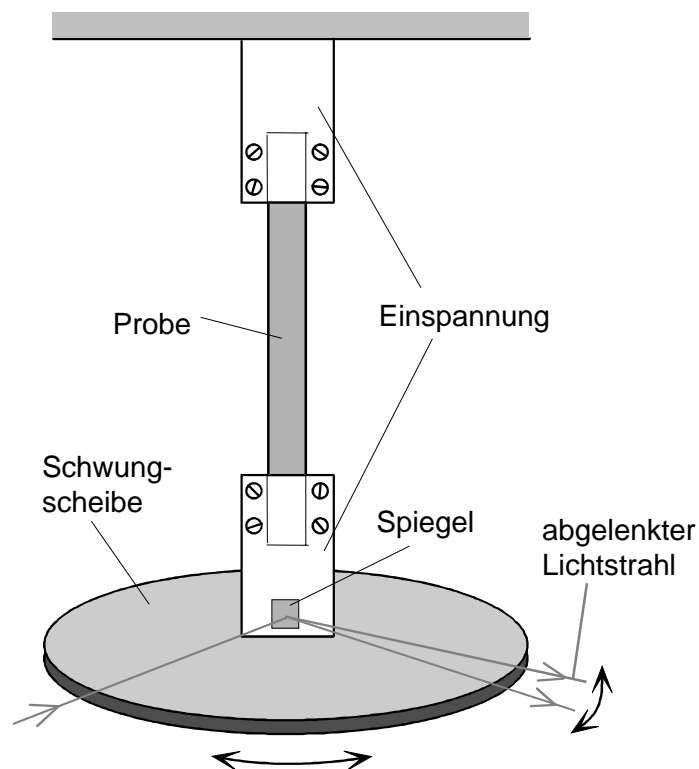
gesamte dargestellte Anordnung kann in einem Kryostaten versenkt werden, um bei Temperaturen zwischen 4 K und 300 K die mechanische Dämpfung zu ermitteln.

Zur Messung wird die Schwungscheibe langsam ausgelenkt und anschließend aus der Arretierung gelöst. Die Probe, die untere Einspannung und die Scheibe schwingen nun frei. Die Eigenfrequenz ergibt sich im Wesentlichen durch die Trägheit der Scheibe und die Steifigkeit der Probe. Nimmt die innere Schädigung zu, so wird die freie Schwingung stärker abgebremst, die mechanisch Dämpfung nimmt zu.

Auf dem unteren Teil der Einspannung ist ein Spiegel befestigt, welcher mitschwingt. Auf ihn ist ein Lichtstrahl gerichtet, der während der Messung abgelenkt wird und mit einer Diodenzeile registriert wird. Die mechanische Dämpfung erhält man aus dem logarithmischen Dekrement. Seien  $x_n$  und  $x_{n+1}$  zwei aufeinander folgende Schwingungsamplituden, so ergibt sich näherungsweise für den mechanischen Verlustfaktor  $\tan \delta$ :

$$\tan \delta \approx \frac{1}{\pi} \cdot \ln \frac{x_n}{x_{n+1}} . \quad (3.1)$$

Mit den Geometrie-Daten der Probe lässt sich der G-Modul errechnen. Die genaue Formel ist der DIN EN ISO 6721-2 zu entnehmen.

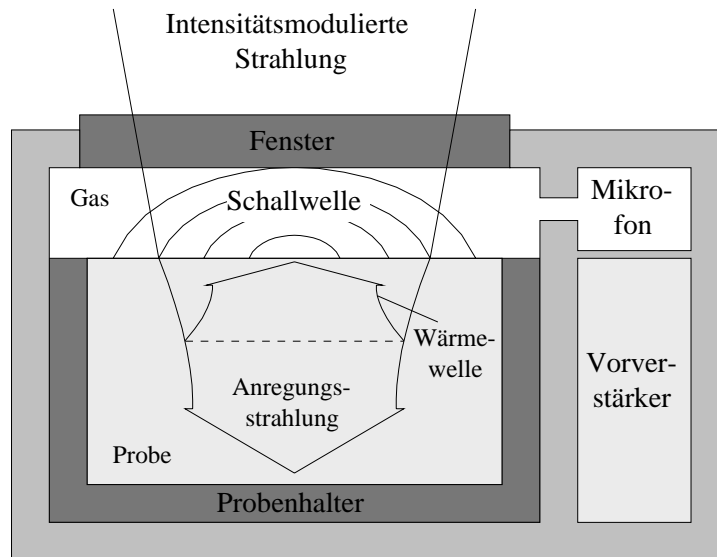


**Abbildung 3.9:** Torsionspendel, schematische Darstellung; aus [Hertling 99]

### Infrarot-Spektroskopie

In **Abbildung 3.10** ist die Apparatur zur Spektren-Messung dargestellt. Die Anregung der Probe erfolgt durch einen in seiner Intensität modulierten Lichtstrahl, der durch ein transparentes Fenster in die Probenzelle eintritt. Absorbiert die zu untersuchende Substanz eingestrahktes Licht einer bestimmten Wellenlänge, so gelangen die Moleküle im Einstrahlungsbereich in einen angeregten Zustand. Die innerhalb der Lebensdauer der angeregten Zustände gespeicherte Energie wird bei anschließender Relaxation der Moleküle wieder abgegeben.

Ausschlaggebend für den fotoakustischen Effekt sind allein die strahlungslosen Desaktivierungsvorgänge. In den Bereichen, in denen die Probe die Strahlung absorbiert hat, erzeugen sie eine periodische Erwärmung, die sich auf Grund der Wärmediffusion innerhalb der Probe nach allen Richtungen ausbreitet. Der Teil der Wärme, der an die Probenoberfläche gelangt, gibt seine thermische Energie an die umgebende Luft ab. Eine sehr dünne Luft-Grenzschicht (ca. 0,2 cm) reagiert entsprechend der Modulationsfrequenz mit periodischem Expandieren und Kontrahieren auf die Erwärmungs- und Abkühlungsvorgänge. Diese dünne Luftschicht erzeugt, wie eine Schallwelle, in der angrenzenden Luftsäule Druckschwankungen, die von einem Mikrofon als Schallwellen aufgenommen werden. Eine derartige Anordnung bezeichnet man als gasgekoppelte Photoakustik-Zelle.



**Abbildung 3.10:** Erzeugung und Detektion eines photoakustischen Signals in einer photoakustischen Zelle

## 4 Einspannmethode

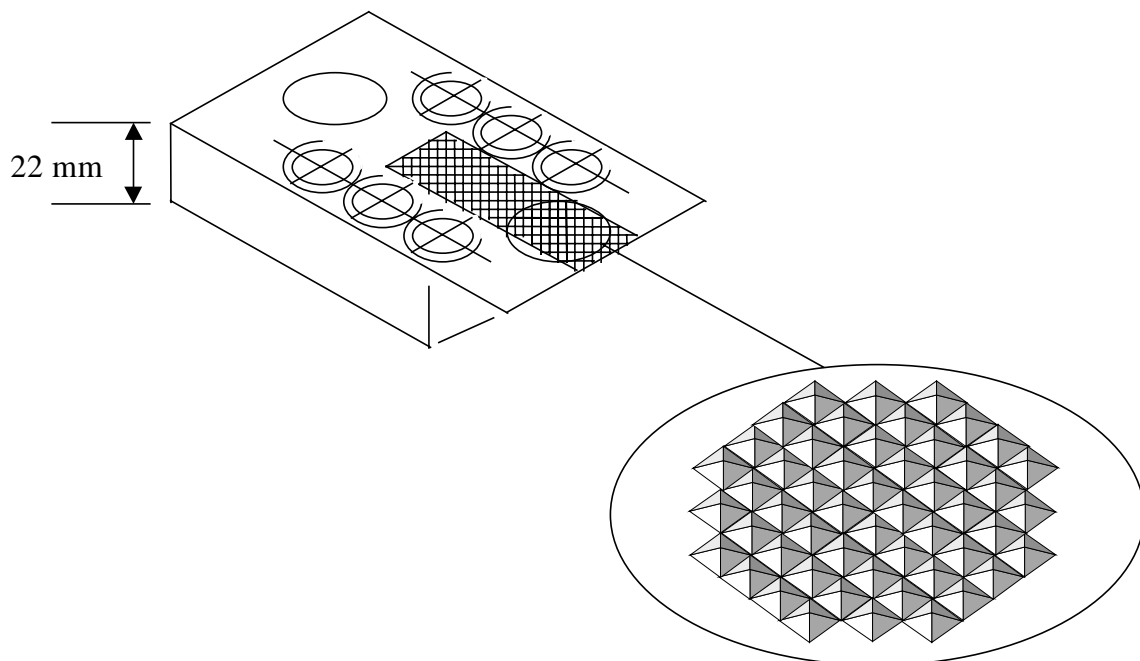
Für die Untersuchung der hochelastischen Glasfaserverbunde kann die herkömmliche Prüfung nach DIN EN ISO 527 [DIN 527] nicht angewendet werden. Dies gilt insbesondere für die Verbunde mit unidirektionaler Faseranordnung, kurz UD-Proben, bei denen die Beanspruchung parallel zur Faser verläuft und für eine Prüftemperatur von 77 K.

Die folgenden Abschnitte beschreiben die Einspannmethode wie sie in der aktuellen internationalen Norm DIN EN ISO 527 vorgeschlagen wird und den Lösungsweg, die bestehenden Probleme zu eliminieren. Alle hier angegebenen Scherspannungen sind aus der Zugkraft bezogen auf die gesamte Aufdoppler-Fläche berechnet.

### 4.1 Herkömmliche Prüfmethode nach DIN EN ISO 527

#### 4.1.1 Spannbacke

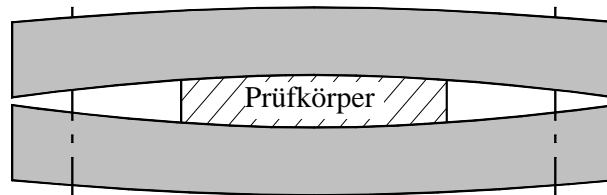
Der Probenkörper wird an beiden Enden in einer zweiteiligen Spannbacke fixiert. In **Abbildung 4.1** ist eine Hälfte der Spannbacke dargestellt, zwischen dieser und dem passenden Gegenstück die Probe eingeklemmt wird. Der Bereich der Probenauflage ist



**Abbildung 4.1:** Hälfte einer herkömmlichen Spannbacke mit geriffelter Oberfläche

mit einer Kreuzrändelung aus einer regelmäßigen Folge von 1 mm tiefen Pyramiden versehen. Diese rufen Kerbspannungen hervor, welche das Bruchverhalten des anisotropen Prüfmaterials beeinflussen und ein vorzeitiges Versagen verursachen, wenn diese Kerbspannungen in der Krafteinleitung nicht vollständig abgebaut werden.

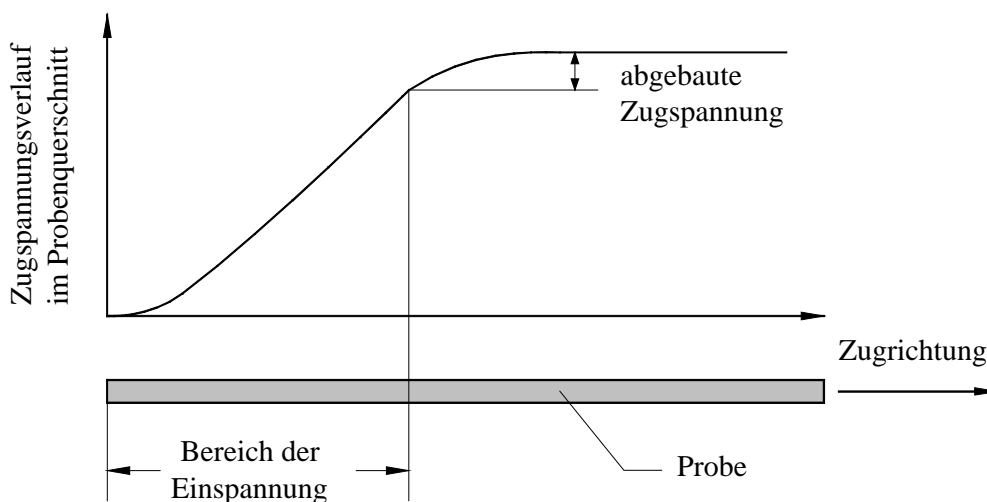
Die Spannbacke ist mit 22 mm dickem Stahl sehr stark ausgeführt, um die nötige Steifigkeit in Zug-Querrichtung zu erzielen. Eine Verformung der Einspannung wie in **Abbildung 4.2** skizziert, hätte eine ungleichmäßige Krafteinleitung zur Folge, so dass der Randbereich des Prüfmaterials stärker auf Druck beansprucht wird.



**Abbildung 4.2:** Schematische Darstellung einer verformten Spannbacke mit zu niedriger Steifigkeit

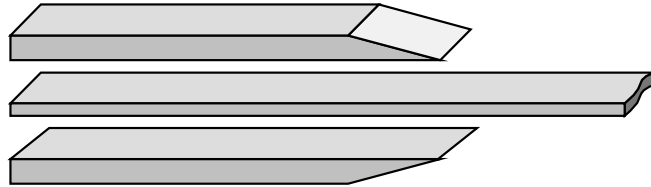
#### 4.1.2 Prüfmethode mit Aufdoppler

Bedingt durch die Probenfixierung wird im Bereich der Spannbacke auf das Prüfmaterial eine Quer-Druckspannung ausgeübt. Hinzu kommt eine Scherspannung, die durch die unterschiedliche axial-Steifigkeit der Spannbacke und der Probe hervorgerufen wird. Wird nun während des Experimentes die Zugspannung überlagert, tritt eine Spannungsüberhöhung beim Eintritt der Probe in die Spannbacke auf, die zum frühzeitigen Bruch führt [Frövel 98]. Dies kann umgangen werden, indem ein Teil der Zugspannung bereits vor dem Eintritt der Probe in die Spannbacke abgebaut wird, im Idealfall wie in **Abbildung 4.3** dargestellt.



**Abbildung 4.3:** Idealverlauf der Zugspannung im Probenquerschnitt

Üblicherweise werden zum Zweck des Spannungsabbaus und zur Minderung der Kerbwirkung der Kreuzrändelung Aufdoppler mit einem zwei Komponenten Kleber auf Epoxydharzbasis an das Probenende geklebt, siehe **Abbildung 4.4**. Davor wird die Probenoberfläche mit Aceton entfettet, mit Schleifpapier in Zug-Querrichtung aufgeraut und anschließend noch einmal mit Aceton gereinigt.



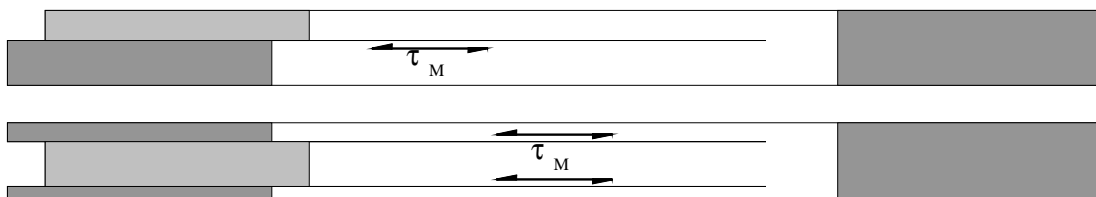
**Abbildung 4.4:** Explosionszeichnung einer halben Probe mit Aufdopplern

Im Bereich der Schäftung des Aufdopplers wird nun ein Teil der Zugspannung im Probenquerschnitt über Scherkräfte im Kleber druckspannungsfrei abgebaut.

### 4.1.3 Experimentelle Unzulänglichkeiten

#### UD-Zugproben mit Epoxydharz Matrix

In **Abbildung 4.5** sind die Erscheinungsformen des „Versagens“ der Proben gezeigt, die mit Aufdopplern versehen sind, bei einer Prüftemperatur von 77 K. Ein Teil des anisotropen Probenmaterials, hellgrau unterlegt, wird regelrecht aus der Aufdopplung herausgezogen. Lediglich in diesen Bereichen löst sich der Klebstoff von der Proben-Oberfläche ab. Wie **Abbildung 4.5** zeigt, tritt dieses partielle Klebschichtversagen sowohl am Rande als auch in der Mitte der Probe auf, das heißt, eventuelle Einspannungs-Randeffekte spielen dabei keine Rolle.



**Abbildung 4.5:** Erscheinungsformen des „Versagens“ bei 77 K von Proben, die mit Aufdopplern beklebt sind

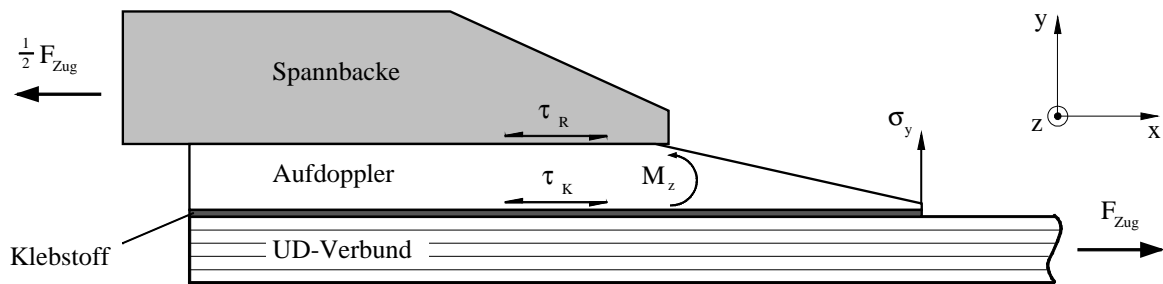
An den Rändern der schmalen, herausgezogenen Streifen entstehen aufgrund der hohen Dehnung sehr große Scherkräfte in der Matrix, in **Abbildung 4.5** durch den Doppelpfeil angedeutet, was schließlich zum Versagen führt. Ein Bruch der Fasern ist nicht zu erkennen.

### UD-Zugproben mit Polyamid 12 Matrix

Diese Probenstreifen werden auf ihrer gesamten Breite aus der Aufdopplung herausgezogen, daher kommt es bei dieser Faser-Matrix-Kombination nicht zu einem Matrix-Scher-Versagen. Daraus ist ersichtlich, dass die Haftung der Klebschicht auf dem Polyamid 12 (PA 12) geringer ist als mit Epoxydharz. Auch hier ist ein Bruch der Fasern nicht zu erkennen.

### Versagensmechanismus der Klebschicht

Um den Versagensmechanismus der Klebschicht zu verstehen, ist eine nähere Betrachtung der Kräfteverhältnisse in der Einspannung und insbesondere in der Klebschicht nötig. In **Abbildung 4.6** sind die von außen angreifenden Kräfte und die daraus resultierenden inneren Spannungen zwischen Probenoberfläche und Klebstoff eingezeichnet.



**Abbildung 4.6:** Angreifende Kräfte am Aufdoppler und in der Klebschicht

Zwischen der Spannbacke und dem Aufdoppler wird die Zugkraft kraftschlüssig durch Reibung übertragen (in **Abbildung 4.6** als Schubspannung  $\tau_R$  eingezeichnet). Zwischen dem UD-Verbund und dem Aufdoppler wird die Zugkraft stoffschlüssig durch den Klebstoff übertragen (in **Abbildung 4.6** als Schubspannung  $\tau_K$  eingezeichnet). Aus den Scherspannungen  $\tau_R$  und  $\tau_K$  resultiert ein Moment  $M_z$  im Aufdoppler. Dieses wiederum bewirkt eine Spannung  $\sigma_y$  an der Spitze des Aufdopplers. An dieser Stelle überlagert sich  $\tau_K$  und  $\sigma_y$ , was zu einer Spannungsüberhöhung führt und schließlich zum schrittweisen Ablösen des Aufdopplers von der Probe zur Folge hat.

Als Abhilfe können mehrere Möglichkeiten in Betracht gezogen werden:

- Optimierung der Spannbacke, insbesondere der Einspann-Oberfläche,
- die Verbesserung der Klebung durch andere Klebstoffe oder eine Vorbehandlung der Probenoberfläche,
- eine andere Form des Aufdopplers oder
- eine andere Methode der Einspannung.

### Taillierung der Probe

Die Norm DIN EN ISO 527 sieht die Möglichkeit der Taillierung der Probekörper vor. Dadurch würde im geringsten Querschnitt die größte Zugspannung herrschen und somit wäre dies die Versagensstelle. Jedoch zeigt sich im Versuch, dass dies nur bei isotropen Werkstoffen möglich ist oder bei verstärkten Kunststoffen mit einer geringen Bruchdehnung, wie aramidfaser- oder kohlefaserverstärkte Polymere [Pannkoke 92, S. 38 f].



**Abbildung 4.7:** Taillierter Probekörper

Die Hauptzuglast wird in unidirektional verstärkten Kunststoffen fast ausschließlich von den Fasern getragen. An der Taillierung, wo die Fasern nicht durchgängig sind, in **Abbildung 4.7** mit Pfeilen hervorgehoben, muss die Zugkraft auf die benachbarten Fasern durch Scherkräfte in der Matrix übertragen werden. Dies ist um so schwieriger, je dehnbarer die Fasern sind. Folglich werden die Bereiche, in denen die Fasern nicht durchgängig sind, in **Abbildung 4.7** dunkelgrau hervorgehoben, vor dem Erreichen der Bruchlast abgelöst, da die Matrix-Scherfestigkeit erreicht wird. Was als tragende Probe übrig bleibt, ist ein rechteckiger Streifen, siehe auch [Mayer und Pannkoke 91].

## 4.2 Optimierung der Einspannmethode

Im folgenden Abschnitt werden die möglichen Veränderungen an der Spannbacke, in der Klebverbindung und an den Aufdopplern vorgestellt.

### 4.2.1 Spannbacke

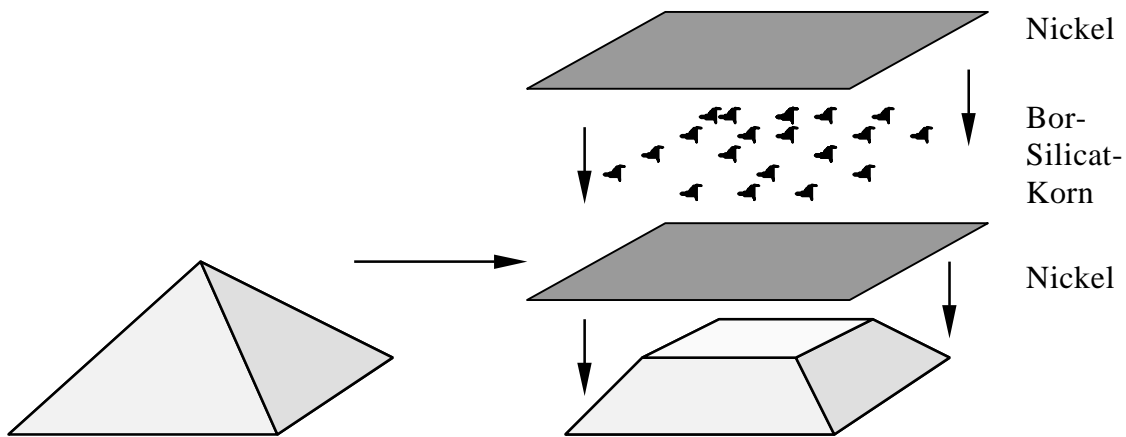
Zwei Maßnahmen können an den Spannbacken vorgenommen werden, um die Messergebnisse zu verbessern. Zum einen kann die Einspann-Oberfläche optimiert werden und zum anderen ein Entlastungsschnitt eingebracht werden.

#### Veränderung der Einspann-Oberfläche

Die Pyramidenspitzen der 1 mm tiefen Kreuzrändelung werden zum Teil abgeschliffen. Die Einspannfläche wird nun dreifach beschichtet, die erste Lage besteht aus Nickel und die zweite aus Bor-Silicat-Korn. Abschließend wird eine weitere Nickelschicht aufgebracht, siehe **Abbildung 4.8**.



Das Bor-Silicat-Korn hat die Bezeichnung CBN 181 Qualität ABN300 (Korngröße 800  $\mu\text{m}$  mit scharfen Kanten). Die Arbeiten in Verbindung mit der (BORAZON) Beschichtung wurde von der Firma HESON in Keltern-Dietlingen vorgenommen. Die Versuche mit der neuen Beschichtung wurden von Chretien durchgeföhrt [Chretien 97].



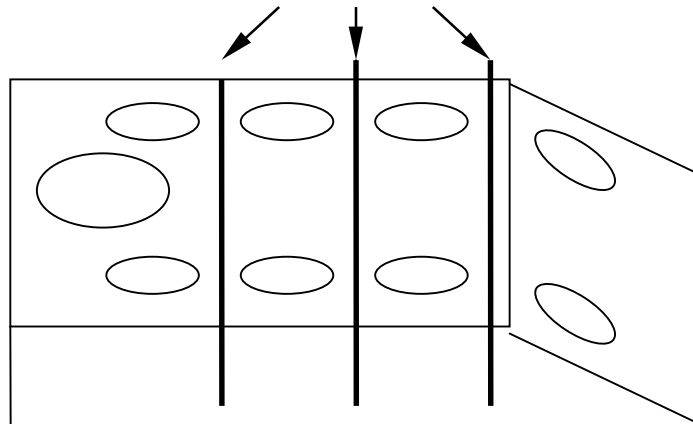
**Abbildung 4.8:** Dreifach beschichtete Einspann-Oberfläche

Die Experimente mit der neuen Einspann-Oberfläche zeigen, dass die Schrauben-Anzugsmomente der Spannbake um bis zu 30 % reduziert werden können. Dadurch mindert sich die Druckkraft auf die Probe im Einspannbereich gleichermaßen, was zu einer geringeren Spannungsüberhöhung führt.

### Einbringen eines Entlastungsschnittes

Üblicherweise werden die Schraubenpaare alle mit demselben definierten Drehmoment angezogen. Um die bereits erwähnte Spannungsüberhöhung im Einspannbereich zu minimieren, ist jedoch ein Ansteigen des Schraubenanzugsmoment zum Ende der Probe von Vorteil. Dies kann durch das Einbringen mehrerer Entlastungsschnitte zwischen den Schraubenpaaren besser realisiert werden. **Abbildung 4.9** zeigt die Lage dieser Einschnitte.

Durch diese Maßnahme sind die Schraubenpaare weitgehend mechanisch voneinander entkoppelt. Ferner ist dabei sehr wichtig, dass die Steifigkeit der Spannbake in Zug-Querrichtung nicht abnimmt, wie in Abschnitt 4.1.1 ausgeführt.



**Abbildung 4.9:** Positionen der Entlastungsschnitte in der Spanbacke

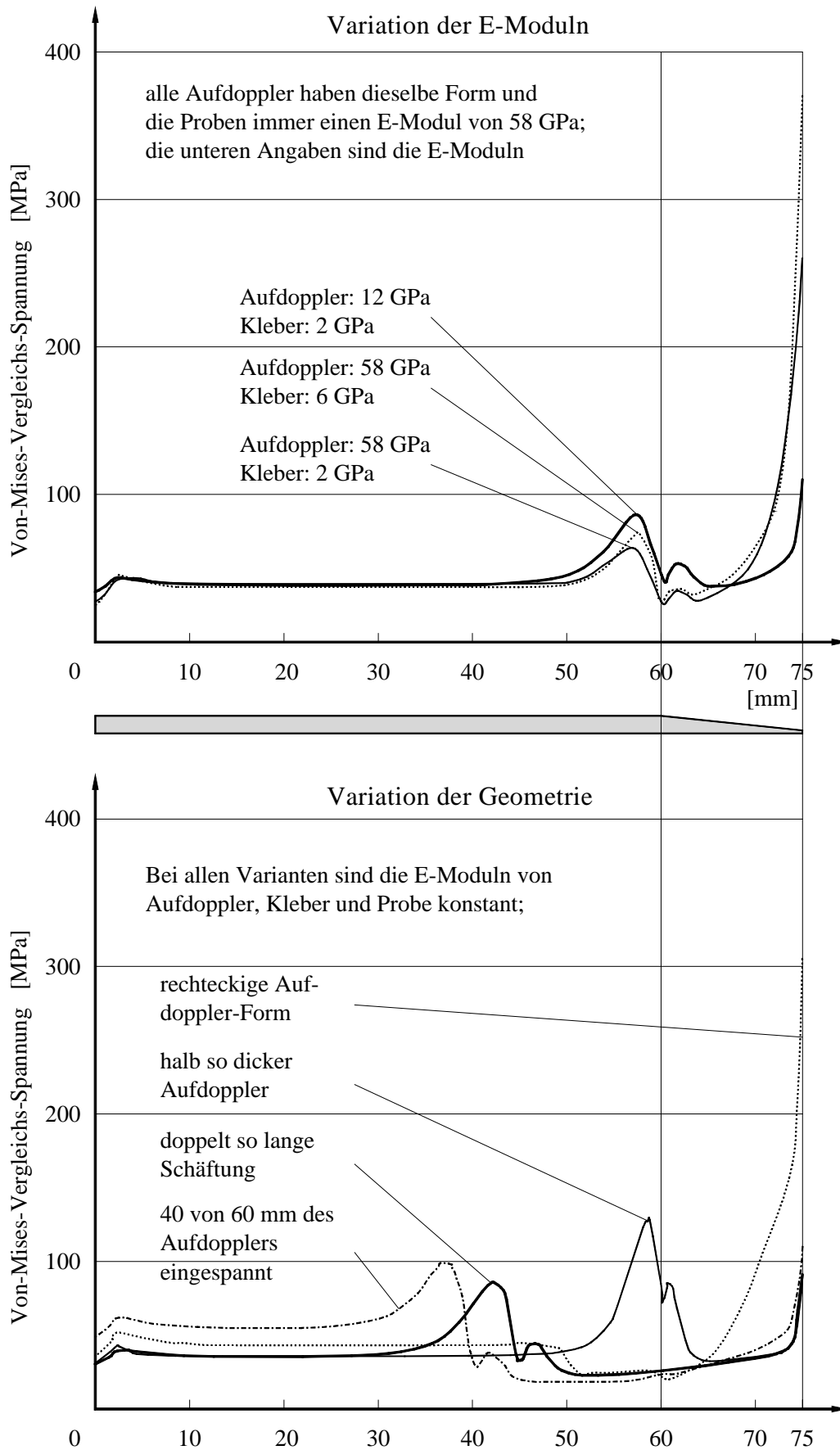
### 4.2.2 FEM-Optimierung

Um die Gewißheit zu haben, dass die angewandten Aufdoppler bereits die optimale Form und die richtigen Abmessungen haben, wurden dahingehend Berechnungen mit der Finite-Elemente-Methode (FEM) durchgeführt. Im Vordergrund stand lediglich ein qualitativer Vergleich, weswegen für die Berechnungen folgende Annahmen gemacht wurden. Alle Materialien sind homogen isotrop und haben folgende Werkstoffkenngrößen und Abmessungen:

	E-Modul [GPa]	Dicke [mm]
Aufdoppler	12	2
Klebstoff	2	0,1
UD-Verbund	58	1

Folgende Abweichungen bezüglich der Aufdoppler-Form, der Materialien und der Einspannung werden verglichen:

- bisher verwendeter Aufdoppler, um Vergleichswerte zu ermitteln,
- Variation der E-Moduln von Aufdoppler und Kleber,
- unterschiedliche Dicken des Aufdopplers,
- eine längere Schäftung,
- nur im hinteren Bereich eingespannter Aufdoppler und
- eine rechteckige Form des Aufdopplers, um die Spannung  $\sigma_y$  normal zur Probenoberfläche zu beseitigen, siehe Abschnitt 4.1.3.



**Abbildung 4.10:** Von-Mises Vergleichs-Spannung in der Mitte des Klebstoffes

Da der Klebstoff das versagensauslösende Material ist, wird die Von-Mises Vergleichsspannung in der Mitte des Klebstoffes verglichen. Die Ergebnisse der Berechnungen sind graphisch in **Abbildung 4.10** zusammengefasst. Für jede Berechnung wurde eine Zugspannung in der Flachprobe von 1200 MPa zu Grunde gelegt.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die Rechteckform aufgrund der extrem hohen Belastung des Klebstoffes am Anfang des Aufdopplers nicht in Frage kommt. Für die große Spannung ist vermutlich der Steifigkeitssprung an dieser Stelle verantwortlich. Ebenso bringt eine Einspannung der Anordnung im Proben-Endbereich keine Entlastung der Aufdoppler-Spitze.

Ansonsten ergaben die Berechnungen, dass folgende Kombination von Aufdoppler-Geometrie und Materialeigenschaften von Vorteil wäre:

- geringer E-Modul von Aufdoppler und Klebstoff und
- möglichst dicker Aufdoppler gepaart mit einer langen Schäftung.

Die Geometrie-Parameter der Aufdoppler und der Probe sind jedoch nicht beliebig erweiterbar, da die Abmessungen der Apparatur nicht überschritten werden dürfen. Trotz des Ausreizens, was experimentell möglich ist, tritt vor dem Bruch der Probe erst ein Ablösen des Aufdopplers von der Probenoberfläche ein.

### 4.2.3 Verschiedene Verbindungsmethoden

Versuche zur Verbesserung der Scherfestigkeit wurden mit Verbunden aus Glasfasern und PA12-Matrix durchgeführt. Wie in Abschnitt 4.1.3 bereits erwähnt, ist die Haftung des Klebers auf diesem Material problematischer. Alle im Folgenden angegebenen Scherspannungen sind die jeweils maximal bei 77 K erzielten Werte, wobei die gemessene Kraft immer auf die gesamte Aufdoppler-Fläche bezogen ist.

#### Verbesserung durch verschiedene Klebstoffe

Aufgrund vorheriger Erfahrungen und Experimente ist es naheliegend, die Aufdoppler und die Probe mit einem Zwei-Komponenten-Kleber auf Epoxidharz-Basis (EP-Kleber) zu verbinden. Folgende Bedingungen werden dabei an den Klebstoff gestellt:

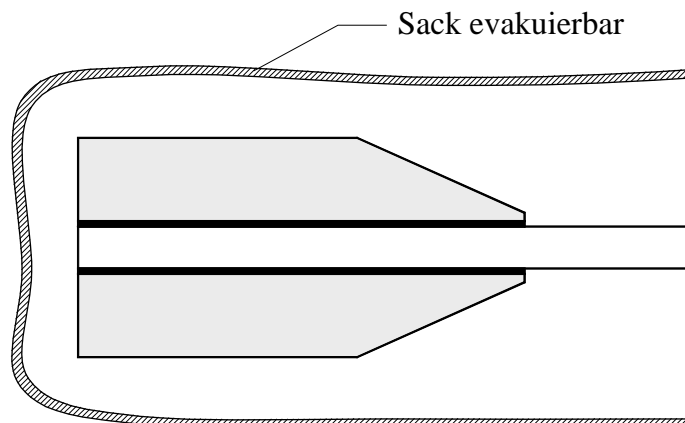
- die erforderlichen Scherspannungen müssen übertragen werden,
- der Klebstoff darf bei einer Temperatur von 77 K nicht verspröden und
- die Bruchdehnung muss bei 77 K größer als die des Verbundes sein.

Diese Kriterien erfüllen im Allgemeinen nur spezielle Klebstoffe, die in der Luft- und Raumfahrttechnik zur Anwendung kommen. Lediglich der Hysol XEA 9361 ist von den getesteten Klebern ausgesprochen tieftemperaturtauglich, siehe Tabelle 4.1.

**Tabelle 4.1:** Übersicht der verwendeten Klebstoffe und deren Hersteller bzw. Anbieter und die damit erzielten maximalen Scherspannungen bei 77 K; Bei allen Klebern handelt es sich um einen Zwei-Komponenten-Kleber auf Epoxydharz-Basis.

Klebstoff	Hersteller / Anbieter	Scherspg [MPa]
UHU Plus endfest	UHU	3,7
GA-2	Micro-Measurements	3,6
Hysol XEA 9361	Hysol Aerospace Products	4,0

Die Aushärtung des Epoxydharz-Klebers erfolgt in einem Vakuumsack [Pintado]. Dieser Aufbau ist in **Abbildung 4.11** dargestellt.



**Abbildung 4.11:** Vakuumsack zum Belasten des Aufdopplers

Nach der Positionierung des Aufdopplers auf der Probe wird der Sack evakuiert und luftdicht verschlossen. Während der Aushärtungsphase presst der Atmosphärendruck gegen die Schäftung, was in einem Spannrahmen nicht der Fall ist. Um eine möglichst hohe Scherfestigkeit in der Klebstoffschicht zu erzielen, wird der Vakuumsack bei 80° C eine Stunde im Ofen gelagert. Laut Herstellerangaben [Hysol] ist das die optimale Kombination von Temperatur und Zeit.

Diese Methode führt jedoch nicht zu höheren Scherspannungen in der Verbindungsschicht.

Ein weiterer erprobter Klebstoff ist der Sekundenkleber 401 von Loctite basierend auf Cyan-Acrylat (CA-Kleber), wobei er sich bei Raumtemperatur durch folgende Eigenschaften auszeichnet:

- äußerst leicht zu handhaben und zu verarbeiten,
- sehr kurze Trocknungszeit, dadurch schnelle Verfügbarkeit und
- hervorragende Scherfestigkeiten.

Bei der üblichen Prüftemperatur (77 K), lässt die Scherfestigkeit jedoch extrem nach, siehe Tabelle 4.2. Es zeigt sich eine starke Versprödung des Klebmaterials in der Form, dass der Kleber nach dem Versuch als eine Art Granulat auf der Probenoberfläche vorliegt. Auf dieser Körnung gleitet der Aufdoppler im Experiment auf dem Verbundmaterial ab, so dass die erforderliche Kraftübertragung nicht möglich ist. Das Versagen der Klebschicht ist als Kohäsionsbruch durch Versprödung zu verstehen.

**Tabelle 4.2:** mit CA-Kleber erzielte Scherspannung bei 77 K

Klebstoff	Hersteller	Scherspannung	Konditionierung
401 Sekundenkleber	Loctite	3,4 MPa	Probe getrocknet
		3,9 MPa	Laborklima
		5,0 MPa	Probe gewässert

Es ist bekannt, dass der CA-Kleber durch Feuchtigkeit (Wasserdampf) aushärtet. Demzufolge sollte sich ein Einfluss zeigen, ob die Probe vor dem Kleben getrocknet oder gewässert wird. In der Tat nimmt das Polyamid 12 nach zweiwöchiger Lagerung im Wasserbad bei Raumtemperatur genügend Feuchtigkeit auf. Die Klebverbindung kann um etwa 25 % gegenüber der im Laborklima gelagerten Probe verbessert werden. Dies ist jedoch nicht ausreichend, um den UD-Faserverbund zu prüfen.

Diese Vorgehensweise ist mit Vorsicht anzuwenden, da die Aufnahme von Wasser die mechanischen Eigenschaften von Polymeren stark verändert [Baschek et al. 99] und [Selzer 95].

### Doppelseitiges Klebeband

Eine Versuchsreihe mit handelsüblichem doppelseitigen Klebeband ergab eine maximal übertragbare Scherspannung von 4,1 MPa, was etwa dem Wert des Epoxydharz-Klebers entspricht. Die Verarbeitung des Klebebandes ist jedoch wesentlich einfacher.

**Tabelle 4.3:** mit doppelseitigem Klebeband erzielte Scherspannung bei 77 K

Verbindungsmethode	Hersteller	Scherspannung
doppelseitiges Klebeband	Tesa	4,1 MPa

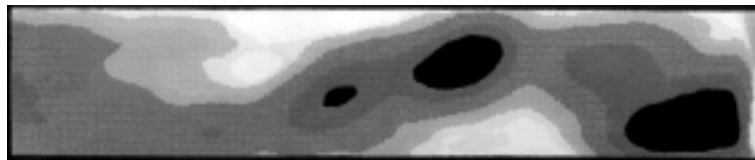
### Aufschmelzen der Matrix mittels Ultraschall

Eine weitere Möglichkeit der Verbindung von Kunststoffen ist das Schweißen mittels Ultraschall, eine gängige und ausgereifte Technik, die in der Industrie breite Anwendung findet. Durch emittierte Schallwellen werden die Verbindungspartner zu mechani-

schen Schwingungen angeregt, was zu einer Wärmeentwicklung durch Reibung führt. Die zu verschweißenden Kunststoffe müssen dafür denselben oder eine ähnliche Schmelztemperatur haben.

Die hier verwendeten Faserverbunde aus Glasfasern und PA12 haben einen sehr geringen Matrixvolumenanteil von etwa 40-50 %. Dieser ist so gering, dass es nicht zu einer flächigen Verbindung kommt. Lediglich die Randbereiche und die Schäftungsspitze des Aufdopplers lässt sich ausreichend aufschmelzen.

Dieses Ergebnis bestätigte sich sowohl im Tieftemperatur-Experiment als auch in der Untersuchung der Schweißnaht mit Hilfe eines sogenannten C-Scans. Hierbei handelt es sich um ein zerstörungsfreies und berührungsloses Prüfverfahren mit Ultraschallwellen. In **Abbildung 4.12** ist eine Aufnahme des C-Scans im Bereich des Aufdopplers dargestellt, wobei dies die am besten gelungene Verschweißung ist. Die dunklen Bereiche bedeuten dabei keinerlei Verbindung. Es handelt sich lediglich bei den weißen Stellen um eine ausreichende, tragende Verbindung.



**Abbildung 4.12:** Ultraschall-Aufnahme einer Schweißfläche (Draufsicht)

Die hellen Bereiche aus Abbildung 4.12 können nach dem Experiment gut auf der Probenoberfläche gefunden werden. An diesen Stellen kommt es zu einer Matrixabscherung von der Probe.

Die so erzielte Scherspannung beträgt 3,7 MPa, wobei die gemessene Kraft auf die gesamte Aufdoppler-Fläche bezogen ist und nicht auf die verschweißten Bereiche.

**Tabelle 4.4:** Die mit der Ultraschall-Technik erzielte Scherspannung bei 77 K

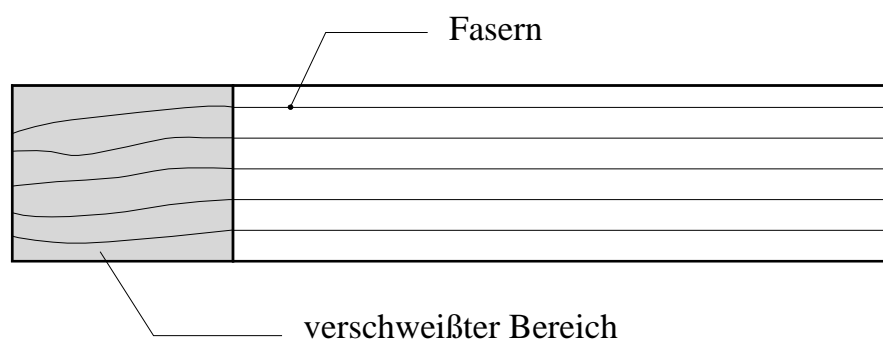
Verbindungsmethode	Anbieter	Scherspannung
Ultraschall	Fa. Ulrich (Heimsheim)	3,7 MPa

Das Einbringen einer Folie aus PA12 (Dicke 0,1 mm) zwischen Probe und Aufdoppler bringt keine Steigerung der Scherfestigkeit. Im Gegenteil, es kann nur eine punktuelle Verschweißung am Rande erzielt werden. Vermutlich ist die äußerst glatte Oberfläche der Folie die Ursache, dafür dass es weniger Berührungspunkte gibt. Um eine flächige Verbindung zu erreichen, wären erheblich längere Schweißzeiten erforderlich, was eine Vorschädigung des Prüfmaterials in Form von Verschiebungen der Fasern aus ihrer ursprünglichen Lage zur Folge hätte.

### Vibrationsschweißen

Das Institut für Verbundwerkstoffe der Universität Kaiserslautern (IVW) bietet die Möglichkeit an, Kunststoffe und auch faserverstärkte Polymere mit Hilfe der Vibrations-Schweiß-Technik zu verbinden [Rudolf et al. 98]. Hierbei werden die zu verschweißenden Partner mit Druck aufeinandergepresst, wobei sich der eine Teil zyklisch longitudinal bewegt. Die so durch Reibung erzeugte Wärme reicht aus, um die Matrix anzuschmelzen.

Der Nachteil dieses Verfahrens ist, daß der angeschmolzene Bereich sehr tief ist. Das heißt die Matrix, die die oben liegenden Glasfasern umgibt, verliert ihre Steifigkeit. Demzufolge wird der Faserverlauf in der erwärmten Zone erheblich verändert, siehe **Abbildung 4.13**.



**Abbildung 4.13:** Gekrümmter Faserverlauf einer Vibrations-Verschweißung

Im Zugversuch werden die gekrümmten Fasern erst in Kraftrichtung gerade gezogen. Hierbei kommt es zu frühzeitigen Brüchen, so dass die ermittelten Bruchspannungen keine Materialkennwerte von UD-Verbunden sind.

### Mikrowellenschweißen

Eine weitere Methode der Verschweißung von Probe und Aufdopplern ist mittels Mikrowellen. Hierfür wird ein Schweißzusatz zwischen die zu verbindenden Materialien gebracht. Diese Zwischenlage ist mit Rußpartikeln versehen, so dass sich darin ein Wirbelstrom bilden kann. Der Vorteil ist, dass sich das Verbundmaterial nur in der unmittelbaren Umgebung des Schweißzusatzes erhitzt [Jauss 97].

Diese Versuche wurden im Institut für Kunststoffprüfung und Kunststoffkunde der Universität Stuttgart durchgeführt. Die Technik mißlang jedoch, weil die zu verbindende Fläche zu groß ist. Das Mikrowellengerät liefert ein Strahlungsfeld, das nicht homogen genug ist, so dass lediglich eine punktuelle Verschweißung zustande kommt.



## Lösungsmittelkleben

Polyamide sind chemisch gegen viele Säuren und Laugen sehr gut beständig. Jedoch mit hochkonzentrierter Ameisensäure (98-100 % ig) und einer Temperatur von etwa 80° C kann PA12 angelöst werden [Domin 86]. Dies kann man sich zunutze machen, indem die Oberfläche des Faserverbundes angelöst wird und anschließend ein Aufdoppler aufgeklebt wird. Dabei ist das verbindende Material das angelöste Polyamid.

Die Festigkeitswerte, die aus den verschiedenen Versuchen gewonnen wurden, schwanken sehr stark. Bei allen drei Varianten aus Tabelle 4.5 besteht die Probe aus glasfaserverstärktem Polyamid 12. Die jeweils maximal erreichten Scherspannungen betragen:

**Tabelle 4.5:** Mit Lösungsmittelkleben erzielte Scherspannungen bei 77 K.

Angewandte Varianten zum Verkleben mit Ameisensäure	Scherspg
<b>Variante I:</b> Auf die angelöste Probenoberfläche wird der Aufdoppler aus glasfaserverstärktem Polyamid 6 geklebt und anschließend im Vakuumofen eine Woche bei 40° C getrocknet.	3,4 MPa
<b>Variante II:</b> Auf die angelöste Probenoberfläche wird Schleifgewebe geklebt. Nach dem Trocknen im Vakuumofen, eine Woche bei 40° C, wird ein Aufdoppler mit Epoxydharz-Kleber auf das Schleifgewebe aufgeklebt.	4,6 MPa
<b>Variante III:</b> Auf einen Aufdoppler wird mit Epoxydharz-Kleber Schleifgewebe aufgeklebt. Nach dem Aushärten wird diese Anordnung auf die angelöste Probenoberfläche geklebt.	9,6 MPa

Obwohl bei Variante II die Rest-Ameisensäure während der Trocknung leichter durch das Schleifgewebe hindurch diffundieren kann als bei Variante III durch den Aufdoppler, ist die erzielte Scherspannung deutlich niedriger. Dies kommt daher, dass sich das Schleifgewebe während der Trocknung leicht wellt. Diese Unebenheit reicht aus, damit sich die Körnung nicht flächig in der Matrix der Probe verkrallt wie bei Variante III.

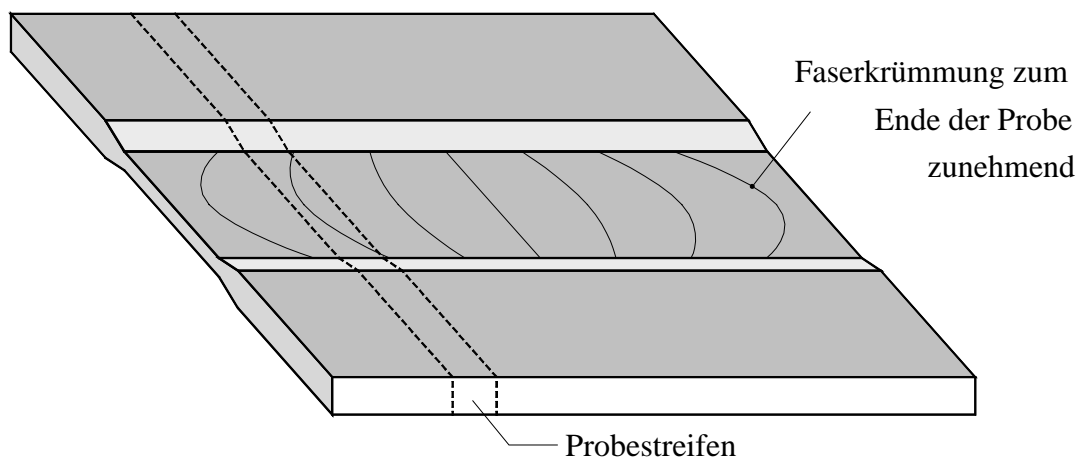
Obwohl diese Verbindungsmethode eine deutliche Steigerung gegenüber den Klebstoffen bringt, ist sie aus folgenden Gründen nicht vorteilhaft:

- Ameisensäure ist nur unter einem Abzug anzuwenden, da die Dämpfe gesundheits-schädlich sind.
- Hochkonzentrierte Ameisensäure wirkt auf der Haut ätzend.
- Eine homogene, flächige Verbindung ist sehr schwer zu erzielen.
- Beide Seiten des Probenendes müssen mit Aufdopplern versehen werden, was aufgrund der schnellen Trocknungszeit und der erforderlichen Präzision fast unmöglich ist.
- Bei zu langer Einwirkung der Säure wird nach der Matrixaußenhaut auch die Matrix, die die oberste Schicht der Fasern umgibt, angelöst.
- Bei einer Epoxydharz-Matrix ist dieses Verfahren nicht anwendbar.

### Aufschmelzen eines Aufdopplers im Autoklaven

Eine weitere in Erwägung gezogene Methode ist, die Aufdoppler mit den Proben im Autoklaven zu konsolidieren, das heißt die Aufdoppler und die Probe bilden ein Stück. In diesem Fall kann es nicht zu einer Ablösung von der Oberfläche kommen, da die Verbindung die Matrix-Scherfestigkeit erreicht.

Der Herstellungsprozess ist wie folgt: Zuerst wird die Platte mit unidirektional verstärkten Fasern gewickelt. Anschließend werden an beiden Enden der ebenen Platte die Aufdoppler unter hohem Druck und Temperatur im Autoklaven mit der Platte verbunden. Bei diesem Vorgang kommt es, trotz angepasstem und steif ausgeführtem Negativformstück, das von oben und unten an die Anordnung gedrückt wird, zum „wegschwimmen“ der Fasern, wie in **Abbildung 4.14** verdeutlicht.



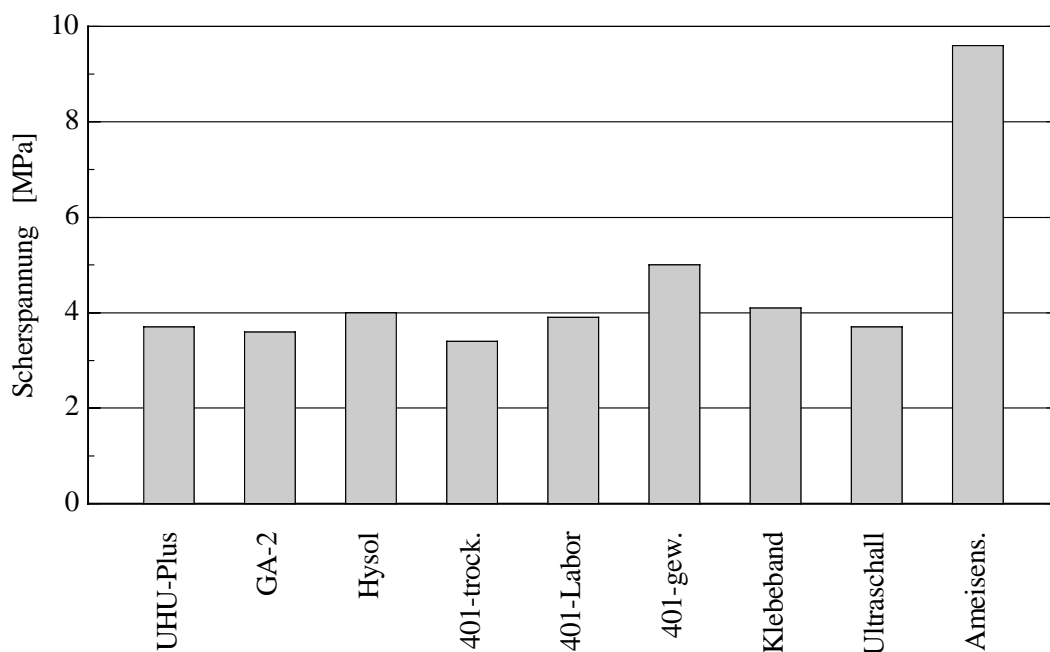
**Abbildung 4.14:** Aufdoppler mit der Probe im Autoklaven konsolidiert

Werden nun Probestreifen aus dieser Platte geschnitten, so sind die Fasern gekrümmt. Diese werden im Zugversuch zuerst gestreckt, was schon zu frühzeitigen Matrix-Scherbrüchen führen kann. Die Bruchspannungswerte der Proben mit besonders stark gekrümmten Fasern machen deutlich, wie wichtig die gerade Anordnung derselben ist.

Da die Fasern auf Querkraft beansprucht werden, erträgt der Verbund eine niedrigere Spannung als das unverstärkte Polyamid 12.

Laut Aussage des Proben-Herstellers, dem Institut für Verbundwerkstoffe der Universität Kaiserslautern, wäre die Optimierung dieses Verfahrens alleine ein Forschungsvorhaben. Dies kam jedoch zeitlich nicht in Frage.

In **Abbildung 4.15** ist zusammenfassend eine grafische Übersicht gegeben über die maximalen Scherspannungen in der Verbindungsschicht, die bei 77 K mit den jeweiligen Klebstoffen oder Verfahren erzielt wurden.



**Abbildung 4.15:** Übersicht der maximalen Scherspannungen, die bei 77 K mit verschiedenen Verbindungsmethoden erreicht wurden

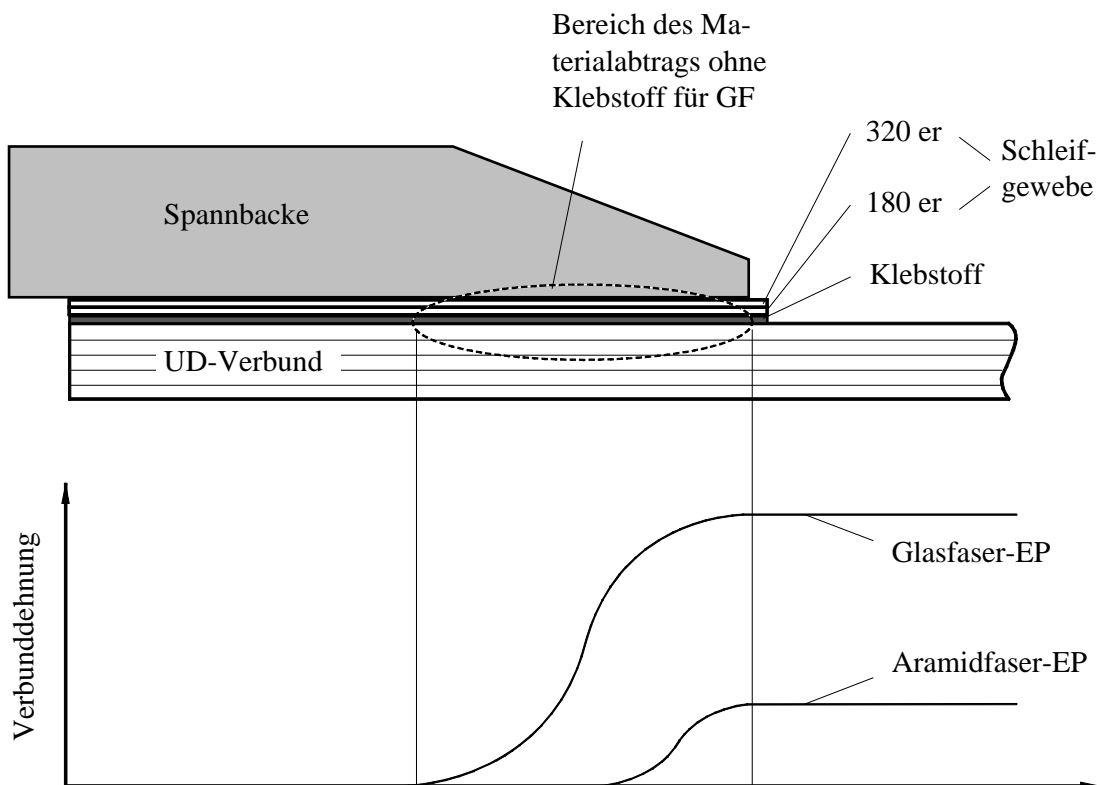
### 4.3 Angewandte Einspannmethode

Versuche mit Auflegen von zwei Lagen Schleifgewebe mit einer 180 er Körnung statt Ankleben von Aufdopplern haben gezeigt, dass auf diese Weise ein Prüfen des UD-Glasfaser-Verbundes bei 77 K möglich ist. Bei dieser Einspannmethode wird das mechanische Verkrallen der Körnung in der Außenhaut der Probe ausgenutzt. Es sind zwei Lagen nötig, damit die Druckspannung durch die Spannbacke stellenweise nicht zu groß wird. Die 180 er Körnung hat sich empirisch als optimal erwiesen.

Nach dem quasistatischen Zugversuch ist auf etwa der Hälfte der Probenoberfläche in der Einspannung ein Materialabtrag zu beobachten, der zur Probenmitte zunimmt. Daraus kann geschlossen werden, dass es zwischen dem Schleifgewebe und dem

Verbund auf Grund seiner hohen Bruchdehnung zu einer Relativbewegung kommt. Dieser Mischzustand aus Schub und Reibung könnte durch ein erhöhtes Anzugsmoment der Schrauben auf Scherung reduziert werden, was aber eine größere Druckspannung auf die Probe zur Folge hätte. Die Einspannkräfte orientieren sich nach dem Prinzip: so klein wie möglich und so groß wie nötig. Die steife, beschichtete Spannbacke verkrallt sich im Schleifgewebe und hält dieses unbeweglich fest.

Für den quasistatischen Zugversuch ist der minimale Verlust an Matrix durch Abrieb zu vernachlässigen. Bei der Ermittlung des Dauerfestigkeitsniveaus jedoch, wofür 10 Millionen Schwingungen erforderlich sind, würde der Materialabtrag zu einem frühzeitigen Versagen in der Einspannung führen. Um dies zu vermeiden, wird eine Lage Schleifgewebe mit einer 180 er Körnung mit einer dünnen Schicht EP-Kleber auf der Probe angebracht. Dadurch wirkt sowohl die Verkrallung auf der Probe, als auch der Klebstoff. Die zweite Lage mit einer 320 er Körnung wird lediglich auf die erste aufgelegt, siehe **Abbildung 4.16**.



**Abbildung 4.16:** Aufbau der angewandten Einspannmethode

Mit der geringeren Rauigkeit der äußeren Lage und dem Ankleben der inneren verlagert sich die Relativbewegung zwischen die beiden Schleifgewebesichten. Eine Lastwechselzahl von  $10^7$  ist mit dieser Anordnung problemlos durchführbar.

Während des Schwingversuches entsteht durch zweierlei Ursachen Wärmeenergie: zum einen aufgrund der Reibung in der Einspannung und zum anderen durch innere Reibung im Verbundmaterial. Letztere ist abhängig von:

- der Amplitude, bedingt durch die Verbunddehnung (bei Glasfasern, GF, viel höher als z. B. bei Aramidfasern, AF, siehe Abbildung 4.16)
- der Prüffrequenz und
- der verwendeten Matrix (Duroplast oder Thermoplast).

Bei Tieftemperaturexperimenten wird die Wärmeenergie ausreichend schnell durch den flüssigen Stickstoff, der die Probe mitsamt der Einspannung umgibt, abgeführt. Bei Raumtemperatur jedoch sind dynamische Schwingversuche nur bei einer sehr geringen Frequenz möglich.

Mit dieser Art der Einspannung wurden für aramidfaserverstärktes Epoxydharz Bruchspannungswerte ermittelt. Aufgrund der wesentlich geringeren Bruchdehnung als Glasfasern ist dieser UD-Verbund auch mit der herkömmlichen Aufdoppler-Methode prüfbar. In **Tabelle 4.6** sind die Zugfestigkeitswerte aus dem Tieftemperatur-Experiment bei 77 K zum Vergleich aufgeführt.

**Tabelle 4.6:** Vergleich der Bruchspannungen von aramidfaserverstärktem Epoxydharz mit unterschiedlicher Einspannung; Prüftemperatur 77 K

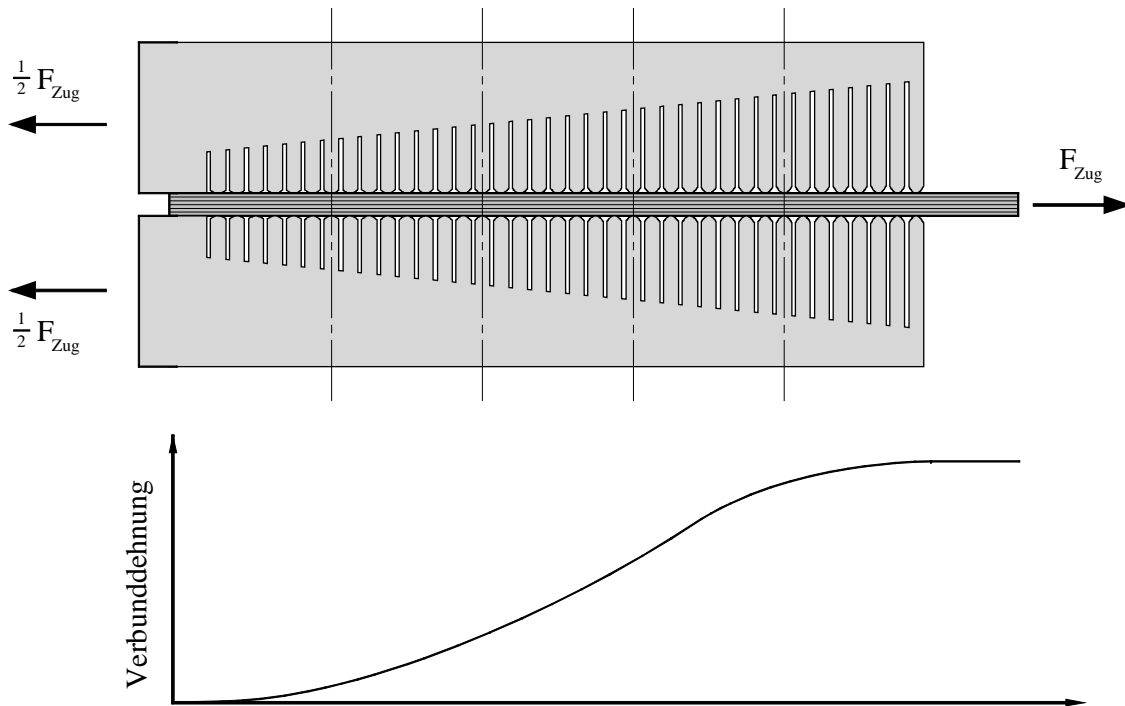
herkömmliche Aufdoppler	doppellagiges Schleifgewebe
774 MPa	1172 MPa

Wie auch aus diesen Ergebnissen ersichtlich ist, war es von entscheidender Bedeutung, die Art der Einspannung zu optimieren.

#### 4.4 Neu entwickelte Spannbacke

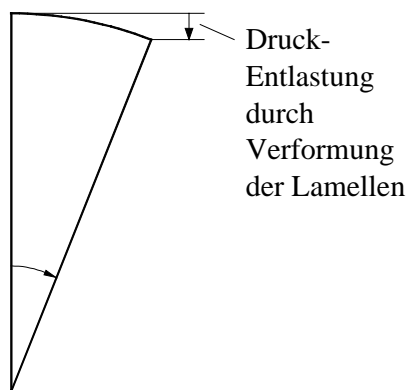
Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Spannbacke konzipiert, die ein Ermitteln der mechanischen Kennwerte von hochelastischen Faser-Verbund-Werkstoffen erleichtert, insbesondere bei tiefen Temperaturen (77 K). In **Abbildung 4.17** ist eine Prinzip-Skizze dargestellt.

Bei Zug-Belastung der Probe werden die Lamellen entsprechend der Dehnung des Faser-Verbund-Werkstoffes verformt. Zur Probenmitte hin erfährt der Verbund durch die Verformung der Lamellen eine Druckentlastung in der Einspannung, siehe **Abbildung 4.18**. Mit dieser Anordnung entsteht somit keine Relativbewegung mehr zwischen der Probe und der Spannbacke und folglich auch keine Wärmeentwicklung durch Reibung. Die Zugspannung kann kontinuierlich in der Einspannung abgebaut werden. Im Vergleich zu einer starren Spannbacke wird mit dieser die verwendete Aufdopplung nicht so stark auf Scherung beansprucht.



**Abbildung 4.17:** Prinzip-Skizze einer Spannbacke zur Prüfung von hochelastischen Faser-Verbund-Werkstoffen bei Raum- sowie Tieftemperatur (77 K)

Die Spitzen der Lamellen sind abgerundet. Diese Abrundung wird mit einem Bor-Silicat-Korn der Bezeichnung „CBN 181 Qualität ABN300 (Korngröße 800  $\mu\text{m}$  mit scharfen Kanten)“ beschichtet. Der Vorteil dieser Beschichtung gegenüber einer Kreuzrändelung ist, dass die Einspannkräfte um bis zu 30 % reduziert werden können, was eine niedrigere Druckspannung durch die Einspannung zur Folge hat.



**Abbildung 4.18:** Verformung der Lamellen bei Zugbelastung der Probe



## 5 Tieftemperatur-Versagensverhalten

Kernpunkt dieses Kapitels sind die erzielten Ergebnisse der Untersuchung von glasfaserverstärkten Verbunden (GF/EP) unter statischer und dynamischer Prüfung bei 77 K. Das Schädigungs- und Bruchverhalten des Materials bei tiefen Temperaturen ist sehr komplex. Zum besseren Verständnis wurden zum einen Raumtemperaturmessungen zum Vergleich herangezogen und zum anderen Ergebnisse von aramid- und kohlefaserverstärkten Verbundwerkstoffen (AF/EP und CF/EP). Die Carbonfaser-Materialien wurden von Pannkoke und Hübner untersucht [Pannkoke 92], [Hübner 96].

### 5.1 Versagensverhalten unter Zugbelastung

#### 5.1.1 Unidirektionale Verbunde

##### Quasistatische Zugbelastung

In **Tabelle 5.1** sind die unter quasistatischer Zugbelastung gemessenen mechanischen Materialkennwerte von GF/EP und AF/EP bei RT und 77 K aufgeführt. Beide Materialien verhalten sich bis zum Bruch nahezu linear-elastisch. Das mit Aramidfasern verstärkte EP-Harz zeigt bezüglich der Bruchspannung bei Temperaturänderung kaum eine Änderung. Lediglich die Bruchdehnung nimmt um etwa 30 % ab, da die Fasern und der Kunststoff bei tiefen Temperaturen steifer sind.

**Tabelle 5.1:** Mechanische Materialkennwerte verschiedener UD-Verbunde unter quasistatischer Zugbelastung bei RT und 77 K

		$\sigma_B$ [MPa]	$\epsilon_B$ [%]	E [GPa]	$\nu$ [-]
GF/EP	RT	$1321 \pm 68,0$	$2,80 \pm 0,12$	$49,81 \pm 0,96$	$0,33 \pm 0,01$
GF/EP	77 K	$2050 \pm 222$	$4,30 \pm 0,52$	$51,73 \pm 1,54$	$0,37 \pm 0,01$
AF/EP	RT	$1123 \pm 139$	$1,76 \pm 0,14$	$62,21 \pm 2,20$	$0,46 \pm 0,01$
AF/EP	77 K	$1172 \pm 65,8$	$1,25 \pm 0,08$	$89,52 \pm 3,92$	$0,56 \pm 0,02$

Auffallend ist die Steigerung der Bruchspannung  $\sigma_B$  des glasfaserverstärkten EP-Harzes um 55 %. Da sich der E-Modul zwischen Raum- und Tieftemperatur kaum ändert, nimmt die Bruchdehnung in gleichem Maße wie die Spannung zu. Mit einem Wert von  $\epsilon_B = 4,3$  %, der deutlich größer als bei RT ist, ist GF/EP unter den Verbundwerkstoffen



am dehnbarsten. Dies kommt durch die eingefrorenen Prozesse der Spannungsrisskorrosion zu Stande, wie in Kapitel 3 beschrieben.

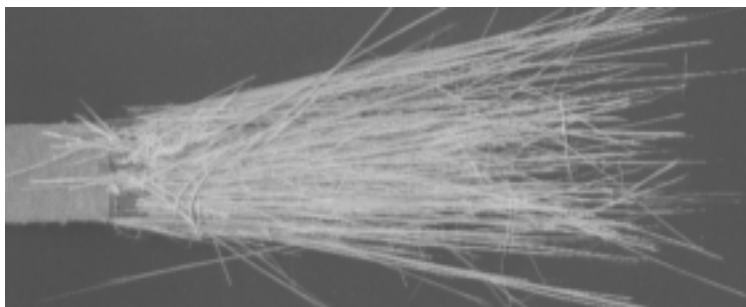
In **Tabelle 5.2** sind zum Vergleich einige Materialkennwerte unidirektional glasfaserverstärkter Epoxydharze aus der Literatur aufgeführt. Reed und Golda haben unterschiedliche unidirektional faserverstärkte Polymere miteinander verglichen [Reed und Golda 94].

**Tabelle 5.2:** Materialkennwerte von unidirektionalem GF/EP bei 77 K aus der Literatur

Autor	$\sigma_B$ [MPa]	E [GPa]
[Dahl.-Pet. 80]	1340	45,1
[3M 88]	1540	47
[Reed und McColskey 94]	1320	44
diese Arbeit	2050	51,7

Im Vergleich liegen diese Ergebnisse rund 30 % niedriger als die eigenen Werte. Höchstwahrscheinlich ist dies auf die Art der Einspannung der Flachproben zurückzuführen, die in dieser Arbeit optimiert und angewandt wurde.

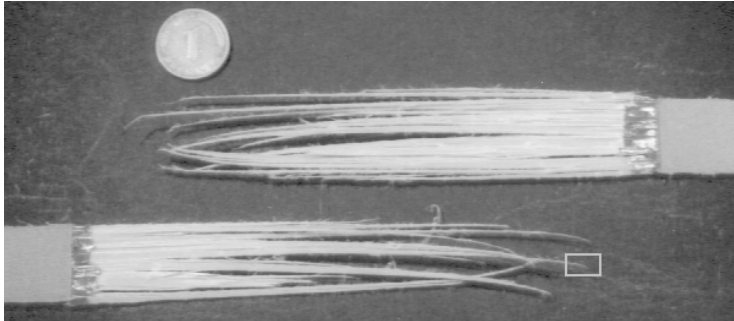
Die Bruchbilder der Verbunde AF/EP und GF/EP sind grundverschieden. GF/EP „bricht“ bei 77 K unter extremem Zerfasern, siehe **Abbildung 5.1**, wobei dies bei RT nicht so stark ausgeprägt ist. Eine Erklärung hierfür ist die enorm hohe Bruchdehnung, insbesondere bei Tieftemperatur. Der Bruch einer Einzelfaser bedeutet zum einen, dass viel elastisch gespeicherte Energie freigesetzt wird. Zum anderen muss die Matrix an dieser Stelle über Scherkräfte die Kraft auf benachbarte Fasern übertragen, was schockartig geschieht. Dieser Belastung kann das EP-Harz nicht standhalten, was eine Kettenreaktion von Faserbrüchen zur Folge hat. Diese setzt sich so lange fort, bis ein Bereich im Verbund erreicht wird, der nicht so stark belastet ist. Herstellungsbedingt sind nicht alle Fasern gleich gestreckt und somit unterschiedlich Last tragend. Der Beginn dieser Kettenreaktion muss nicht am Probenrand passieren. Ferner kann es bei dieser spontanen Energieentladung stellenweise zur Ablösung der Matrix von der Faser kommen.



**Abbildung 5.1:** Bruchbild von GF/EP UD bei 77 K unter quasistatischer Zugbelastung

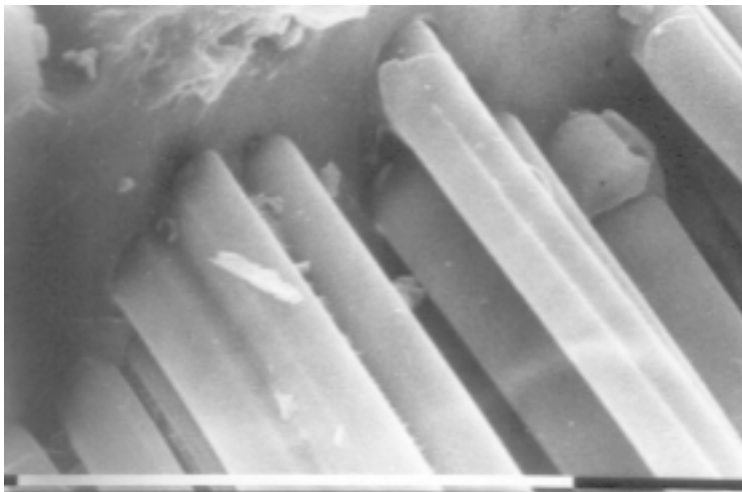
Das Bruchbild des aramidfaserverstärkten Verbundes (siehe **Abbildung 5.2**) wird im Wesentlichen durch drei verschiedene Faktoren geprägt:

- die Bruchdehnung von ca. 1,5 %, wodurch es zu einer wesentlich geringeren Energiefreisetzung kommt als bei den Glasfasern,



**Abbildung 5.2:** Bruchbild von AF/EP UD bei 77 K unter quasistatischer Zugbelastung; Bei RT ist das Bruchbild ähnlich.

- die geringe Faser-Matrix Anbindung, was unter dem Rasterelektronenmikroskop als blanke Fasern sichtbar ist (siehe **Abbildung 5.3**)

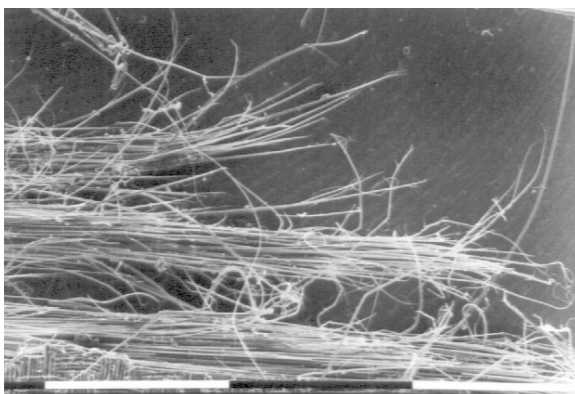


**Abbildung 5.3:** REM-Aufnahme von AF/EP nach dem Bruch

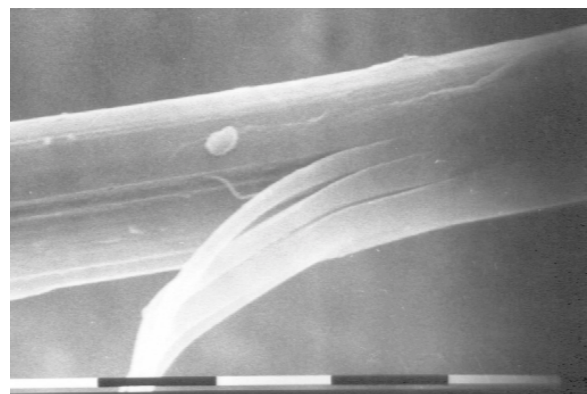
Zu sehen sind überwiegend blanke Fasern, d. h. die Faser Matrix Haftung ist ungenügend (Grenzschichtversagen).

Das weiße Balkenelement entspricht 0,1 mm.

- und die Anisotropie der Faser. Beim Bruch kommt es an den Bruchspitzen der Fasern, in **Abbildung 5.2** weiß markiert, zu winzigen Verästelungen, siehe **Abbildung 5.4** (a) und zur Zerstörung einzelner Fasern, **Abbildung 5.4** (b).



(a)



(b)

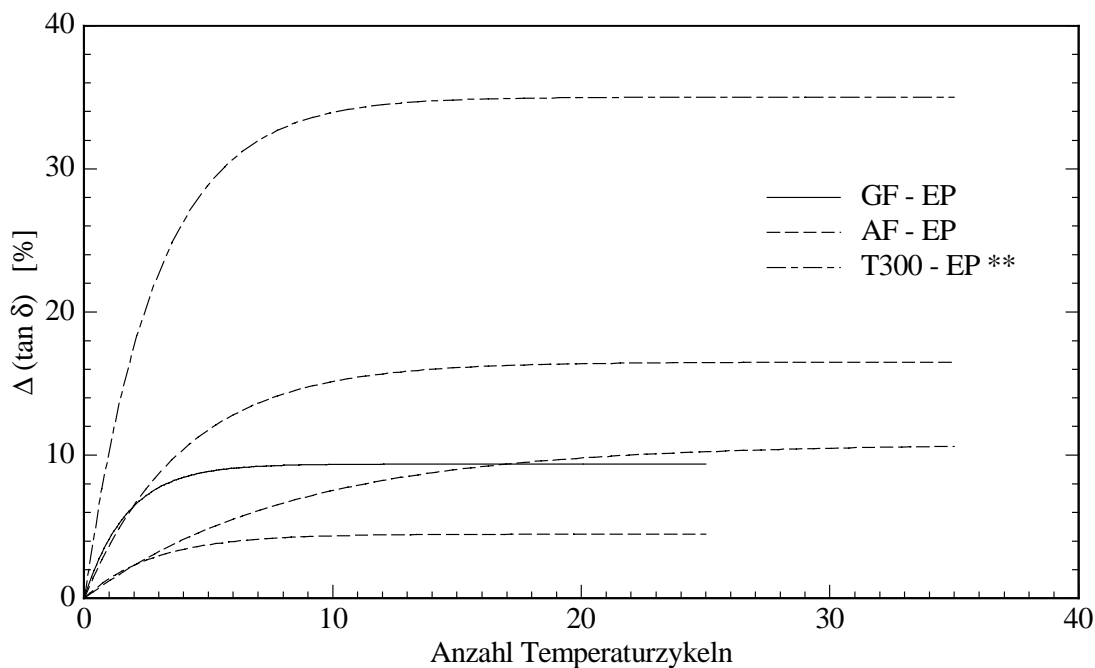
**Abbildung 5.4:** Verästelungen und Faser-Längsbruch von Aramidfasern

Sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 77 K tritt ein spontaner Bruch ein, das heißt, eine schrittweise Schädigung, wie beispielsweise das Reißen einzelner Fasern, was sich im Spannungs-Dehnungs Diagramm durch Kraftabfall bemerkbar machen würde, wird nicht beobachtet.

### Schädigungsentwicklung

Die Materialien werden beim Zugversuch zwei Schädigungsarten ausgesetzt, der mechanischen Zugspannung und dem Abkühlen auf 77 K. Letzteres verursacht auf Grund der verschiedenen Ausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix innere thermische Spannungen. Die Temperaturänderung von RT auf 77 K führt zu einer Druckspannung der Faser und zu einer Zugbelastung in der Matrix. Mehrmaliges thermisches Zykeln endet in einem Sättigungsgrad der inneren Schädigung. In **Abbildung 5.5** ist über den thermischen Zykeln die normierte integrale mechanische Dämpfung, gemessen über der Gesamtlänge der Probe, aufgetragen. Im Verbund können Matrix-Querrisse oder Delaminationen zwischen Faser und Matrix auftreten.

Während mehrere Proben von GF/EP im Sättigungsbereich zu nahezu demselben Dämpfungsfaktor führen, ist bei AF/EP eine Quantifizierung des Schädigungsmaßes nicht möglich. Vermutlich ist eine gleichbleibende, reproduzierbare Qualität in derselben Charge von Proben nicht herstellbar, so dass die innere Rissbildung erheblich differiert. Bei Kohlefaser/EP (T300/EP) verursacht schon das erste Abkühlen einen enormen Schaden. Nach ca. 20 Zykeln ist hier eine Sättigung erreicht.



**Abbildung 5.5:** Änderung des normierten mechanischen Dämpfungsfaktors  $\Delta(\tan\delta)$  gegen die Anzahl der thermischen Zykeln zwischen RT und 77 K

\*\* ) aus [Pannkoke 92], S. 47

Der weit größere Anteil am Versagen des Faserverbundes hat die angelegte Zugkraft. Es bieten sich drei Messmethoden zur Ermittlung der Schädigungsentwicklung an:

- Messung des normierten Dämpfungsfaktors über der Verbunddehnung bei RT;
 

Hierbei wird schrittweise bei Raumtemperatur die Zugbelastung einer einzigen Probe erhöht. Nach jeder Belastung wird entlastet und anschließend die mechanische Dämpfung bei RT gemessen. Um eine Schadensakkumulation durch die Einspannung und die Dämpfungsmessung auszuschließen, wird eine Einzelmessung durchgeführt. Dabei wird eine Referenzprobe auf ca. 80 % der Bruchdehnung belastet, entlastet und anschließend  $\Delta(\tan\delta)$  ermittelt.
- Messung des normierten Dämpfungsfaktors über der Verbunddehnung bei RT, wie die erste Messung; Vorher wird die Probe bis zur Sättigung zwischen RT und 77 K thermisch zyklert.
- Messung des normierten Dämpfungsfaktors über der Verbunddehnung;
 

Zum Unterschied zur zweiten Messmethode findet die mechanische Belastung bei Tieftemperatur, 77 K, statt. Anschließend wird der Dämpfungsfaktor, der Einfachheit halber bei RT, mit einem Torsionspendel ermittelt. Weil vor jeder Messung der Dämpfung die Probe erwärmt wird, muss sie vorher bis zur Sättigung zwischen RT und 77 K thermisch zyklert werden.

Wie sich der normierte integrale Dämpfungsfaktor in Abhängigkeit der mechanischen Belastung ändert, ist in **Abbildung 5.6** grafisch dargestellt. Die drei Kurven je Faser-Matrix-Kombination entsprechen den oben beschriebenen drei Messmethoden. Die Querstriche in den Diagrammen repräsentieren die Bruchdehnungen  $\epsilon_B$ , die jeweils im Zugversuch ermittelt wurden.

Bei den Raumtemperatur-Messungen von AF/EP zeigt sich, wie erwartet, ein Zusammenhang zwischen der Verbunddehnung und dem Maß an innerer Rissbildung. Allerdings muss erst eine gewisse Schwelle überwunden werden, die bei ca. 0,3 % Dehnung liegt. Das heißt eine geringere Dehnung ruft keinerlei Schädigung im Material hervor.

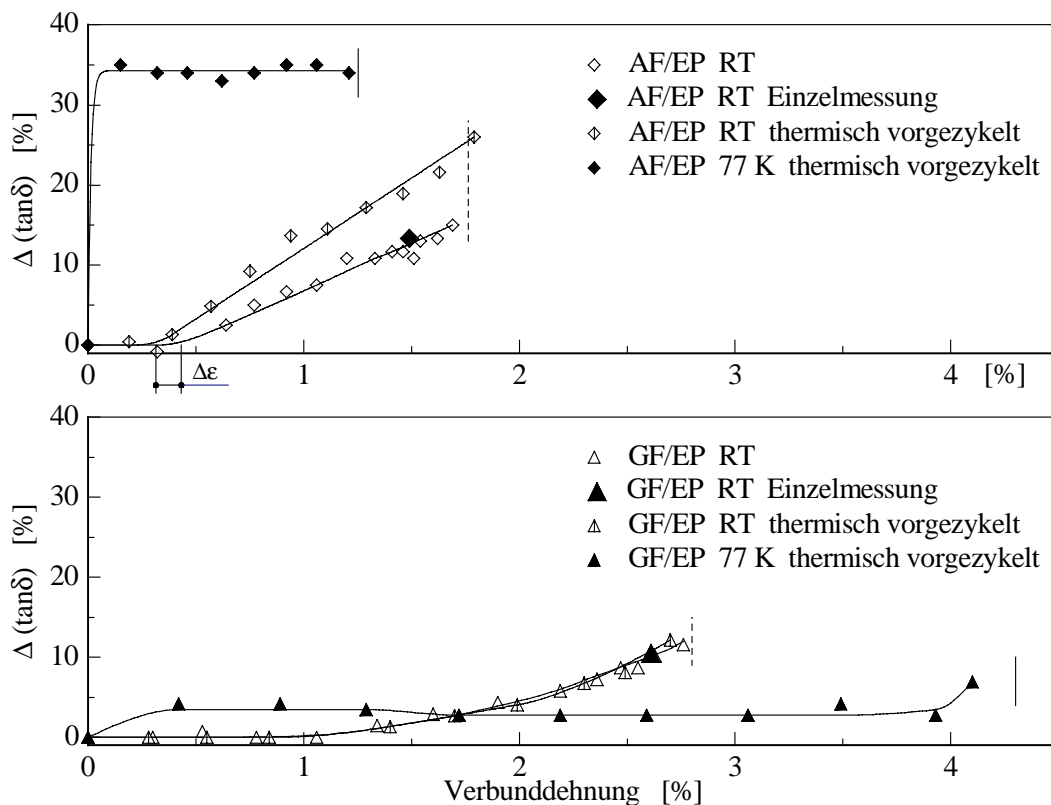
Zwei Unterschiede zwischen dem thermisch unbelasteten Verbund und dem zyklerten sind zu erkennen. Zum einen ist das die Verschiebung  $\Delta\epsilon$  und zum anderen die Steigung der Kurve. Das bedeutet, dass beim zyklerten AF/EP sowohl die Dehnung, bei der die ersten Mikrorisse und Delaminationen auftreten, geringer ist, als auch die Schädigung pro Dehnung größer ist.

Bei GF/EP ist es ohne Belang, ob die Probe vor dem mechanischen Belasten thermisch zyklert wird oder nicht. Der Verlauf ist praktisch identisch. Auch gibt es keine unterschiedliche Steigung oder Mindestdehnung für die ersten Schäden. Auffallend ist, dass der Verbund deutlich stärker gedehnt werden muss,  $\epsilon > 1 \%$ , bis sich die ersten inneren Risse in der Dämpfungsmessung bemerkbar machen.

Bei beiden Verbunden hat sich durch die Einzelmessung gezeigt, dass das stückweise Be- und Entlasten und anschließende Messen der Dämpfung zulässig ist.

Die Ergebnisse bei Tieftemperatur sind nicht mit denen bei RT zu vergleichen. Nach einer Belastung von nur 10 % der Bruchdehnung ist die innere Schädigung bei AF/EP in der Matrix und der Grenzfläche schon vollständig erreicht. Durch eine Erhöhung der Verbunddehnung ist keine weitere Rissbildung zu beobachten.

Ganz anders ist der Verlauf bei GF/EP. Durch Anlegen einer geringen Zugkraft entstehen auch hier Risse im Material, jedoch relativ wenige. Nach mehrmaligem Be- und Entlasten verringert sich  $\Delta(\tan\delta)$  sogar. Eine Erklärung hierfür wäre, dass die Rissoberflächen durch Be- und Entlasten abgeglättet werden und somit weniger innere Reibung entsteht. Wird der Verbund nun weiter schrittweise bis kurz vor Bruch belastet, steigert sich der Dämpfungsfaktor kaum noch. Erstaunlich ist, dass das Maximum sogar unter dem der RT-Messungen liegt. Zu erwarten ist eine Versprödung der Matrix, was zu einer frühzeitigen Rissbildung führt. Die Bruchdehnung des unverstärkten EP-Harzes beträgt bei 77 K ca. 2 %, was aber im Verbund überhaupt keine Auswirkung hat, siehe **Abbildung 5.6**.



**Abbildung 5.6:** Änderung des normierten mechanischen Dämpfungsfaktors  $\Delta(\tan\delta)$  gegen die Verbunddehnung verschiedener UD-Verbunde

### Diskussion der Ergebnisse

Die obigen Ergebnisse werfen einige Fragen auf. Warum ist die Steigung der Dämpfungszunahme von AF/EP bei RT von thermisch vorzyklierten Proben größer als ohne Vorzyklisierung und bei GF/EP nicht? Warum ist die Mindestdehnung, ab der die ersten Risse entstehen, von GF/EP deutlich größer als von AF/EP? Warum nehmen die Tieftemperaturmessungen einen stark von den RT-Ergebnissen abweichenden Verlauf an? Um diese Fragen vollständig beantworten zu können, muss zusätzlich der Herstellungsprozess und die mikromechanischen Vorgänge beim Abkühlen betrachtet werden, insbesondere die daraus resultierenden Spannungsverhältnisse.

Beide Verbunde werden im Nasswickelverfahren hergestellt, wobei das EP-Harz bei einer Temperatur von ca. 140 °C aushärtet. Bereits beim Abkühlen auf Umgebungstemperatur entstehen durch verschiedene Ausdehnungskoeffizienten der Komponenten thermisch induzierte Spannungen. Das Harz und die Glasfaser sind isotrope Materialien, die Aramidfaser jedoch hat anisotrope Eigenschaften. Im Einzelnen betragen die Ausdehnungskoeffizienten:

$$\alpha_{AF \parallel} = -4,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

$$\alpha_{GF \parallel} = \alpha_{GF \perp} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

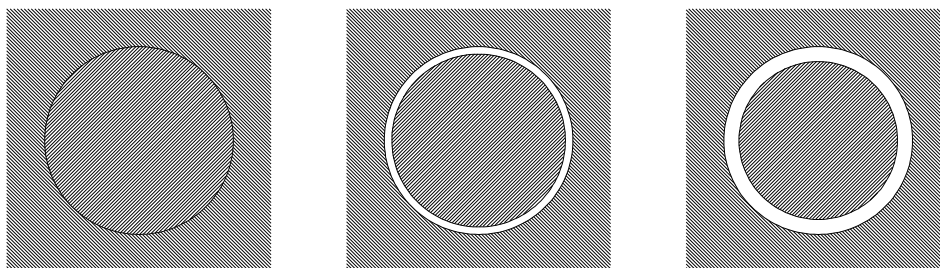
$$\alpha_{EP \parallel} = \alpha_{EP \perp} = 60 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1} \quad \text{wobei } \parallel \text{ in Faserlängsrichtung bedeutet.}$$

Der Wärmeausdehnungskoeffizient der Aramidfaser  $\alpha_{AF \perp}$  müsste aus der Überlegung heraus, dass in Faserquerrichtung nur Van der Waals Kräfte und Wasserstoff-Brücken-Bindungskräfte wirken, größer als der des EP-Harzes sein. Gäbe es keine Haftung zwischen der Aramidfaser und dem EP-Harz, würden die Ausdehnungskoeffizienten die in **Abbildung 5.7** gezeigten Verhältnisse schaffen, das heißt, die Faser schrumpft unter der Matrix weg. Zusätzlich wirken in Längsrichtung thermisch induzierte Spannungen, die ebenfalls über Scherkräfte die Faser-Matrix-Haftung beanspruchen.

Aushärtungstemp.  
(spannungsfrei)

RT

77 K



**Abbildung 5.7:** Schematische Darstellung einer Aramidfaser im EP-Harz ohne Grenzschichthaftung bei verschiedenen Temperaturen

Damit lässt sich nun der Verlauf der AF/EP Kurven aus **Abbildung 5.6** erklären. Die thermische Zyklisierung verursacht sowohl Matrix-Querrisse als auch Delaminationen im

Verbund, das heißt, es gibt mehr Fehlstellen im Verbund. Wird die Probe anschließend mechanisch belastet, können eine entsprechend höhere Anzahl von Rissen wachsen, was die größere Steigung zur Folge hat.

Bei 77 K ist die Grenzschicht durch den Temperaturunterschied stark vorbelastet, hinzu kommt die externe Zugspannung. Bei einer äußerst geringen Kraft entkoppeln sich Faser und Matrix voneinander, was sich unter dem REM als blanke Fasern sichtbar ist. Es liegen nun zwei separate Systeme von Faser und Matrix mit höchstens stellenweiser Haftung vor. Wird der Verbund weiter schrittweise belastet, können keine inneren Schäden mehr entstehen. Somit ist der Verlauf der  $\Delta(\tan\delta)$  Kurve in **Abbildung 5.6** nahezu eine waagrechte Gerade.

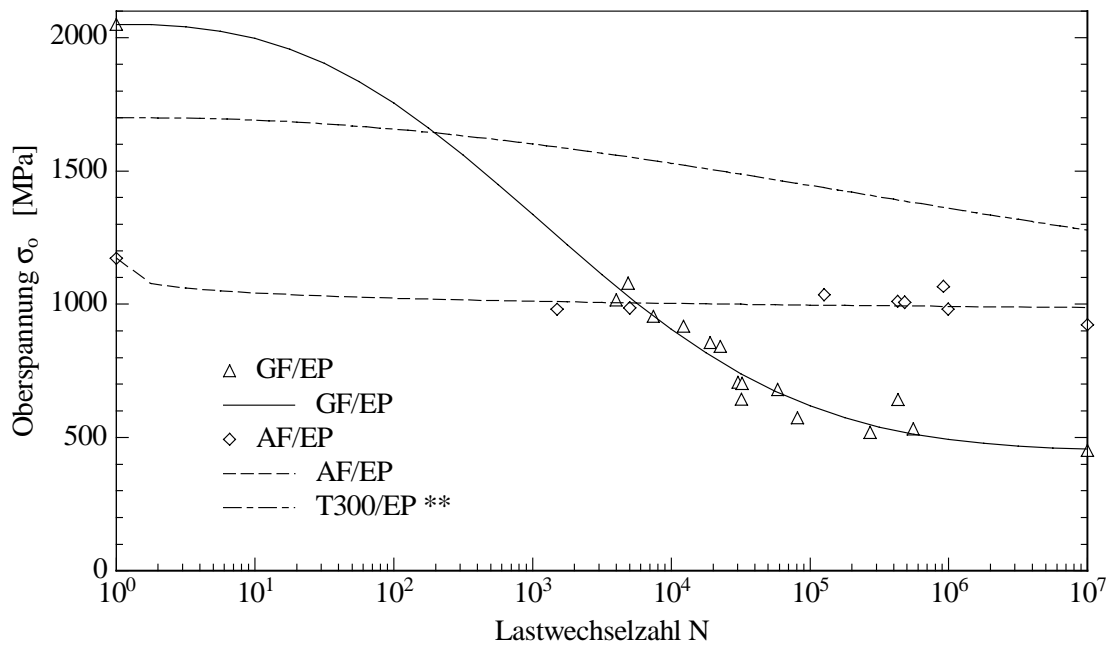
Ganz anders sind die Spannungsverhältnisse im GF/EP-Verbund. Beim Abkühlen schrumpft die Matrix auf die Faser auf, das heißt, beim thermischen Zykeln entstehen keine Delaminationen, sondern ausschließlich Matrix-Querrisse. Demzufolge lässt sich anhand der beiden RT-Kurven aus **Abbildung 5.6** sagen, dass die thermische Zyklierung eine Schädigung hervorruft, die völlig anderer Natur ist als die Schädigung durch die mechanische Belastung, was wiederum den Schluss zulässt, dass die schrittweise aufgebrachte Zugkraft bei RT nur Delaminationen in der Grenzschicht verursacht.

Bei der Tieftemperatur-Belastung wird die Bildung von Delaminationen durch weiteres Aufschrumpfen der Matrix auf die Glasfaser behindert. Es entstehen auch keine Querrisse. Der minimale Anstieg der Kurve kurz vor Bruch ist auf vereinzelte Faserbrüche zurückzuführen.

### Schwellende Zugbelastung

In **Abbildung 5.8** sind die Wöhlerkurven von GF/EP und AF/EP und dem Kohlefaser-Verbund T300/EP dargestellt. Die Oberspannung  $\sigma_0$  des aramidfaserverstärkten EP-Harzes fällt von 1172 auf 988 MPa ab. Das entspricht einer Abnahme von 16 %. Bei T300/EP beträgt der Oberspannungsverlust bei einer Schwingenspielzahl von 10 Millionen 25 % gegenüber dem quasistatischen Zugversuch. Bei GF/EP fällt die Oberspannung sogar um 78 % ab.

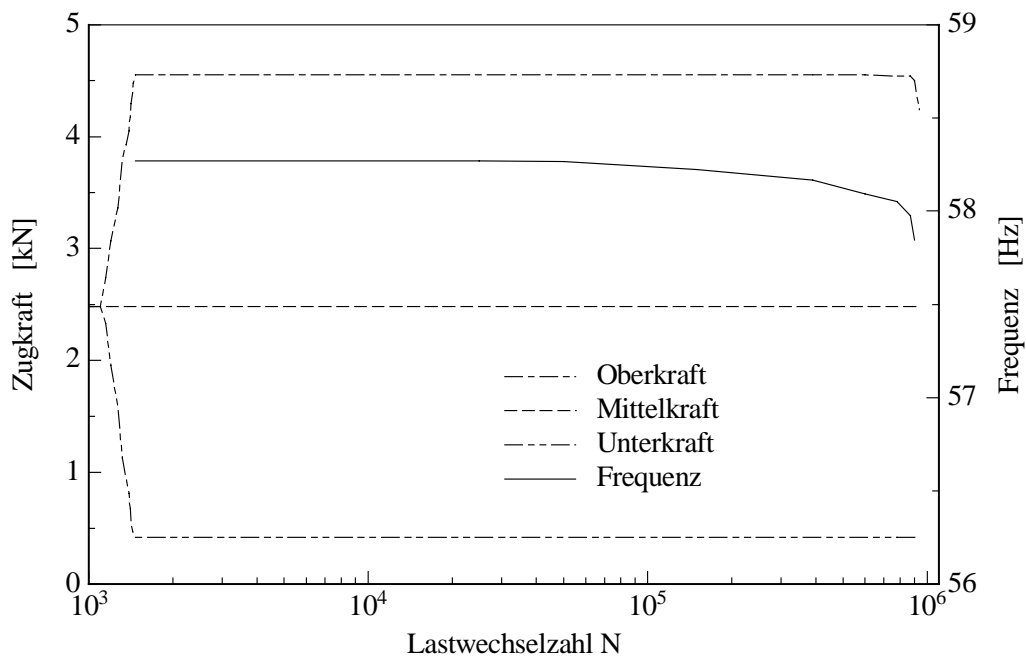
Für RT wurde bereits in mehreren Arbeiten gezeigt, dass die Auftragung der Oberdehnung  $\epsilon_0$  statt der Oberspannung  $\sigma_0$  über der Schwingenspielzahl mehr Aufschluss über die Bedeutung der Matrix für das Ermüdungsverhalten gibt [Hahn 79], [Lorenzo und Hahn 86] und [Talreja 87]. Die parallel geschalteten Komponenten des Verbundes erfahren dieselbe Dehnung, wohingegen die Spannungen unterschiedlich sind. Über die Beziehung  $\sigma = \epsilon \cdot E$  besteht ein Zusammenhang zwischen Spannung, Dehnung und E-Modul. Dies gilt nur, wenn der E-Modul innerhalb der  $10^7$  Lastwechsel konstant bleibt. Für kohlefaserverstärkte Verbunde hat Ahlborn diese Gültigkeit bewiesen [Ahlborn 89].



**Abbildung 5.8:**  $\sigma_0$ -N Diagramm verschiedener UD Verbunde unter schwellender Zugbelastung bei 77 K; R=0,1

\*\*\*) aus [Pannkoke 92], S. 68

Die Umrechnung der Oberspannung in die Oberdehnung ist auch für aramid- und glasfaserverstärktes EP-Harz zulässig. Wie in Kapitel 3 beschrieben, schwingt die Zugprüfmaschine in Eigenresonanz, wobei die Schwingfrequenz während eines Ermüdungsversuches digital aufgezeichnet wird. Ändert sich der E-Modul der Probe, so beeinflusst das die Eigenfrequenz des Systems. In **Abbildung 5.9** ist ein typischer Zugkraft- und Frequenzverlauf von GF/EP bei 77 K dargestellt.

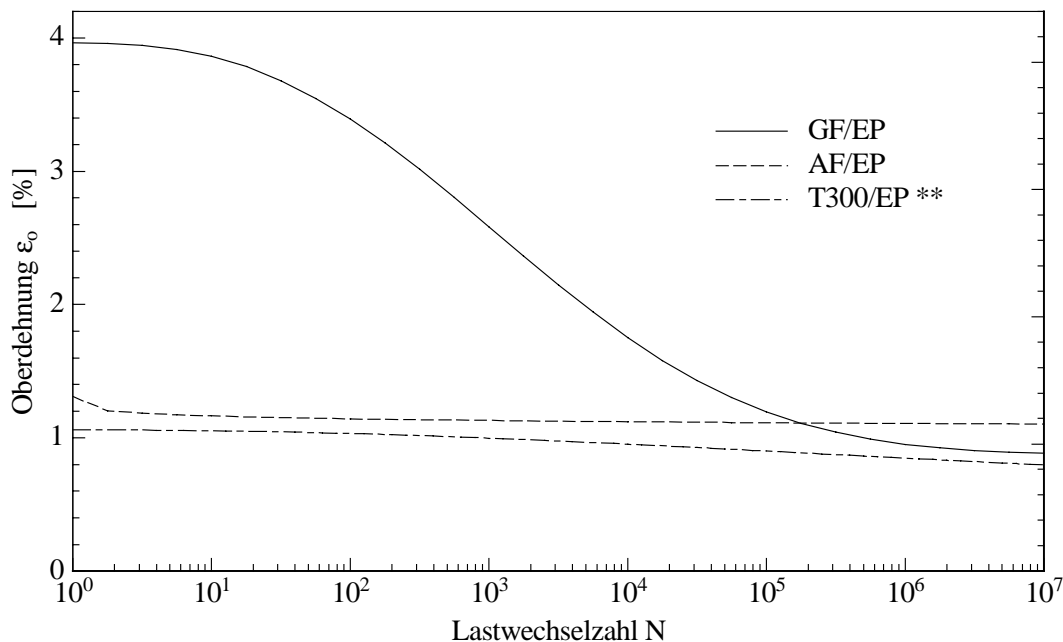


**Abbildung 5.9:** Typischer Kraft- und Frequenzverlauf bei 77 K, R=0,1



Die Frequenz nimmt nach Erreichen der Oberspannung bis kurz vor Versagen um 0,7 % ab. Wird berücksichtigt, dass das Schmirgelgewebe und damit die Einspannung im Laufe eines Versuches durch Abnützungserscheinungen weniger steif wird und somit die Frequenz auch dadurch abnimmt, ist der E-Modul als nahezu konstant zu betrachten.

Mit der Beziehung  $\sigma = \varepsilon \cdot E$  kann die Oberspannung in die Oberdehnung umgerechnet und über der Lastwechselzahl aufgetragen werden, siehe **Abbildung 5.10**. Pannkoke hat in seiner Dissertation ausschließlich kohlefaserverstärkte UD Verbunde untersucht und fand heraus, dass das Ermüdungsverhalten dehnungskontrolliert ist und somit von der Wahl der Matrix abhängt [Pannkoke 92]. Gleichgültig, welche Faser mit demselben EP-Harz kombiniert wird, mündet die Oberdehnung bei  $10^7$  Lastwechsel in einem Harz-charakteristischen Dehnungsniveau, selbst wenn die Faser-Matrix-Haftung unter den Verbunden stark differiert.



**Abbildung 5.10:**  $\varepsilon_0$ -N Diagramm verschiedener UD Verbunde unter schwellender Zugbelastung bei 77 K; R=0,1

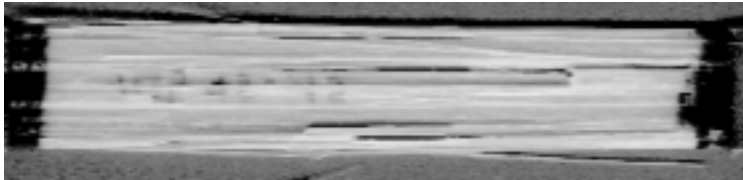
\*\* ) aus [Pannkoke 92], S. 68

Vergleicht man nun die Kurven aus **Abbildung 5.8** mit denen aus **Abbildung 5.10**, so fällt auf, dass die Dehnungs-Wöhlerkurven bei einer Schädigungsgrenze von ca. einem Prozent Oberdehnung münden, gleichgültig ob der Beginn bei gut einem Prozent liegt wie bei AF und CF/EP oder bei über vier Prozent wie bei GF/EP. Es bildet sich ein matrixdominiertes Dauerschädigungsniveau aus.

Die Bruchbilder von GF/EP und AF/EP unterscheiden sich nach dem Ermüdungsversuch sehr stark. Die Erscheinungsform des aramidfaserverstärkten Verbundes sieht makroskopisch genau so aus wie nach einer quasistatischen Belastung,

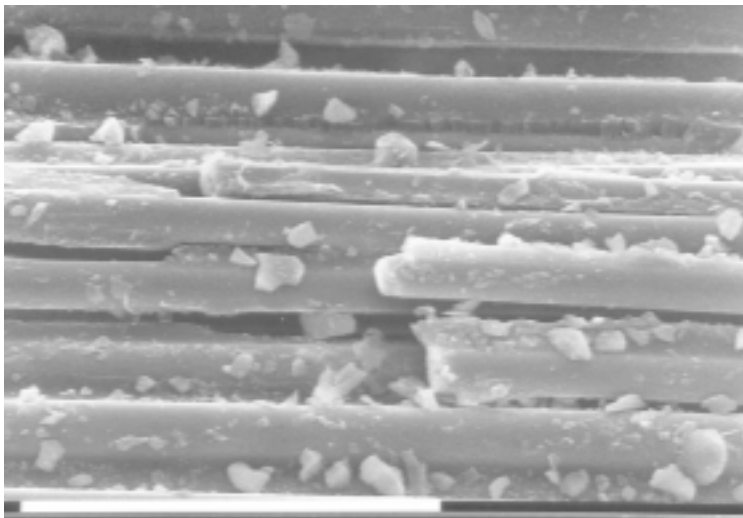
also wie in **Abbildung 5.2**. Die Betrachtung unter dem REM ergibt dasselbe Ergebnis wie in **Abbildung 5.3**, überwiegend blanke Fasern.

Das Versagensverhalten des glasfaserverstärkten EP-Harzes jedoch, ist geprägt durch eine Zerrüttung der Matrix gepaart mit vereinzelt, glatten Faserbündelbrüchen, wie in **Abbildung 5.11** verdeutlicht.



**Abbildung 5.11:** Bruchbild von GF/EP UD bei 77 K unter schwellender Zugbelastung

Die makroskopisch sichtbaren Längsrisse haben ihren Ursprung in mikroskopischen Delaminationen oder Rissen in der Matrix-Längsrichtung, siehe **Abbildung 5.12**.

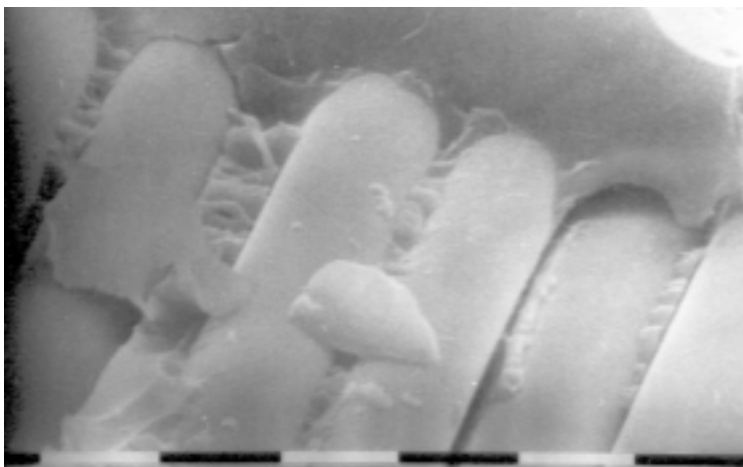


**Abbildung 5.12:** REM-Aufnahme von GF/EP UD bei 77 K unter schwellender Zugbelastung

Zu sehen sind Delaminationen und Matrix-Längsrisse.

Das weiße Balkenelement entspricht 0,1 mm.

Eine andere Aufnahme, **Abbildung 5.13**, zeigt noch einmal die Ablösung der Matrix von der Faser, die durch die zyklische, mechanische Zugbelastung verursacht wird.

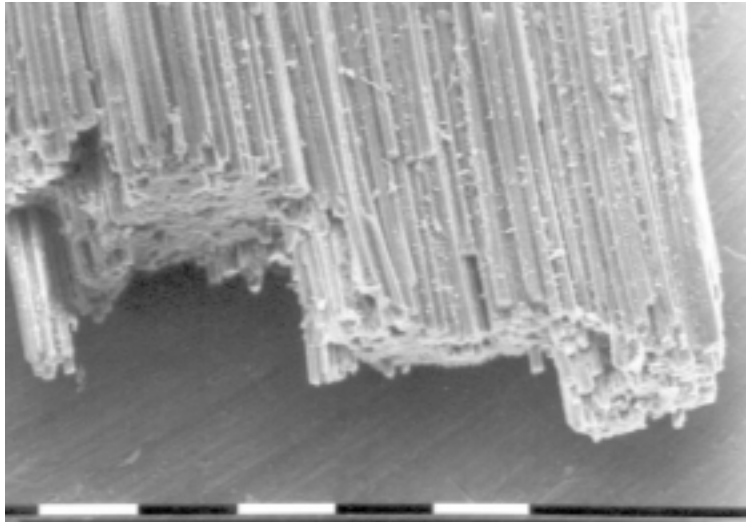


**Abbildung 5.13:** REM-Aufnahme von GF/EP UD bei 77 K unter schwellender Zugbelastung

Zu sehen sind Delaminationen und Matrix-Längsrisse.

Ein weißes Balkenelement entspricht 10 µm.

Die vereinzelt, glatten Faserbündelbrüche sind auf einer REM-Aufnahme in **Abbildung 5.14** zu sehen.

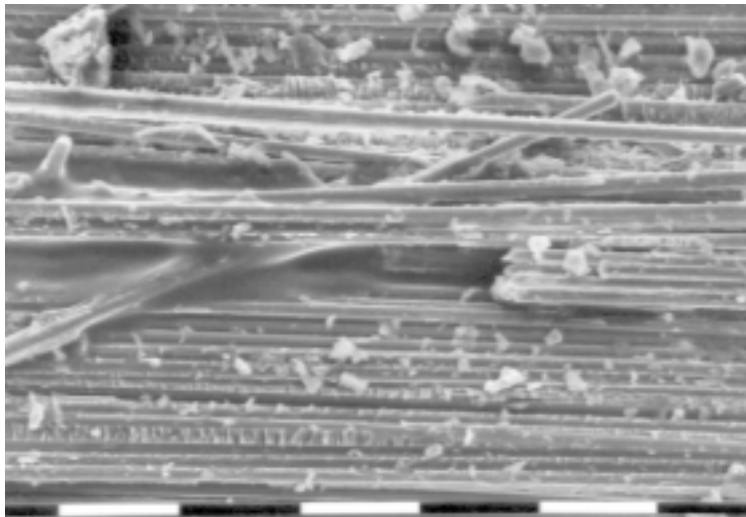


**Abbildung 5.14:** REM-Aufnahme von GF/EP UD bei 77 K unter schwellender Zugbelastung

Zu sehen sind glatte Faserbündelbrüche.

Ein weißes Balkenelement entspricht 0,1 mm.

Ein herstellungsbedingter Fehler im Verbund, zu sehen in **Abbildung 5.15**, kann der Auslöser sein für einen wachsenden Längsriss oder den Bruch eines Faserbündels.



**Abbildung 5.15:** Bruchbild von GF/EP UD bei 77 K unter schwellender Zugbelastung

Zu sehen ist ein herstellungsbedingter Fehler im Verbund, eine schräg liegende Faser.

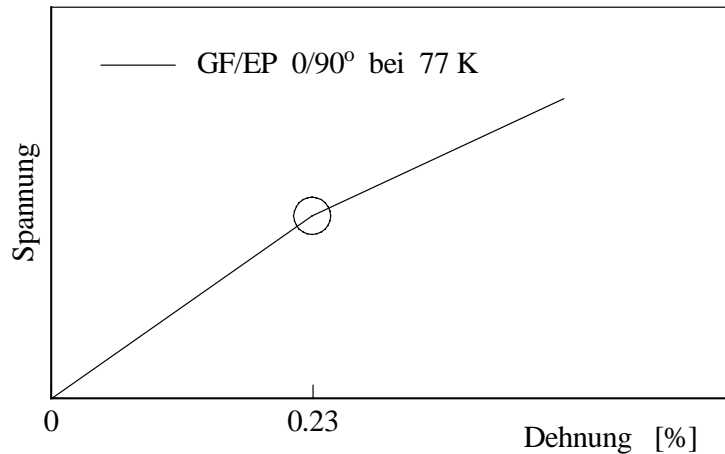
Ein weißes Balkenelement entspricht 0,1 mm.

### 5.1.2 [0/90°] - Verbunde

#### Quasistatische Zugbelastung

Im Zugversuch des 0/90° GF/EP Verbundes zeigt sich eine Besonderheit. Nach 0,23 % Dehnung knickt der Spannungs-Dehnungs-Verlauf ab, in **Abbildung 5.16** durch einen Kreis markiert. Bis zu dem Knick und ab dem Knick ist linear-elastisches Verhalten zu beobachten.

Wie schon der unidirektional ausgerichtete Verbund haben die 0° Lagen des 0/90°-Kreuzverbundes eine hohe Bruchdehnung. Um diesen Betrag kann die 90° Lage nicht gedehnt werden, so dass sie frühzeitig bricht. Zudem kommt es zu einer vollkommenen Ablösung von der 0° Schicht. Nach dem Überschreiten von etwa 0,23 % Dehnung sind die beiden Lagen nur noch locker miteinander verhakt.



**Abbildung 5.16:** Bruchverlauf von GF/EP 0/90° unter quasistatischer Zugbelastung bei 77 K im Spannungs-Dehnungs-Diagramm, schematische Darstellung

Die UD-Lage des Kreuzverbundes zerfasert genau so stark wie die des reinen UD-Verbundes. Nach dem Versuch ist das in **Abbildung 5.17** gezeigte Bruchbild zu sehen.



**Abbildung 5.17:** Bruchbild von GF/EP 0/90° unter quasistatischer Zugbelastung bei 77 K

In **Tabelle 5.3** sind die ermittelten Bruch-Materialkennwerte aufgeführt. Bei 77 K bricht die 90°-Lage im Mittel bei einer Dehnungsbelastung von ca. 0,23 %. Danach errechnet sich ein E-Modul von 24,57 GPa, was einer Abnahme von 30 % entspricht. Die Bruchdehnung ist mit 4,67 % sogar noch über der des reinen UD-Verbundes.

**Tabelle 5.3:** Mechanische Materialkennwerte von GF/EP 0/90° unter quasistatischer Zugbelastung bei RT und 77 K

	$\sigma_B$ [MPa]	$\varepsilon_B$ [%]	E [GPa]	$\nu$ [-]
GF/EP RT	–	–	$31,00 \pm 2,14$	$0,20 \pm 0,01$
GF/EP 77 K	$1102 \pm 27,9$	90° Lage	nach Bruch der 90° Lage	$0,25 \pm 0,01$
		$0,23 \pm 0,02$	$24,57 \pm 1,03$	

Wird die auf den gesamten Querschnitt bezogene Bruchspannung des 0/90° Verbundes lediglich auf die Hälfte des Querschnittes, also auf die 0°-Lage bezogen, so müsste sich ein ähnlicher Wert wie beim UD-Verbundes ergeben:

$$2 \cdot \sigma_{B \text{ GF/EP } 0/90^\circ} = 2204 \text{ MPa} \quad (5.1)$$

Dadurch, dass beim Wickeln des 0/90° Verbundes zwei 90°-Lagen übereinander zu liegen kommen, fällt diese Schicht ein bisschen dünner aus als die zwei 0°-Lagen zusammen, so dass man die Bruchspannung etwas vermindern muss. Damit liegt sie in der Größenordnung der UD Bruchspannung von 2050 MPa. Für die Ermittlung der Bruchwerte bei Raumtemperatur hatte der Umfang der Proben aus der Charge nicht ausgereicht, jedoch lässt sich aufgrund der obigen Rechnung sagen, dass die Bruchdehnung und -spannung aus denen der reinen UD Verbunde zumindest näherungsweise errechnet werden können.

Interessant ist der Vergleich der Bruchdehnungen bei 77 K von UD und 0/90° Verbunden aus GF/EP mit den entsprechenden aus CF/EP, siehe **Tabelle 5.4**. Bei CF/EP vermindert die Anwesenheit der 90° Lagen die Bruchdehnung des Kreuzverbundes im Vergleich zum UD-Verbund. Der Grund dafür ist der Bruch der 90°-Lage. Dieser verursacht ein frühzeitiges Versagen der extrem querzugempfindlichen UD-Kohlefasern.

Dieser Einfluss ist bei GF/EP aus zwei Gründen nicht zu beobachten: Zum einen sind die Glasfasern isotrop und nicht so querzugempfindlich wie die Kohlefasern und zum anderen bricht die 90° Lage bei Zugbelastung, wo die UD-Schicht nur wenig Last trägt.

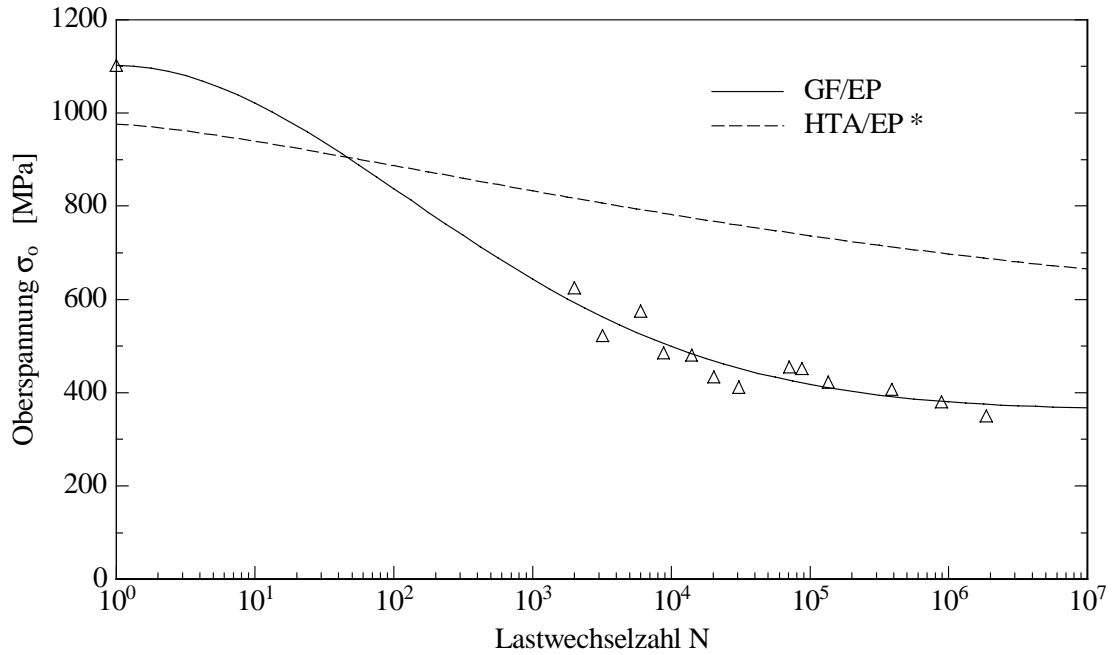
**Tabelle 5.4:** Vergleich der Bruchdehnung der glas- und kohlefaserverstärkten Verbunde mit einer UD- und einer 0/90°-Faserorientierung unter quasistatischer Zugbelastung bei 77 K

	Bruchdehnung $\epsilon_B$ bei 77 K [%]	
	UD - Verbund	0/90° - Verbund
GF/EP	4,30	4,67
HTA/EP *	1,45	1,2

\*) aus [Hübner 96], S. 31 u. 33

### Schwellende Zugbelastung

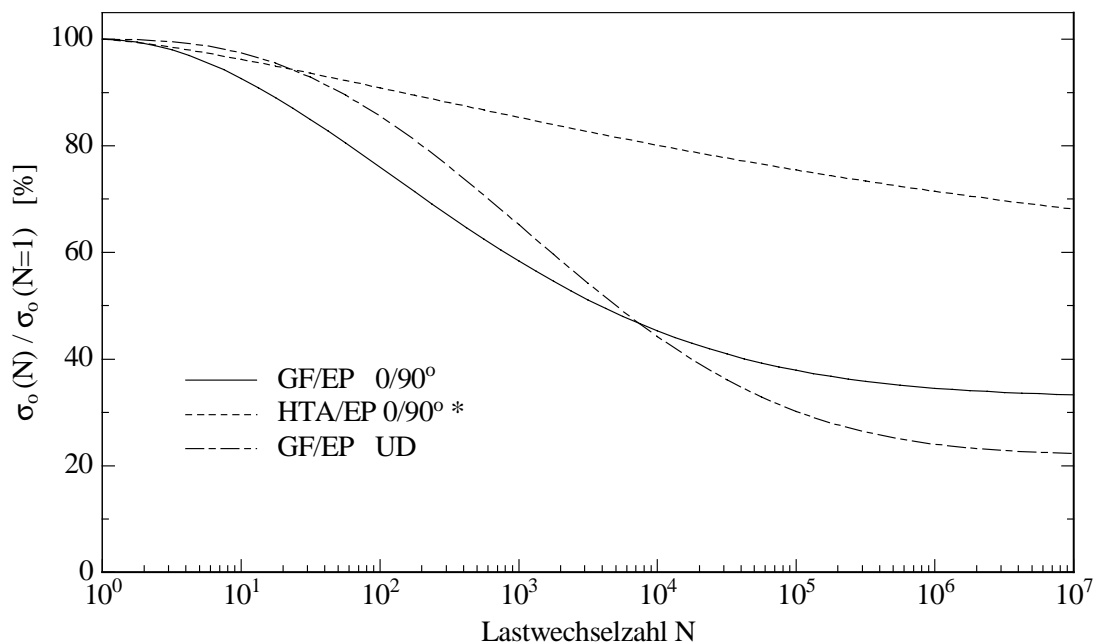
Beim Vergleich der Wöhlerkurven von GF/EP und HTA/EP, **Abbildung 5.18**, fällt das deutlich bessere Ermüdungsverhalten des Kohlefaserverbundes auf. Während das Dauerlastniveau des glasfaserverstärkten Harzes 33 % der statischen Bruchlast beträgt, hält der HTA/EP-Verbund  $10^7$  Lastwechsel bei 68 % stand.



**Abbildung 5.18:**  $\sigma_0$ - $N$  Diagramm verschiedener  $0/90^\circ$  Verbunde unter schwellender Zugbelastung bei 77 K;  $R=0,1$

\*) aus [Hübner 96], S. 37

Deutlicher wird der Unterschied bei der Betrachtungsweise im normierten Diagramm, **Abbildung 5.19**. Bemerkenswert ist, dass der  $0/90^\circ$ -Verbund trotz der nicht tragenden  $90^\circ$ -Schicht ein höheres relatives Niveau aufweist als der UD-Verbund. Offenbar übt die  $90^\circ$  Lage eine Stützwirkung auf die  $0^\circ$ -Schicht aus.



**Abbildung 5.19:** Normiertes  $\sigma_0$ - $N$  Diagramm von Verbunden verschiedener Faserorientierung unter schwellender Zugbelastung bei 77 K;  $R=0,1$

\*) aus [Hübner 96], S. 37

Das Bruchbild des Kreuzverbundes ähnelt in der 0° Lage dem des UD Verbundes. Die Matrix ist zerrüttet und mit Längsrissen durchzogen. Vereinzelt treten auch hier glatte Faserbündelbrüche auf.

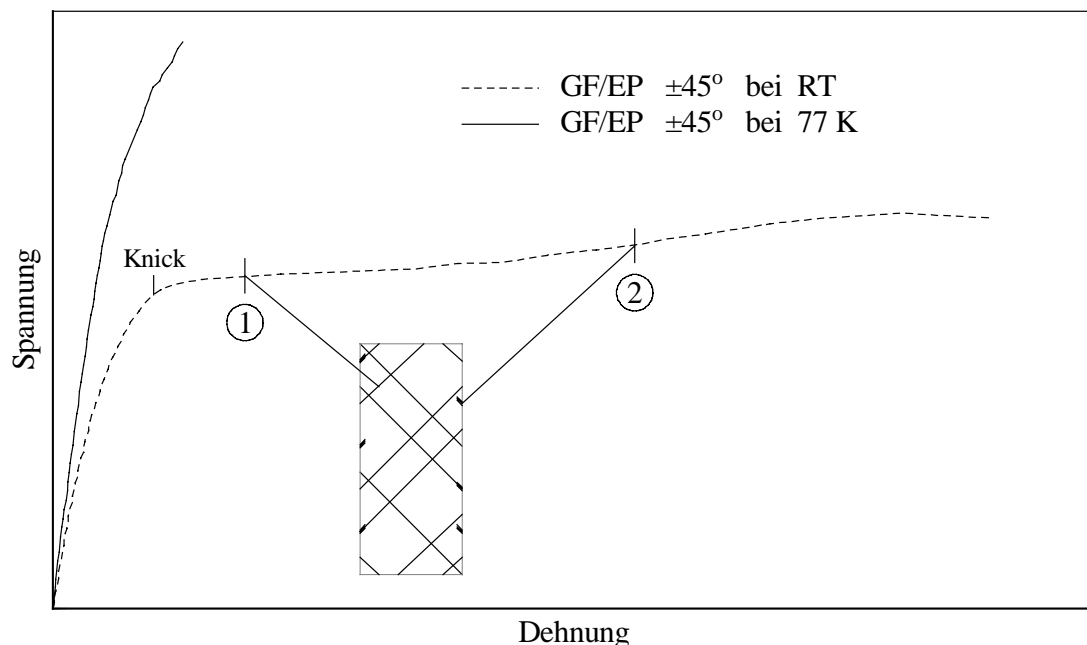
### 5.1.3 $[\pm 45^\circ]$ - Verbunde

#### Quasistatische Zugbelastung

In **Tabelle 5.5** sind die mechanischen und elastischen Kennwerte des unter  $\pm 45^\circ$  glasfaserverstärkten EP-Harzes aufgeführt. Die Daten bei RT beziehen sich auf den Knick im Spannungs-Dehnungs Diagramm aus **Abbildung 5.20**.

**Tabelle 5.5:** Mechanische Materialkennwerte von GF/EP  $\pm 45^\circ$  unter quasistatischer Zugbelastung bei RT und 77 K

	$\sigma_B$ [MPa]	$\epsilon_B$ [%]	E [GPa]	$\nu$ [-]
GF/EP Knick RT	$75,57 \pm 1,42$	$0,83 \pm 0,07$	$18,20 \pm 1,35$	$0,51 \pm 0,01$
GF/EP max RT	$84,96 \pm 6,71$	$5,86 \pm 1,07$		
GF/EP 77 K	$123,3 \pm 7,21$	$0,81 \pm 0,08$	$28,00 \pm 2,71$	$0,41 \pm 0,02$



**Abbildung 5.20:** Bruchverlauf von GF/EP  $\pm 45^\circ$  unter quasistatischer Zugbelastung bei RT und 77 K im Spannungs-Dehnungs-Diagramm

In **Abbildung 5.20** ist der qualitative Bruchverlauf bei RT und 77 K wiedergegeben. Nach einem kleinen linear-elastischen Bereich knickt die Kurve bei RT regelrecht ab.

Im weiteren Verlauf entstehen an der Stelle, die in **Abbildung 5.20** mit 1 bezeichnet ist, erste Delaminationen, die beim Durchleuchten der Probe sichtbar werden. Im Bereich des Punkt 2 sind am Rand der Probe Ablösungen der  $+45^\circ$ -Schicht von der  $-45^\circ$ -Lage zu beobachten. Im weiteren Verlauf vergrößern sich die Ablösungen ins Probeninnere hinein, bis es schließlich zum Probenbruch kommt.

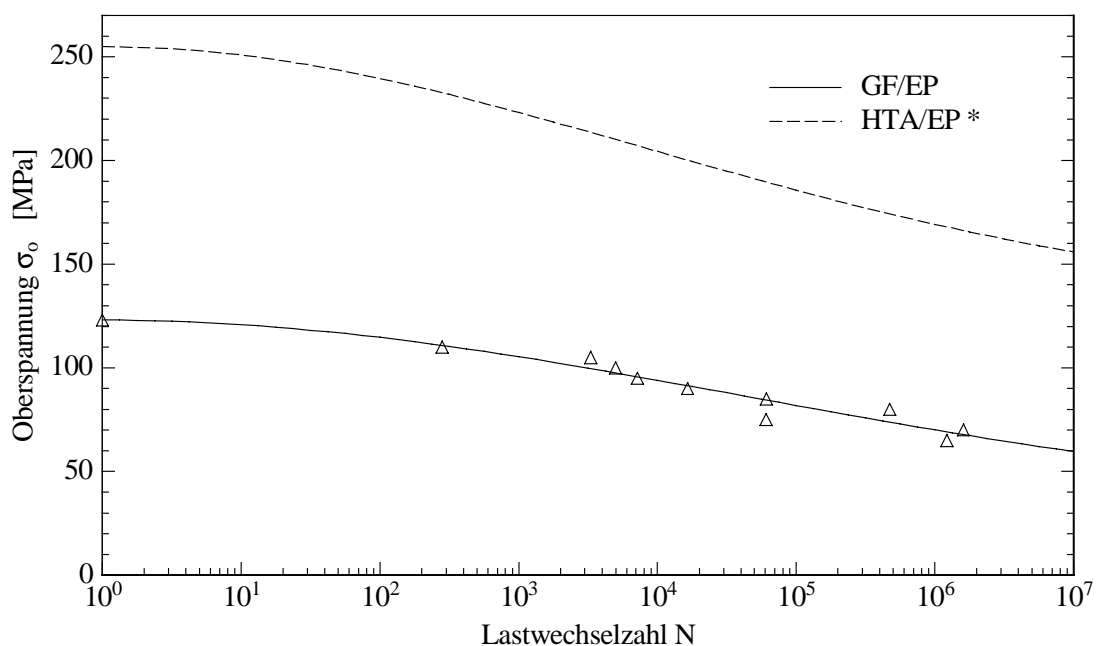


**Abbildung 5.21:** Bruchbild von GF/EP  $\pm 45^\circ$  unter quasi-statischer Zugbelastung bei 77 K

Bei Tieftemperatur ist der linear-elastische Bereich etwas größer, jedoch verformt sich der Kreuzverbund im weiteren Verlauf. Der plastische Bereich ist weit weniger ausgeprägt als bei RT, was aus der überwiegend matrixdominanten Beanspruchung bei einem  $\pm 45^\circ$  Verbund abzuleiten ist. Bei 77 K versteift und versprödet das EP-Harz, womit die interlaminare Scherfestigkeit verbunden mit der Bruchspannung zunimmt.

### Schwellende Zugbelastung

**Abbildung 5.22** zeigt die Wöhlerkurven der  $\pm 45^\circ$  verstärkten Verbunde, mit Glasfasern und Kohlefasern, unter zugschwellender Belastung. Obwohl die Beanspruchung des Materials überwiegend matrixdominant ist, verhält sich die Oberspannung  $\sigma_o$  des Kohlefaser-Kreuzverbundes im Vergleich zum glasfaserverstärkten im Verhältnis 2:1 und das praktisch über den gesamten Lastwechselbereich.

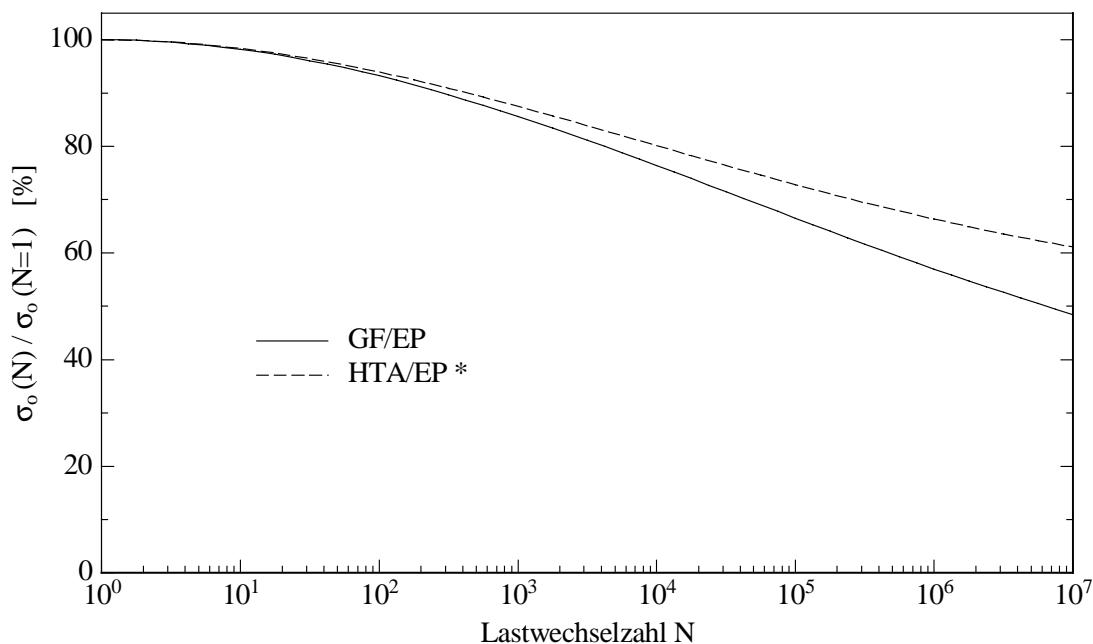


**Abbildung 5.22:**  $\sigma_o$ -N Diagramm verschiedener  $\pm 45^\circ$  Verbunde unter schwellender Zugbelastung bei 77 K; R=0,1

\*) aus [Hübner 96], S. 44



**Abbildung 5.23** verdeutlicht, dass die Degradation unter zyklischer Belastung der beiden Verbunde vom Betrag her ähnlich ist. Es sind die Wöhlerkurven, mit der auf die statische Festigkeit normierten Oberlast aufgetragen.



**Abbildung 5.23:** Normiertes  $\sigma_0$ -N Diagramm von  $\pm 45^\circ$  Verbunden unter schwellender Zugbelastung bei 77 K; R=0,1

\*) aus [Hübner 96], S. 44

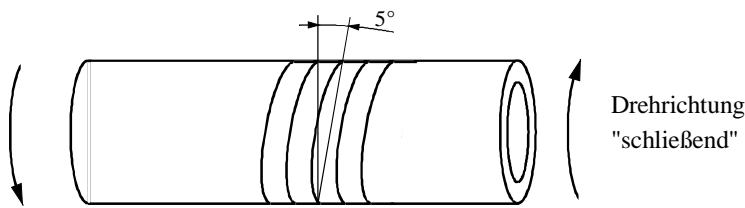
Das Bruchbild der zugschwellend belasteten GF/EP Proben ähnelt dem der quasistatisch geprüften. Es sind Delaminationen unter  $\pm 45^\circ$  zu beobachten und Ablösungen der einzelnen Lagen voneinander.

## 5.2 Versagensverhalten unter Scherbelastung

### 5.2.1 Unidirektionale Verbunde

#### Quasistatische Scherbelastung

Unter unidirektionalen Verbunden versteht man bei rohrförmigen Proben umfangsgewickelte Rohre. Die Produktion dieser Verbundrohre erfolgt durch Nasswickeln imprägnierter Faserbänder auf einen Dorn. Die Faserbänder sind 3 bis 6 mm breit. Um einen Wickelwinkel von  $90^\circ$  zu bekommen, müsste der Kern im Durchmesser unendlich groß sein. Der tatsächliche Wickelwinkel beträgt  $85^\circ$  zur Längsachse, was zwei Prüfrichtungen zulässt, „schließend“ oder „öffnend“, siehe **Abbildung 5.24**.



**Abbildung 5.24:** Eine der beiden Prüfrichtungen umfangsgewickelter GF/EP-Rohre

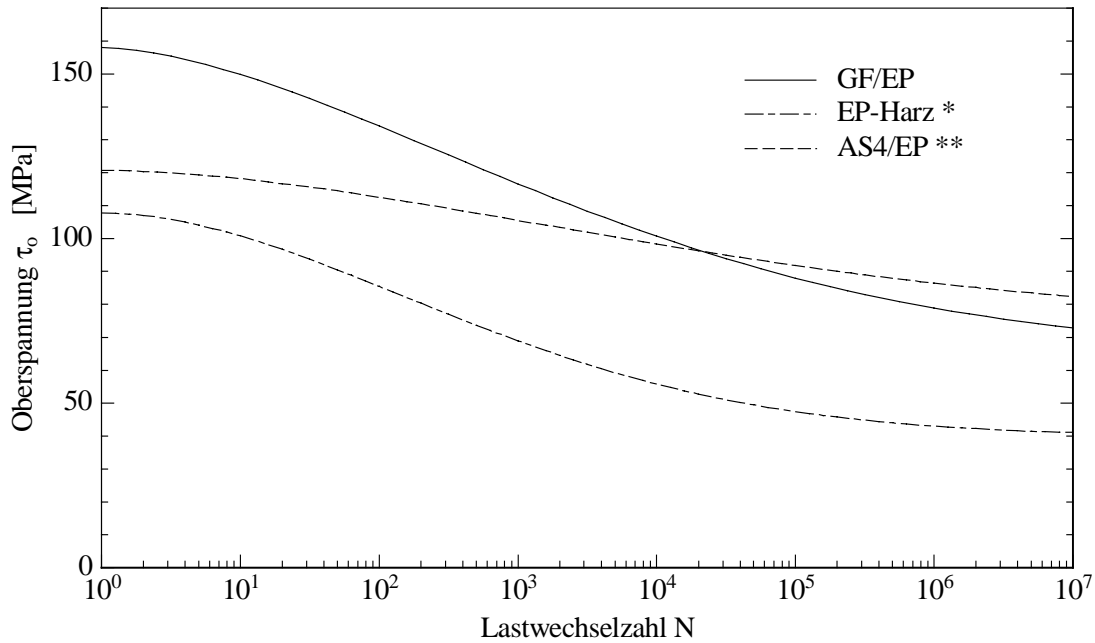
In **Tabelle 5.6** sind die elastischen und mechanischen Kennwerte bei RT und 77 K gegeben,  $\alpha -$  bedeutet „schließend“ geprüft. Bei RT erweist sich die „öffnende“ Drehrichtung als die weniger bruchfeste und zwar um rund 7 % geringere Bruchspannung.

**Tabelle 5.6:** Mechanische Materialkennwerte von GF/EP 85° Verbundrohren unter positiver und negativer quasistatischer Scherbelastung bei RT und 77 K

	$\tau_B$ [MPa]	$\gamma_B$ [mrad]	G [GPa]
GF/EP $\alpha -$ RT	$69,76 \pm 1,90$	$29,39 \pm 2,03$	$7,99 \pm 0,13$
GF/EP $\alpha +$ RT	$64,96 \pm 1,68$	$19,38 \pm 3,78$	$8,01 \pm 0,58$
GF/EP $\alpha -$ 77 K	$157,9 \pm 9,94$	$20,18 \pm 2,48$	$11,6 \pm 0,43$

### Schwellende Scherbelastung

Für die Ermittlung der Oberspannung über der Lastwechselzahl wurde ausschließlich die „schließende“ Drehrichtung gewählt. Die Wöhlerkurve wird in **Abbildung 5.25** mit dem entsprechenden kohlefaserverstärktem Kreuzverbund und dem unverstärkten EP-Harz verglichen. Die gesamte Kurve des reinen Harzes ist vom Niveau deutlich unter denen von GF/EP und CF/EP. Letzterer Verbund hat, verglichen mit dem Glasfaser-Material, zwar eine niedrigere statische Bruchlast, jedoch liegt das Dauerlastniveau darüber.

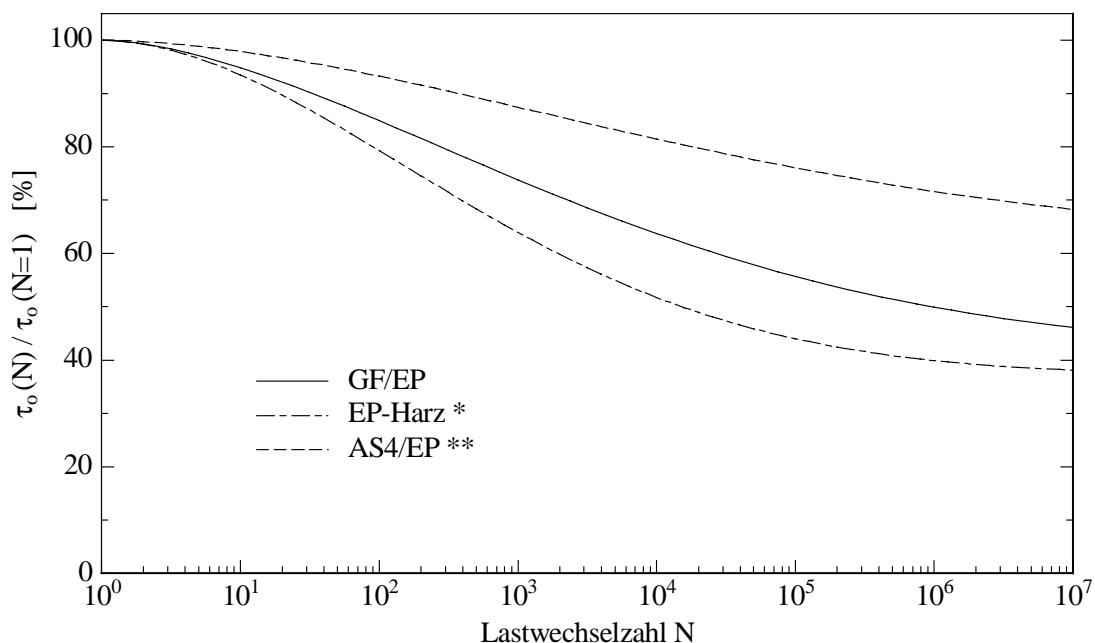


**Abbildung 5.25:**  $\tau_0$ – $N$  Diagramm von umfangsgewickelten Verbundrohren und unverstärktem EP-Harz unter schwellender Scherbelastung bei 77 K;  $R=0,1$

\*) aus [Hübner 96], S. 32

\*\*\*) aus [Pannkoke 92], S. 78

Wie stark die Materialien relativ zum statischen Bruchwert degradieren, zeigt **Abbildung 5.26**.

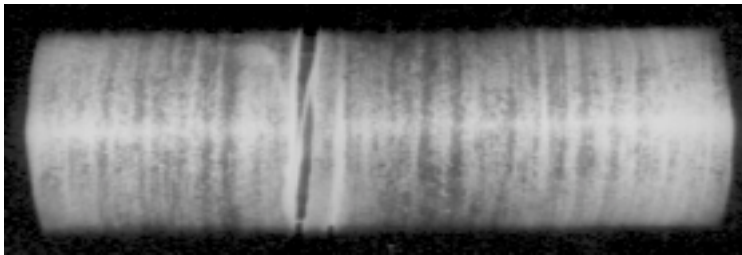


**Abbildung 5.26:** normiertes  $\tau_0$ – $N$  Diagramm von umfangsgewickelten Rohren und unverstärktem EP-Harz unter schwellender Scherbelastung bei 77 K;  $R=0,1$

\*) aus [Hübner 96], S. 32

\*\*\*) aus [Pannkoke 92], S. 78

Der Bruch des glasfaserverstärkten EP-Harzes erfolgt wie erwartet spontan, ohne dass sich einzelne Frühschäden optisch oder akustisch bemerkbar machen. Die Probe bricht an der schwächsten Stelle im Designraum und zwar parallel zur Faseranordnung, siehe **Abbildung 5.27**. Das Bruchbild einer quasistatisch tordierten Probe unterscheidet sich optisch nicht von der, die schwellend auf Scherung belastet wird. Die quer zur Längsachse sichtbaren Inhomogenitäten sind Luftporen, die bei der Herstellung eingeschlossen wurden.



**Abbildung 5.27:** Bruchbild eines umfangsgewickelten GF/EP Rohres bei 77 K

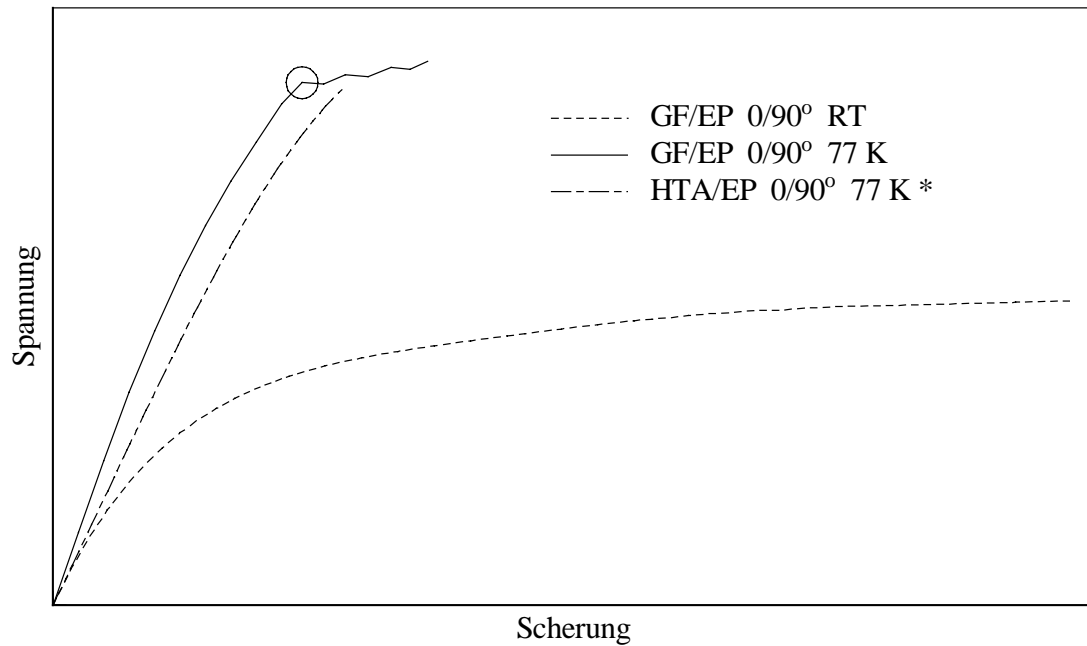
### 5.2.2 [0/90°] - Verbunde

#### Quasistatische Scherbelastung

In **Tabelle 5.7** sind die Materialkennwerte des 0/90°-GF/EP-Kreuzverbundes unter quasistatischer Belastung bei RT und 77 K aufgeführt. Bei RT konnte nach einer Tordierung der Rohrproben um ca. 50° kein Bruch erzielt werden! Bei Tieftemperatur liegen sowohl die mechanischen als auch die elastischen Kennwerte unter denen des UD-Verbundes. Der Verlauf der Spannung über der Scherung ist für GF/EP bei RT und 77 K und für CF/EP nur bei 77 K schematisch in **Abbildung 5.28** gezeigt.

**Tabelle 5.7:** Mechanische Materialkennwerte von GF/EP 0/90°-Verbundrohren unter quasistatischer Scherbelastung bei RT und 77 K

	$\tau_B$ [MPa]	$\gamma_B$ [mrad]	G [GPa]
GF/EP $\alpha$ – RT	kein Bruch	kein Bruch	$6,49 \pm 0,39$
GF/EP $\alpha$ – 77 K	$139,9 \pm 4,16$	$19,58 \pm 1,01$	$9,66 \pm 0,31$



**Abbildung 5.28:** Schematischer Bruchverlauf verschiedener 0/90° Verbundrohre unter quasistatischer Scherbelastung bei RT und 77 K im Spannungs-Scherungs-Diagramm

\*) aus [Hübner 96], S. 47

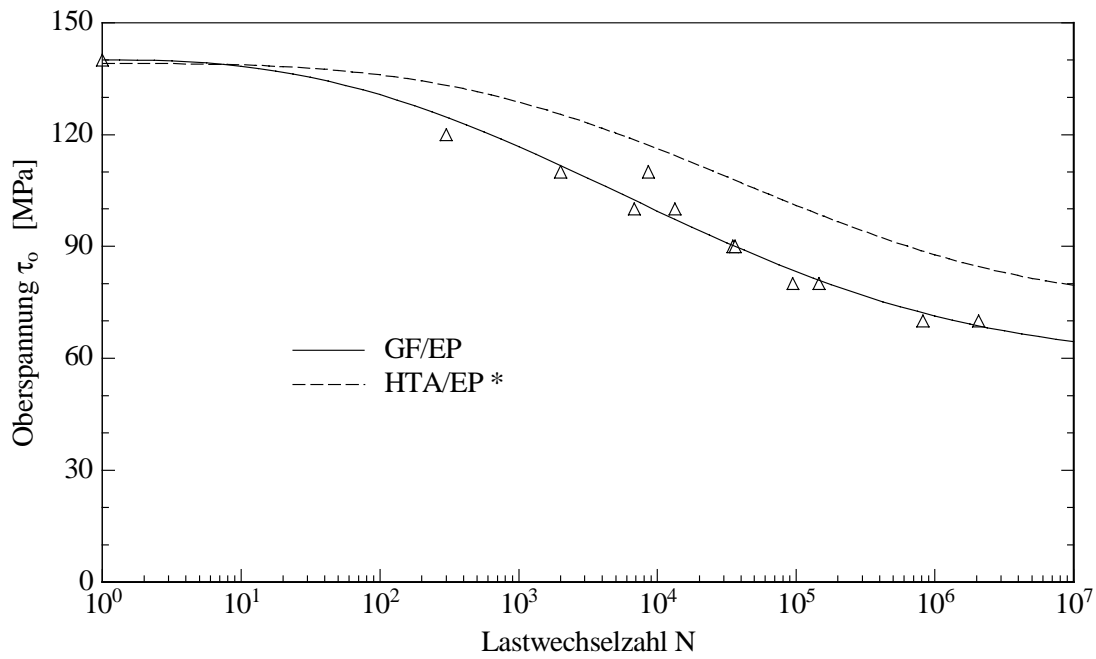
Bei RT ist für den GF/EP Verbund ein linear-elastischer Bereich nicht zu beobachten. Die Kurve verläuft von Anfang an degressiv und nähert sich asymptotisch einem Maximalwert. Ein Abfall der Kraft oder gar ein Bruch war nicht zu erzielen, statt dessen ist unter Scherung eine Art „Zerknirschen“ des 0/90° Rohres zu hören, was als Delaminationen und Matrixbrüche zu interpretieren ist.

Bei Tieftemperatur verhält sich der Kreuzverbund bedeutend steifer. Auch hier ist schon bei minimaler Scherspannung ein degressives Verhalten zu beobachten. Nach Erreichen einer bestimmten Scherspannung schließt sich an den „glatten“ Kurvenverlauf ein unstetiger Bereich an, der verschieden lang sein kann. Anders als bei RT kommt es hier zum Probenbruch, was gleichbedeutend mit dem Bruch der umfangsgewickelten Lagen ist. Jedoch, wurde für den in **Tabelle 5.7** ermittelten Mittelwert der Bruchspannung  $\tau_0$  das Ende des „glatten“ Kurvenverlaufes genommen.

Zur Schädigungsentwicklung ist zu bemerken, dass zuerst Delaminationen parallel zur Längsachse auftreten, welche im weiteren Verlauf des Versuches zunehmen. Erst später sind Delaminationen in der umfangsgewickelten Lage zu beobachten. Trotzdem es bei 77 K zu einem hörbaren und messbaren Bruch kommt, zerfällt der Verbund nicht.

### Schwellende Scherbelastung

Die Wöhlerkurven der 0/90° Kreuzverbunde aus GF/EP und CF/EP sind in **Abbildung 5.29** miteinander verglichen. Beide Materialien weisen eine identische quasistatische Bruchlast auf. Das Dauerlastniveau des glasfaserverstärkten EP-Harzes liegt rund 19 % unter dem des Kohlefaser-Verbundes.

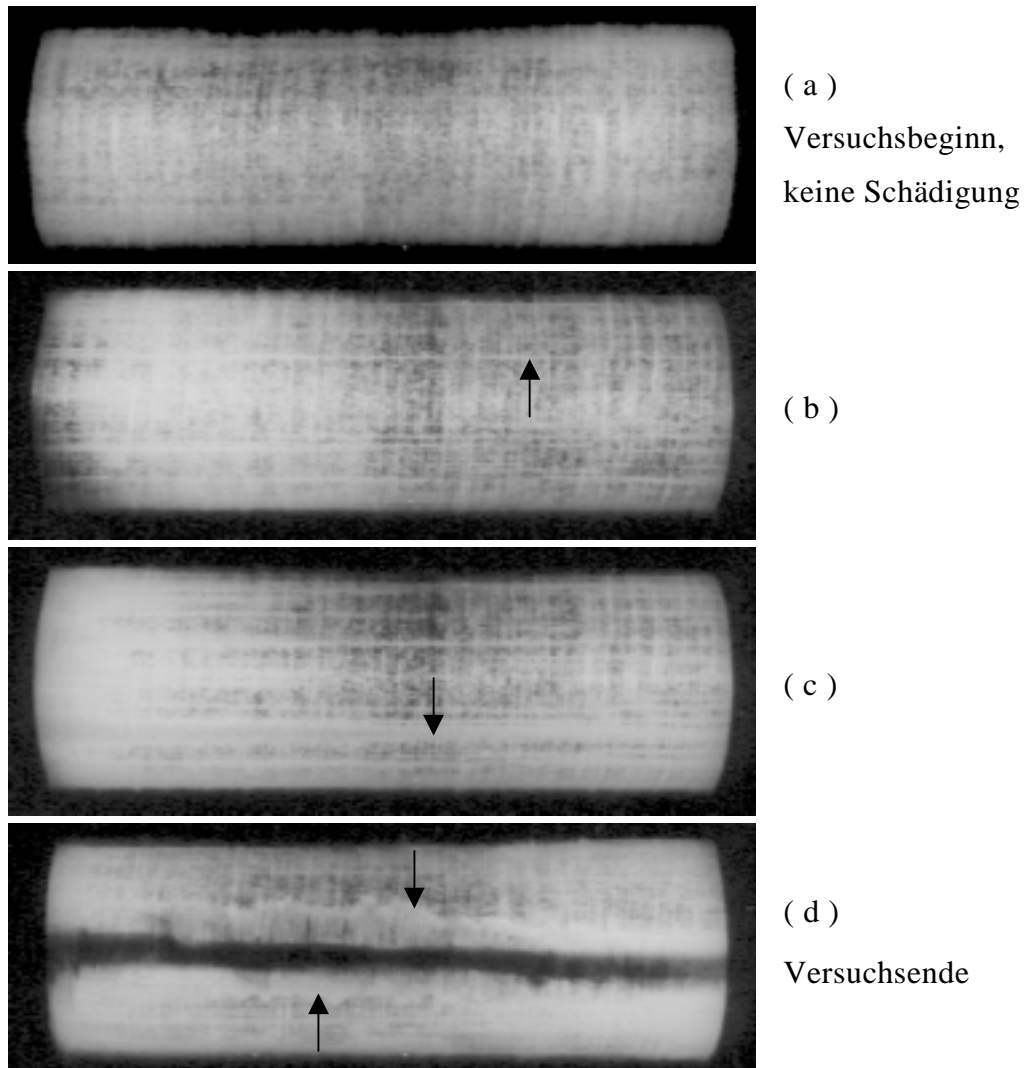


**Abbildung 5.29:**  $\tau_0$ -N Diagramm von 0/90° Verbundrohren unter schwellender Scherbelastung bei 77 K; R=0,1

\*) aus [Hübner 96], S. 48

Um die Schädigungsentwicklung während eines Ermüdungsversuches bei 77 K zu dokumentieren, sind in **Abbildung 5.30** verschiedene Schädigungs-Stadien dargestellt. Die Rohrproben wurden von innen beleuchtet und fotografiert. Die bei (a) vor Versuchsbeginn sichtbaren Inhomogenitäten quer zur Längsachse sind Luftporen, die bei der Herstellung eingeschlossen wurden.

In **Abbildung 5.30** (b) sind Delaminationen in der 0° Schicht gut zu erkennen. Im weiteren Verlauf wachsen diese parallel zur Probenlängsachse und es kommen weitere Delaminationen hinzu, siehe Rohrprobe (c). Das nächste Stadium in der Schädigungsentwicklung ist in **Abbildung 5.30** (d) zu erkennen. Durch die Degradation des Moduls gegen Ende des Versuches wird der Schwingweg immer größer. Dadurch kommt es beim Bruch der Probe zu massiven Delaminationen und sogar zur Ablösung der umfangsgewickelten Schicht von der 0°-Lage, was sich in dem dunklen Längsstreifen äußert. Ferner sind nun auch Delaminationen in der 0°-Schicht, ausgehend von der größten Schädigung der 90°-Lage, zu beobachten, in **Abbildung 5.30** (d) mit den beiden Pfeilen angedeutet.

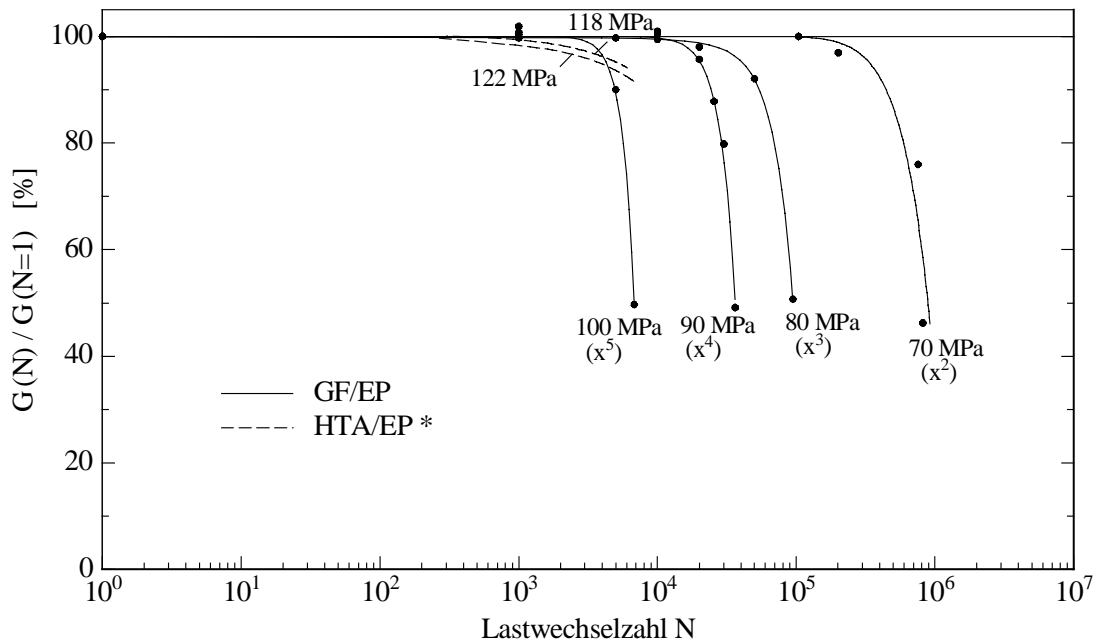


**Abbildung 5.30:** Delaminationswachstum in einem  $0/90^\circ$  GF/EP Verbundrohr unter schwellender Scherbelastung bei 77 K

Parallel zu den Aufnahmen wurde während des Ermüdungsversuches der Schubmodul in Abhängigkeit der Lastwechselzahl bestimmt. In **Abbildung 5.31** ist die Degradation im Vergleich zum kohlefaserverstärkten Kreuzverbund dargestellt.

Die Kurvenverläufe von GF/EP aus **Abbildung 5.31** sind durch ein Polynom angenähert. Unter der Kurve ist jeweils die Oberspannung und die Potenz des Polynoms angegeben. Je kürzer ein Versuch, das heißt je höher die Oberspannung ist, desto steiler fällt der Modul am Ende des Versuches ab, bei 100 MPa ist der Verlauf mit der fünften Potenz angenähert und bei 70 MPa nur noch mit der zweiten. Das bedeutet, je länger ein Versuch läuft, desto früher, relativ zum Versuchsende, deutet sich im Abfall des Moduls das Versagen des Verbundes an.

Die Kurvenverläufe von CF/EP hingegen sind bedeutend flacher. Zum einen ist die Moduldegradation viel früher als bei GF/EP zu beobachten und zum anderen fällt sie vom Betrag her wesentlich niedriger aus.



**Abbildung 5.31:** Schermodul-Degradation von verschiedenen 0/90° Verbundrohren gegen die Lastwechselzahl bei 77 K; R=0,1

\*) aus [Hübner 96], S. 48

### 5.2.3 [ $\pm 45^\circ$ ]- Verbunde

#### Quasistatische Scherbelastung

Die Materialkennwerte des unter  $\pm 45^\circ$  glasfaserverstärkten EP-Harzes bei RT und 77 K sind in **Tabelle 5.8** aufgeführt. Wie in Kapitel 3 beschrieben, ist der Kreuzverbund vierlagig und mittensymmetrisch aufgebaut. Das heißt die beiden Außenlagen des Querschnittes stehen je nach Drehrichtung unter Zug oder Druck, wobei die beiden Innenlagen genau anders belastet werden.  $\alpha$  – aus **Tabelle 5.8** ist gleichbedeutend mit einer Druckbelastung der beiden Außenlagen und Zugbeanspruchung der Innenlagen.

**Tabelle 5.8:** Mechanische Materialkennwerte von GF/EP  $\pm 45^\circ$  Verbundrohren unter positiver und negativer quasistatischer Scherbelastung bei RT und 77 K

	$\tau_B$ [MPa]	$\gamma_B$ [mrad]	G [GPa]
GF/EP $\alpha -$ RT	$370,7 \pm 18,2$	$23,68 \pm 0,68$	$15,83 \pm 1,40$
GF/EP $\alpha +$ RT	$228,3 \pm 4,6$	$14,60 \pm 1,26$	$16,57 \pm 0,81$
GF/EP $\alpha -$ 77 K	$518,0 \pm 50,9$	$26,65 \pm 1,73$	$19,47 \pm 1,04$
GF/EP $\alpha +$ 77 K	$292,4 \pm 28,5$	$16,35 \pm 1,04$	$18,39 \pm 0,46$



Ein Unterschied zwischen Raum- und Tieftemperatur war sicherlich zu erwarten. Jedoch beträgt die Bruchspannung unter  $\alpha +$  bei RT 38 % weniger als die unter  $\alpha -$ , bei 77 K sind es sogar 44 %.

Das Bruchbild der beiden Beanspruchungsrichtungen hat eine Gemeinsamkeit. Ein oder mehrere Faserbündel der unter Zugbeanspruchung stehenden Lage brechen, gleichgültig ob sich diese außen oder innen bezüglich des Querschnittes befinden. Entlang dieses gerissenen Faserbündels sind die Fasern, die unter Drucklast stehen, gebrochen. Zusätzlich kommt es zu Ablösungen der Zug- und Drucklagen untereinander. Dies zieht sich spiralförmig entlang der gesamten Rohrprobe.

Es ist schwer eine Aussage zu treffen, ob zuerst die unter Druck stehenden Fasern brechen und die Zuglage auf Grund dessen versagt, es ist jedoch naheliegend das zu vermuten. Liegt die Druckschicht außen bezüglich des Querschnittes, so können die gebrochenen Fasern ins freie Rohrinne oder nach außen ausweichen. Ist die Drucklage jedoch von den beiden Zuglagen eingeschlossen, wie bei  $\alpha +$ , so üben gebrochene Druckfasern eine Querkraft auf die Zugfasern aus, die daraufhin frühzeitig versagen. Beim Bruch der Längsfasern wird dann so viel Energie frei, dass einzelne Faserbündel aus dem Verbund heraustreten.

[Hübner 96] hat in seiner Dissertation auch vierlagige mittensymmetrische Kreuzverbunde unter  $\pm 45^\circ$  Faserverstärkung bei 77 K untersucht. Der Vergleich zu dem glasfaserverstärkten EP-Harz ist in **Tabelle 5.9** gegeben.

**Tabelle 5.9:** Vergleich der mechanischen Materialkennwerte von GF/EP und CF/EP  $\pm 45^\circ$  Rohren unter positiver und negativer quasistatischer Scherbelastung bei 77 K

	$\tau_B$ [MPa]	$\gamma_B$ [mrad]	Faserbeanspruchung
GF/EP $\alpha -$ 77 K	$518,0 \pm 50,9$	$26,65 \pm 1,73$	Außenlagen Druck Innenlagen Zug
GF/EP $\alpha +$ 77 K	$292,4 \pm 28,5$	$16,35 \pm 1,04$	Außenlagen Zug Innenlagen Druck
CF/EP $\alpha -$ * 77 K	$315 \pm 15$	$8,1 \pm 0,8$	Außenlagen Druck Innenlagen Zug
CF/EP $\alpha +$ * 77 K	$306 \pm 10$	$8,3 \pm 0,3$	Außenlagen Zug Innenlagen Druck

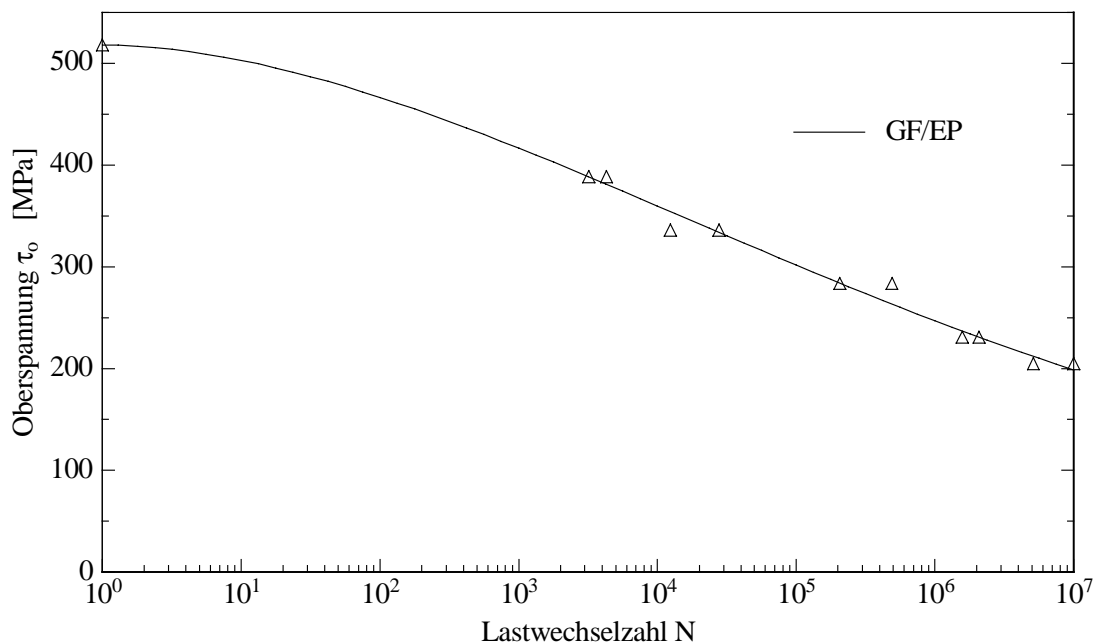
\*) aus [Hübner 96], S. 52

Im Vergleich ist zu erkennen, dass die  $\alpha +$  Beanspruchung des GF/EP und beide Belastungen des CF/EP in derselben Größenordnung bei etwa 300 MPa liegen. Bei der Drehrichtung  $\alpha +$  dringt sowohl bei GF/EP als auch bei CF/EP die unter Druck stehende Innenlage in die unter Zug belastete Außenlage, was zum frühzeitigen Bruch

führt. Bei der Drehrichtung  $\alpha$  – kann bei beiden Verbunden die Drucklage ins freie Rohrinne oder nach außen ausweichen, jedoch scheint dieser Bruch im Kohlefaserverbund eine größere Auswirkung zu haben. Dies könnte mit der wesentlich niedrigeren Querkzugfestigkeit von Carbonfasern begründet werden.

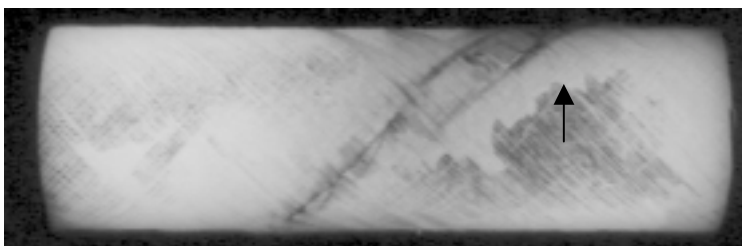
### Schwellende Scherbelastung

Für den Kreuzverbund GF/EP unter  $\pm 45^\circ$  ist in **Abbildung 5.32** die Wöhlerkurve dargestellt. Die Belastung erfolgte in  $\alpha$  – Richtung, das heißt, die Außenlage steht unter Druck- und die Innenlage entsprechend unter Zugbelastung. Im Verlauf von  $10^7$  Lastwechsel nimmt die Oberspannung auf rund 40 % ab. Auch nach zehn Millionen Lastwechseln kann nicht von einem Dauerlastniveau gesprochen werden. Vielmehr nimmt die Kurve die Gestalt einer fallenden Geraden an und deutet nicht auf einen asymptotischen Wert hin. Es liegt kein Vergleich zu einem Kohlefaserverbund vor.



**Abbildung 5.32:**  $\tau_0$ –N Diagramm von GF/EP  $\pm 45^\circ$  Verbundrohren unter schwellender Scherbelastung bei 77 K; R=0,1

Das Bruchbild hat mit dem der quasistatischen Belastung eines gemeinsam, nämlich den Bruch eines oder mehrerer Faserbündel, die unter Zug liegen, in diesem Fall in der



**Abbildung 5.33:** Bruchbild eines unter  $\pm 45^\circ$  gewickelten GF/EP Rohres unter schwellender Scherbelastung bei 77 K

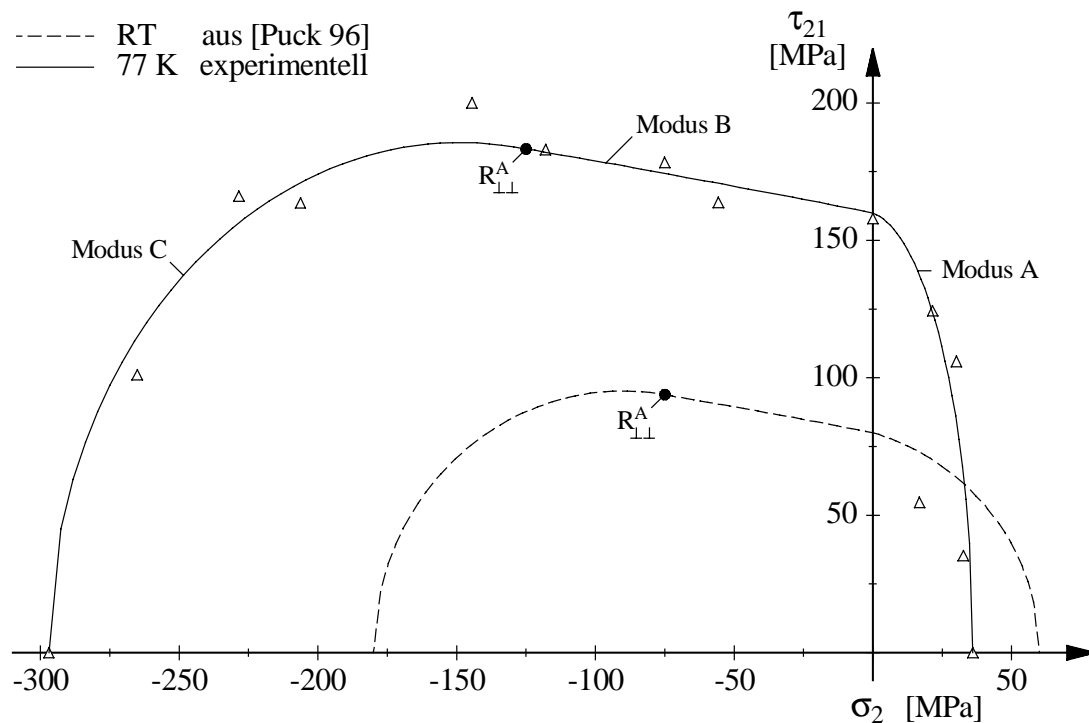
Innenlage. Jedoch ist der delaminierte Bereich um dieses Faserbündel herum bedeutend größer, in Abbildung 5.33 mit einem Pfeil hervorgehoben.

### 5.3 Versagensverhalten von GF/EP-UD unter biaxialer Belastung

Im Vordergrund stand zu überprüfen, inwiefern die „Bruchbedingungen der neuen Art“, wie sie [Puck 95, S. 60] nennt und aufstellt, für tiefe Temperaturen (77 K) gelten. Das besondere Augenmerk lag auf der Vergleichbarkeit der Bruch- und Neigungsparameter der Gesamtkurve bei RT und 77 K, die an die experimentellen Ergebnisse angepasst werden müssen.

#### Quasistatische biaxiale Belastung

Unter biaxialer Belastung ist bei dieser Versuchsreihe Torsion gepaart mit Zug oder Druck gemeint. Diese Beanspruchung lässt sich mit der zur Verfügung stehender Apparatur am besten mit umfangsgewickelten Rohren durchführen. In Anlehnung an Puck [Puck 95] wird im Folgenden die Zug- Druckspannung mit  $\sigma_2$  bezeichnet und die Scherspannung mit  $\tau_{21}$ , siehe auch Abschnitt 2.1.3.



**Abbildung 5.34:**  $\sigma_2 - \tau_{21}$  Bruchkurve für  $\sigma_1 = 0$  unter biaxialer Belastung bei RT aus [Puck 95] und bei 77 K experimentell ermittelt

In **Abbildung 5.34** ist die  $\sigma_2 - \tau_{21}$  für  $\sigma_1 = 0$  unter biaxialer Belastung mit glasfaserverstärktem Epoxydharz experimentell ermittelte Bruchkurve dargestellt. Mit den von Puck angegebenen Bruch- und Neigungsparametern ist zusätzlich die RT-Bruchkurve eingezeichnet [Puck 95, S. 123].

Für den Bereich  $\sigma_2 < 0$  ist beim Vergleich der Kurven zwischen Raum- und Tieftemperatur eine geometrische Ähnlichkeit zu erkennen. Für den Zug-/Torsionsbereich gilt diese Aussage nicht. Durch die Versprödung der Matrix bei 77 K wird ein frühzeitiges Versagen ausgelöst.

In **Tabelle 5.10** sind die von Puck angegebenen Bruch- und Neigungsparameter für GF/EP und CF/EP bei RT mit den experimentell ermittelten Werten von GF/EP bei 77 K verglichen.

**Tabelle 5.10** Vergleich der Bruch- und Neigungsparameter für GF/EP, zum einen für RT aus [Puck 95] S. 123 und zum anderen für 77 K experimentell ermittelt

		GF/EP bei RT aus [Puck 95]	GF/EP bei 77 K experimentell
$R_{\perp}^{(+)}$	Quer-Zugfestigkeit	60 MPa	36 MPa
$R_{\perp}^{(-)}$	Quer-Druckfestigkeit	180 MPa	297 MPa
$R_{\parallel}$	Quer/Längs-Schubfestigkeit	80 MPa	160 MPa
$p_{\perp\parallel}^{(+)}$	Neigungsmaß	0,3	0,4
$p_{\perp\parallel}^{(-)}$	Neigungsmaß	0,2	0,2
$p_{\perp\perp}^{(+)} = p_{\perp\perp}^{(-)}$	Neigungsmaß	0,15	0,16

Bis auf die Quer-Zugfestigkeit nehmen die mechanischen Kennwerte bei 77 K bezüglich der RT im selben Verhältnis zu. Somit ergeben sich auch dieselben Neigungsparameter für  $p_{\perp\parallel}^{(-)}$  und  $p_{\perp\perp}^{(+)} = p_{\perp\perp}^{(-)}$ . Auf Grund des frühzeitigen Versagens der Quer-Zugfestigkeit fällt die Bruchkurve im Modus A bei  $\sigma_2 = 0$  MPa steiler ab. Dadurch erhöht sich das Neigungsmaß  $p_{\perp\parallel}^{(+)}$ .

### Bruchbilder und –winkel unter Modus A, B und C Belastung

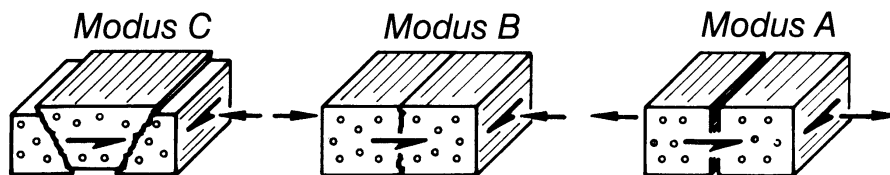
Bei der Betrachtung der Proben nach dem Versuch zeigen sich von der Belastung, Modus A, B oder C, abhängige Bruchbilder.

Unter Modus A Beanspruchung ist pro umfangsgewickeltem Probenrohr genau ein Bruch parallel zum Faserverlauf zu beobachten. Delaminationen, die den Verbund an dieser Stelle undurchsichtig machen würden, sind praktisch keine zu sehen.

Bei Modus B Belastung hingegen sind bis zu drei Brüche, jedoch mindestens zwei, im Designraum des Rohres zu sehen. Von diesen Bruchoberflächen gehen Delaminationen aus, nicht breiter als 2 mm. Im restlichen Bereich der Probe sind vereinzelt kleine Delaminationen zu beobachten, die aber nicht zum Bruch führen.

Die optisch stärksten Schäden treten unter Modus C Beanspruchung auf. Es gibt nur noch vereinzelt Bereiche, die durchsichtig sind, das heißt nicht delaminiert oder gebrochen sind. Zum Unterschied zu Modus B sind hier die Delaminationen wesentlich breiter, ca. zwei bis fünf Millimeter. Auch hier sind mindestens zwei Brüche pro Probenrohr zu sehen.

Laut [Puck 95] versagen die unidirektionalen Faserverbunde je nach biaxialem Beanspruchungsmodus bei Raumtemperatur unter verschiedenem Bruchwinkel, siehe **Abbildung 5.35**.



**Abbildung 5.35:** Schematische Darstellung der Bruchwinkel in Abhängigkeit von Modus A, B oder C Belastung; aus [Puck 95]

Während bei Modus A und B Belastung der Verbund unter rechtwinkliger Bruchoberfläche versagt, lässt sich der Winkel unter Modus C berechnen zu

$$\cos \theta_{fp} = \sqrt{\frac{R_{\perp\perp}^A}{-\sigma_2}} \quad (5.2)$$

$R_{\perp\perp}^A$  ist der Bruchwiderstand der Wirkebene, in **Abbildung 5.34** mit einem dicken Punkt markiert und  $\sigma_2$  die Druckspannung.

Die geprüften Verbundrohre sind mit einem Millimeter Wanddicke sehr dünn. Den Winkel an der Bruchoberfläche unter Modus C Belastung auszumessen wäre nicht aussagekräftig genug. Jedoch lässt sich mit Sicherheit beobachten, dass der Winkel mit steigender Druckspannung unter Modus C zunimmt. Ferner bestätigt sich die Aussage von Puck, dass der Bruchwinkel bei Modus A und B Beanspruchung auch bei Tieftemperatur  $90^\circ$  beträgt.

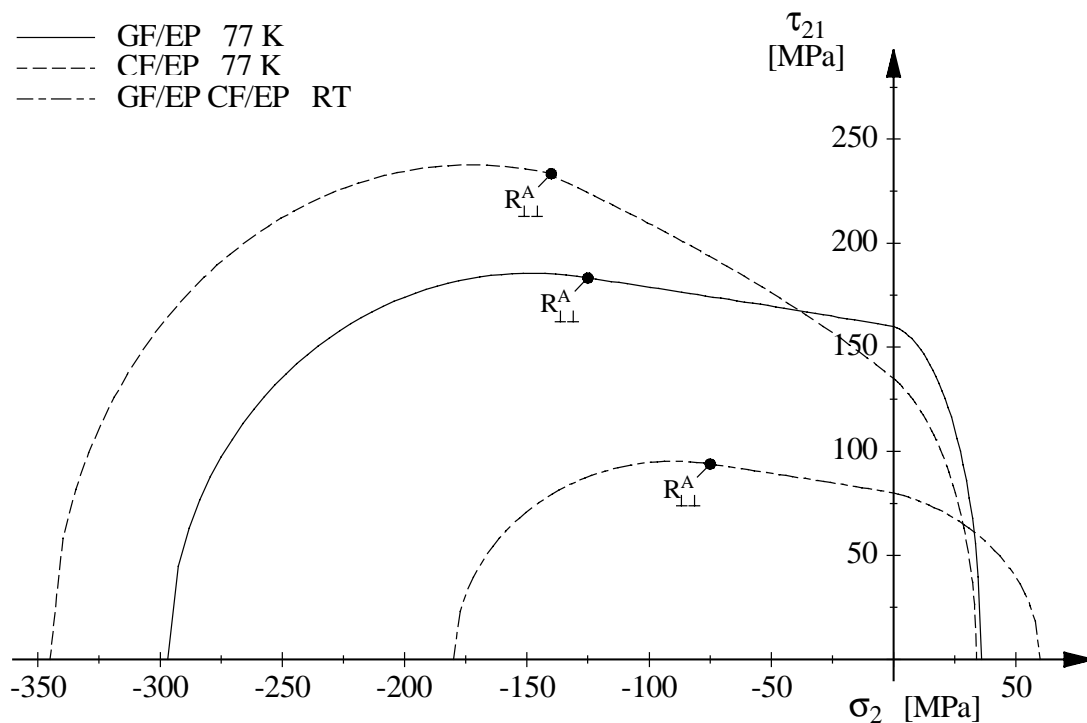
### Vergleich der biaxialen Bruchkurve von GF/EP mit CF/EP

Bei Raumtemperatur sind die Bruch- und Neigungsparameter von CF/EP denen von GF/EP sehr ähnlich. Für 77 K wurden sie experimentell ermittelt und in **Tabelle 5.11** gegenübergestellt.

**Tabelle 5.11** Vergleich der Bruch- und Neigungsparameter für GF/EP und CF/EP bei 77 K experimentell ermittelt und die für RT von [Puck 95, S. 123]

		GF & CF/EP RT	GF/EP 77 K	CF/EP 77 K
$R_{\perp}^{(+)}$	Quer-Zugfestigkeit	60 MPa	36 MPa	34 MPa
$R_{\perp}^{(-)}$	Quer-Druckfestigkeit	180 MPa	297 MPa	345 MPa
$R_{\perp\parallel}$	Quer/Längs-Schubfestigkeit	80 MPa	160 MPa	135 MPa
$p_{\perp\parallel}^{(+)}$	Neigungsmaß	0,3	0,4	1
$p_{\perp\parallel}^{(-)}$	Neigungsmaß	0,2	0,2	0,95
$p_{\perp\parallel}^{(+)} = p_{\perp\parallel}^{(-)}$	Neigungsmaß	0,15	0,16	0,76

Die Quer-Zugfestigkeit erreicht mit 34 MPa einen ähnlich niedrigen Wert wie der Glasfaser-Verbund und liegt somit unter dem RT Niveau. Eine Steigerung der Quer-Druckfestigkeit verbunden mit einer Verminderung der Quer/Längs-Schubfestigkeit bewirkt, dass die Neigungsparameter von CF/EP vollkommen andere Werte annehmen. Wie die gesamte Bruchkurve unter biaxialer Belastung aussieht, zeigt **Abbildung 5.36**.



**Abbildung 5.36:**  $\sigma_2 - \tau_{21}$  Bruchkurve für  $\sigma_1 = 0$  unter biaxialer Belastung bei 77 K für CF/EP und GF/EP experimentell ermittelt

Unter Modus C ist der Verlauf der Bruchkurve von CF/EP mit der von GF/EP bei 77 K und der RT-Kurve noch vergleichbar, jedoch bei Modus B Beanspruchung ist der Einfluss der Druckspannung auf die überlagerte Scherspannung enorm groß.

### **Schlussfolgerungen**

Für glas- und kohlefaserverstärktes Epoxydharz lassen sich die experimentell ermittelten Bruchspannungswerte bei 77 K mit den Gleichungen für Modus A, B und C an eine Gesamtkurve angleichen. Dabei entsprechen die von [Puck 95, S. 123] für Raumtemperatur angegebenen Neigungsparametern den experimentell ermittelten von GF/EP bei 77 K. Bei CF/EP jedoch weichen sie so stark ab, dass nur noch eine grundsätzliche Ähnlichkeit der Kurven besteht.

## 6 Wasserstoffinduzierte Änderung des Versagensverhaltens

Bedingt durch die Recourcenknappheit ist es erforderlich, in der Automobiltechnik und in der Luft- und Raumfahrt fossile Brennstoffe durch andere Energieträger zu ersetzen. Die vielversprechendste Alternative scheint zur Zeit Wasserstoff zu sein, der am umweltschonendsten ist, da zum einen das Verbrennungsprodukt Wasserdampf ist und er zum anderen aus erneuerbaren Energien (Solarenergie) gewonnen werden kann [Barclay 96].

Für die Speicherung von Wasserstoff kommen vier Möglichkeiten in Frage:

- chemisch in Metallhydriden [Buchner 82],
- physikalisch durch Adsorption an Metallen [Baumberger 86],
- komprimiert in Gasflaschen oder
- verflüssigt in Kryobehältern bei 20 K [Cox 77].

Im Automobilbereich wurden bereits einige Projekte mit verschiedenen Arten der Bereitstellung von Wasserstoff durchgeführt: mit Metallhydriden [Vandenborre et al. 96], mit komprimiertem Gas [Ciancia et al. 96] und mit flüssigem H<sub>2</sub> [Peschka 87]. Das kommt zu dem Schluss, dass Gasflaschen mit komprimiertem H<sub>2</sub> auf Grund ihres hohen Volumens und Gewichts und vor allem weil von den unter Druck stehenden Behältern eine potentielle Gefahr ausgeht, nicht in Frage kommen [Das 96]. Metallhydride weisen ein zu hohes Gewicht auf und sind deshalb ebenfalls wenig geeignet. Williams schlägt einen inneren Aluminiumbehälter für verflüssigten Wasserstoff vor, der magnetisch aufgehängt ist und kaum Wärmeverluste hat und einen äußeren Behälter aus Faserverbundwerkstoffen, der den inneren vor Zerstörung im Falle eines Unfalles schützt [Williams und Spond 80].

In der Luft- und Raumfahrt bleibt wegen den oben genannten Gründen nur die Alternative des flüssigen Wasserstoffs übrig. Dieser hat im Vergleich zu Kerosin zwar nur  $\frac{1}{4}$  der Energie pro Volumen, aber 3 mal so viel Energie pro Masse, was ein bedeutender Effekt ist [Canfer und Evans 98]. Ein Konsortium mehrerer Firmen entwickelt und baut ein Wasserstoff betriebenes Flugzeug [Cryoplane].

Besonders bei Flugzeugen und Raketen ist es von enormer Bedeutung Gewicht zu sparen, was durch den Leichtbau der Kraftstoffbehälter möglich ist. Dafür ist von den Metallen Aluminium und Magnesium geeignet, jedoch weisen Faserverbundwerkstoffe ein günstigeres Verhältnis bezüglich der Festigkeit pro Dichte auf. Wo der Einfluss von Wasserstoff auf Metalle und deren Legierungen hinlänglich untersucht ist, klafft eine Lücke bei faserverstärkten Polymeren. Nur wenige Daten wurden bislang publiziert.



Burkhart hat glasfaserverstärktes Epoxydharz (GF/EP) 4 und 16 Stunden lang in flüssigem  $H_2$  gelagert und fand im Druck- und Biegeversuch keinen Einfluss [Burkhart und Klippel 74].

Brink und Chamberlain machten in den sechziger Jahren vergleichende Versuche mit GF/EP bei Raumtemperatur, bei 77 K mit flüssigem Stickstoff und bei 20 K mit flüssigem Wasserstoff [Brink 62], [Chamberlain et al. 64]. Getestet wurde das Material unter Zug und Biegung, wobei die Proben mit den flüssigen Gasen abgekühlt wurden, ohne dass sie vorher dem Medium ausgesetzt waren. Im Zugversuch fand eine stetige Steigerung der Bruchspannung von RT hin zu 20 K statt. Im Biegeversuch war das gleiche bis 77 K zu beobachten, wobei die Bruchspannung bei 20 K tiefer lag als bei 77 K, jedoch immer noch höher als bei RT. Es ist nicht geklärt, ob dieser Effekt der Tieftemperatur oder dem Wasserstoff zugeschrieben werden kann. Ferner fehlt die Angabe der Art und Anordnung der verstärkenden Fasern und des Härter des zwei-Komponenten Epoxydharzes. Aus diesem Grund kann auch das Ergebnis der Ermüdungsversuche, die bei 20 K schlechtere Eigenschaften als bei 77 K oder RT zeigten, nicht eindeutig interpretiert werden.

Evans publizierte seine Ergebnisse über Kohlefasergewebe mit Epoxydharz, die vergleichend in gasförmigem Stickstoff, Sauerstoff und Wasserstoff gelagert wurden, bei Temperaturen von jeweils 193 K und 373 K [Evans et al 90 b]. Im Drei-Punkt-Biegeversuch wurde die Bruchspannung, Bruchdehnung und der E-Modul bestimmt. Im Abstand von 4, 13 und 26 Wochen wurden die Proben der jeweiligen Atmosphäre entnommen. Es zeigten sich in den Materialkennwerten keinerlei Abweichungen, weder bei 193 K noch bei 373 K. Das heißt, ein Einfluss von Stickstoff, Sauerstoff oder Wasserstoff auf den Verbund existiert nicht oder kann mit dieser Prüfmethode nicht ermittelt werden.

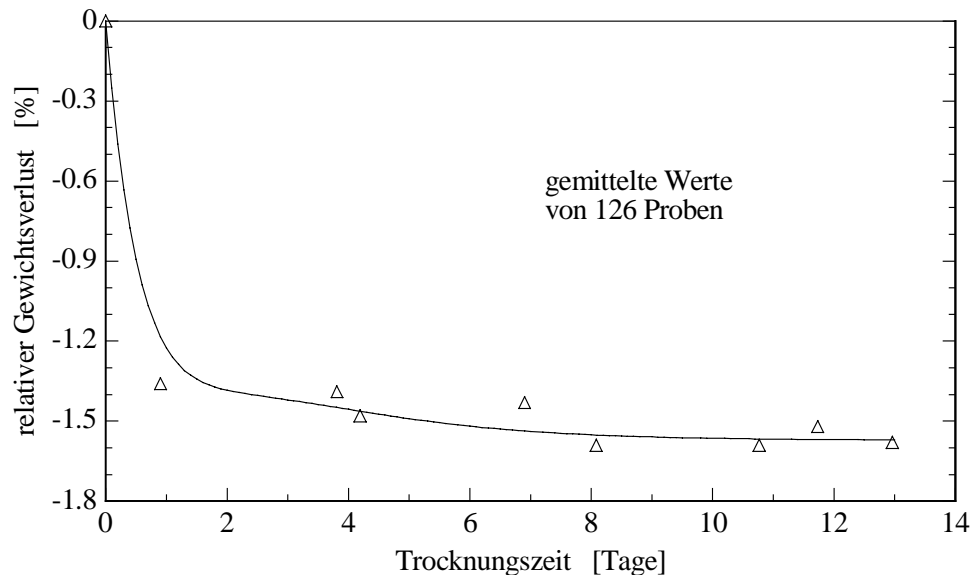
Es besteht weiterhin großer Bedarf an Daten über den Einfluss von Wasserstoff auf Faserverbundwerkstoffe, da diese Leichtbau-Materialien wegen ihres geringen Gewichtes für den Einsatz als Kryobehälter prädestiniert sind.

Für die in dieser Arbeit vorgestellte Versuchsreihe wurde unidirektional glasfaserverstärktes Epoxydharz (GF/EP) ausgewählt. Im Abstand von einem Monat wurden quasistatische Zugversuche bei Raumtemperatur und 77 K und zugschwellende Ermüdungsversuche bei 77 K mit Flachproben durchgeführt. Die Dauer der Einlagerung von Proben in Wasserstoff betrug 1 bis 6 Monate.

## 6.1 Vorkonditionierung der Proben

Ziel war es zu erfahren, ob Wasserstoff die Materialeigenschaften der Glasfasern zum einen und des EP-Harzes zum anderen verändert. Hierfür wurde der gesamte Probenumfang wie in Abschnitt 4.3 beschrieben vorbereitet. Anschließend wurden die

Proben bei 80 °C 13 Tage lang im Vakuumofen getrocknet, um den Einfluss des im Harz eingelagerten Wasser zu minimieren. Der relative Gewichtsverlust betrug 1,57 %. Diese Abnahme erfolgt ausschließlich durch Abdampfen von Wasser. 1,57 % ist für einen Glasfaser-Verbund ein hoher Wert [Rohrbacher und Ellyin 98]. Dass nach 13 Tagen der Trocknungsvorgang weitgehend abgeschlossen ist, zeigt **Abbildung 3.1**.



**Abbildung 6.1:** Relativer Gewichtsverlust

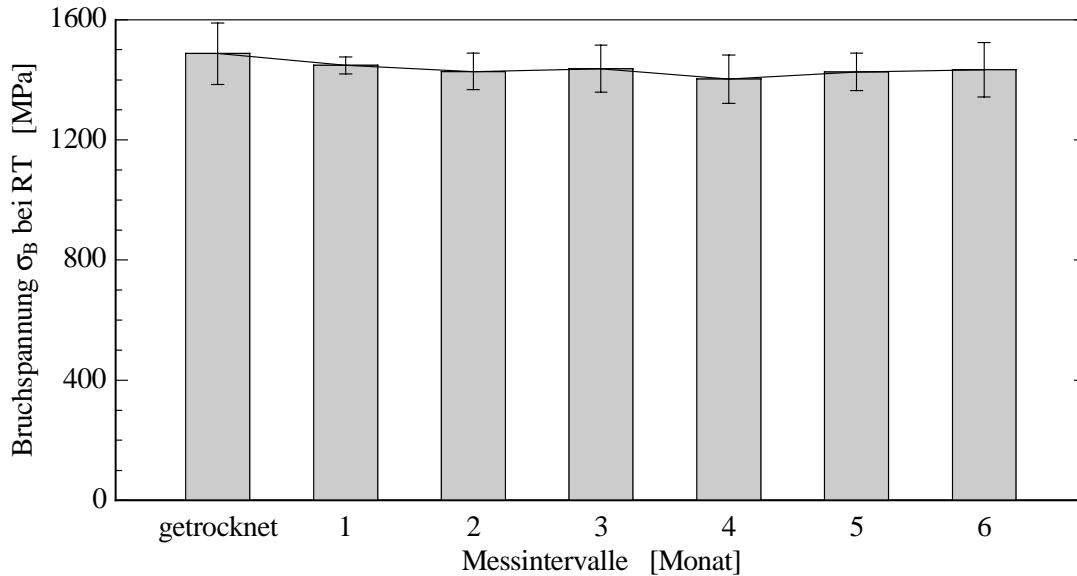
Anschließend wurden die Proben entsprechend des späteren Prüfdatums in Röhren eingelagert, die nach ausreichender Evakuierung mit Wasserstoffgas bei einem Druck von ca. 1 bar geflutet wurden. Um den Einfluss von flüssigem Wasserstoff auf die Proben zu untersuchen, sind die Sicherheitsbestimmungen äußerst umfangreich, so dass eine Prüfung im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich war.

Abschließend wurden die Röhren mit Proben auf 80 °C aufgeheizt, um die chemische Aktivierungsenergie einer Reaktion zwischen dem Faserverbund und dem Wasserstoff zu erhöhen.

## 6.2 Quasistatische Zugbelastung bei Raumtemperatur

### Bruchspannung

In **Abbildung 6.2** ist die Entwicklung der Bruchspannung und der Standardabweichung nach der verschiedenen langen Einlagerung der Proben in Wasserstoff dargestellt. Eine signifikante Änderung der Bruchspannung über den Zeitraum von 6 Monaten ist nicht zu erkennen. Im Durchschnitt beträgt  $\sigma_B$  etwa 1450 MPa.



**Abbildung 6.2:** Entwicklung der Bruchspannung  $\sigma_B$  bei RT von GF/EP UD nach der Einlagerung in gasförmigem Wasserstoff

In **Tabelle 3.1** sind die Werte der Bruchspannung der nicht vorkonditionierten Proben aus Kapitel 5 denen der getrockneten gegenübergestellt.

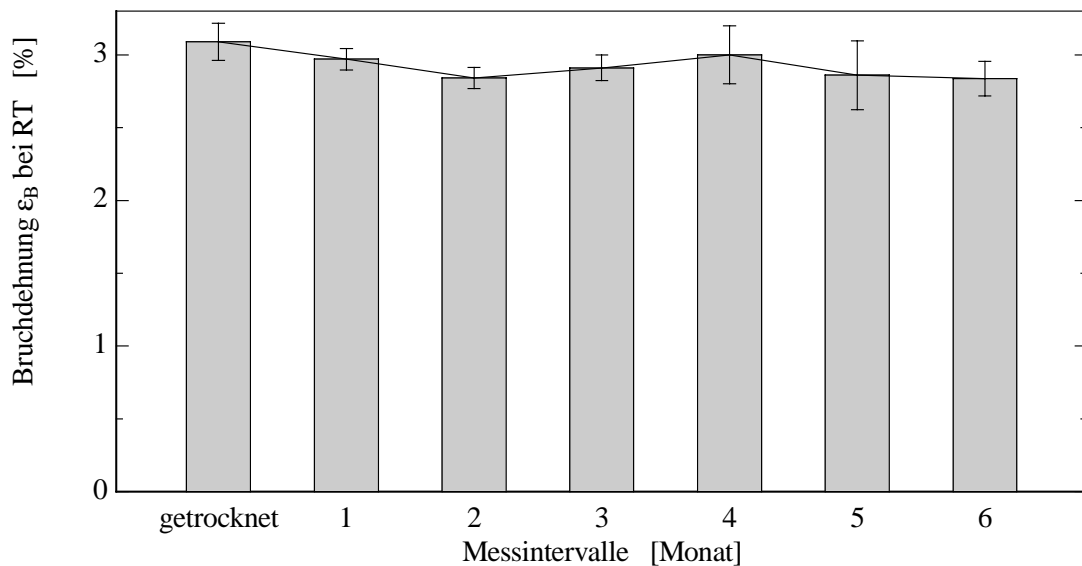
**Tabelle 6.1:** Vergleich der Bruchspannung von nicht vorkonditioniertem und getrocknetem GF/EP UD

	nicht vorkonditioniert	getrocknet
Bruchspannung $\sigma_B$ bei RT	1321 MPa	ca. 1450 MPa

Die Trocknung des glasfaserverstärkten Epoxydharzes verursacht eine Steigerung der Bruchspannung um rund 10 %, was nicht als signifikante Änderung betrachtet werden kann, zumal die Versuche mit verschiedenen Chargen durchgeführt wurden.

### Bruchdehnung

In **Abbildung 6.3** ist die Entwicklung der Bruchdehnung nach der verschieden langen Einlagerung der Proben in Wasserstoff dargestellt.



**Abbildung 6.3:** Entwicklung der Bruchdehnung  $\epsilon_B$  bei RT von GF/EP UD nach der Einlagerung in gasförmigem Wasserstoff

Ein eindeutiger Auf- oder Abwärtstrend der Bruchdehnung ist nach sechs Monaten nicht zu beobachten. Die statistische Schwankung ist etwas stärker ausgeprägt als bei der Bruchspannung, was aber keinen eindeutigen Schluss auf einen Wasserstoffeinfluss auf das Material zulässt.

Gegenüber den nicht vorkonditionierten Proben aus Kapitel 5 steigt die Bruchdehnung um rund 7 %, was aber ebenfalls nicht signifikant ist.

Bei etwa gleichbleibender Bruchspannung und -dehnung innerhalb von sechs Monaten der Lagerung in gasförmigem Wasserstoff ist zu erwarten, dass sich der E-Modul lediglich innerhalb der Schranken der statistischen Schwankung bewegt, was sich im Experiment bestätigt.

Aus diesen Ergebnissen lässt sich sagen, dass die Einlagerung der Verbundproben in Wasserstoff auf die quasistatischen Eigenschaften bezüglich der Beanspruchung in Faserlängsrichtung bei Raumtemperatur keinen Einfluss hat. Das heißt die Spuren von Wasser, die sich auf der Glasfaseroberfläche nach der Herstellung befinden und durch das Trocknen nicht entfernt werden, können durch den eindiffundierenden Wasserstoff nicht entfernt oder substituiert werden. Die Fasern brechen bei Raumtemperatur frühzeitig unter dem Einfluss der Spannungsrissskorrosion (siehe auch Abschnitt 2.3.3).

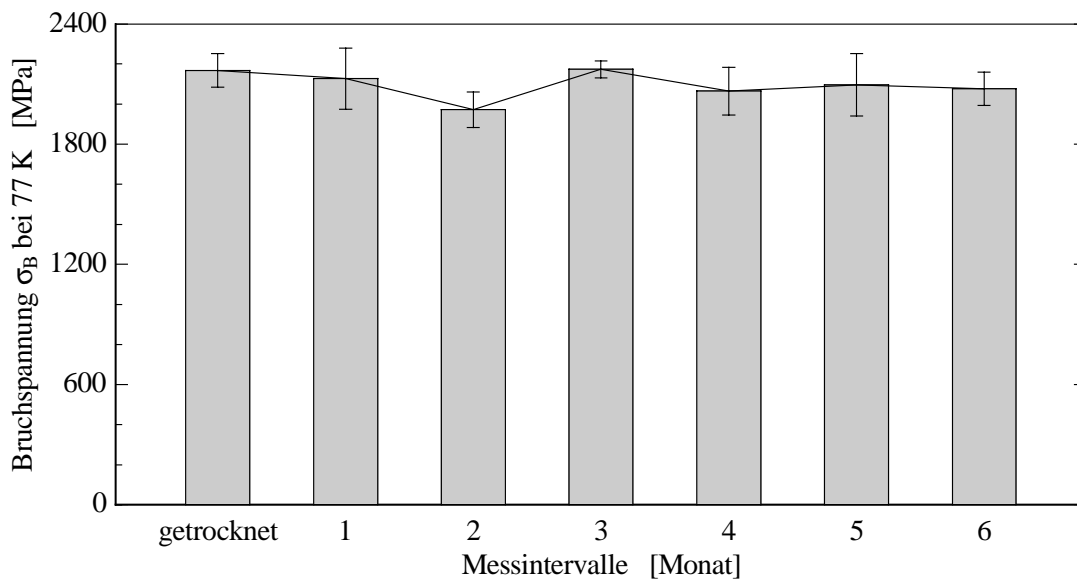
Ob sich die Materialeigenschaften des Epoxydharzes geändert haben, kann auf Grund der Versuche bei RT nicht geklärt werden, da der Einfluss der Matrix auf obige Kennwerte äußerst gering ist.

### 6.3 Quasistatische Zugbelastung bei 77 K

Bei Tieftemperatur (77 K) sind die selben Versuche durchgeführt worden wie bei Raumtemperatur.

#### Bruchspannung

Aus **Abbildung 6.4** kann abgeleitet werden, dass die Bruchspannung bei Tieftemperatur nach 6 Monaten den gleichen Wert einnimmt wie die der Ausgangsmessungen, der getrockneten Proben. Für den äußerst niedrigen Wert nach 2 Monaten konnte keine Erklärung gefunden werden.



**Abbildung 6.4:** Entwicklung der Bruchspannung  $\sigma_B$  bei 77 K von GF/EP UD nach der Einlagerung in gasförmigem Wasserstoff

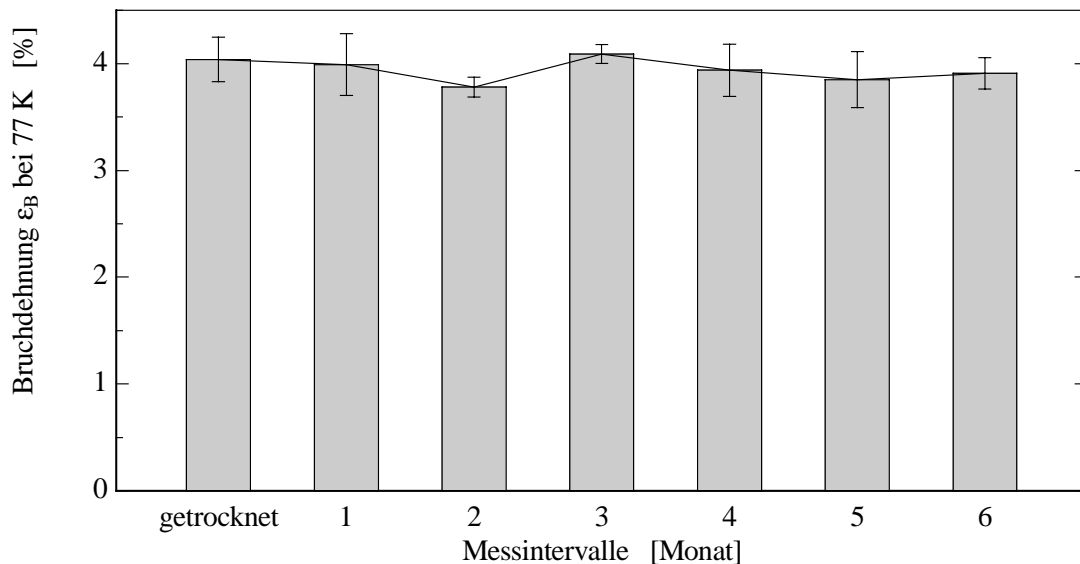
Der Vergleich aus **Tabelle 6.2** zu den nicht vorkonditionierten Proben aus Kapitel 5 zeigt praktisch keinen Unterschied bezüglich der Bruchspannung.

**Tabelle 6.2:** Vergleich der Bruchspannung von nicht vorkonditioniertem und getrocknetem GF/EP UD

	nicht vorkonditioniert	getrocknet
Bruchspannung $\sigma_B$ bei 77 K	2050 MPa	ca. 2100 MPa

## Bruchdehnung

**Abbildung 6.5** zeigt die Bruchdehnung bei 77 K über einen Zeitraum von sechs Monaten. Wie auch bei der Spannung nach zwei Monaten ist die Dehnung ungewöhnlich niedrig, wofür keine Begründung gefunden werden konnte.



**Abbildung 6.5:** Entwicklung der Bruchdehnung  $\epsilon_B$  bei 77 K von GF/EP UD nach der Einlagerung in gasförmigem Wasserstoff

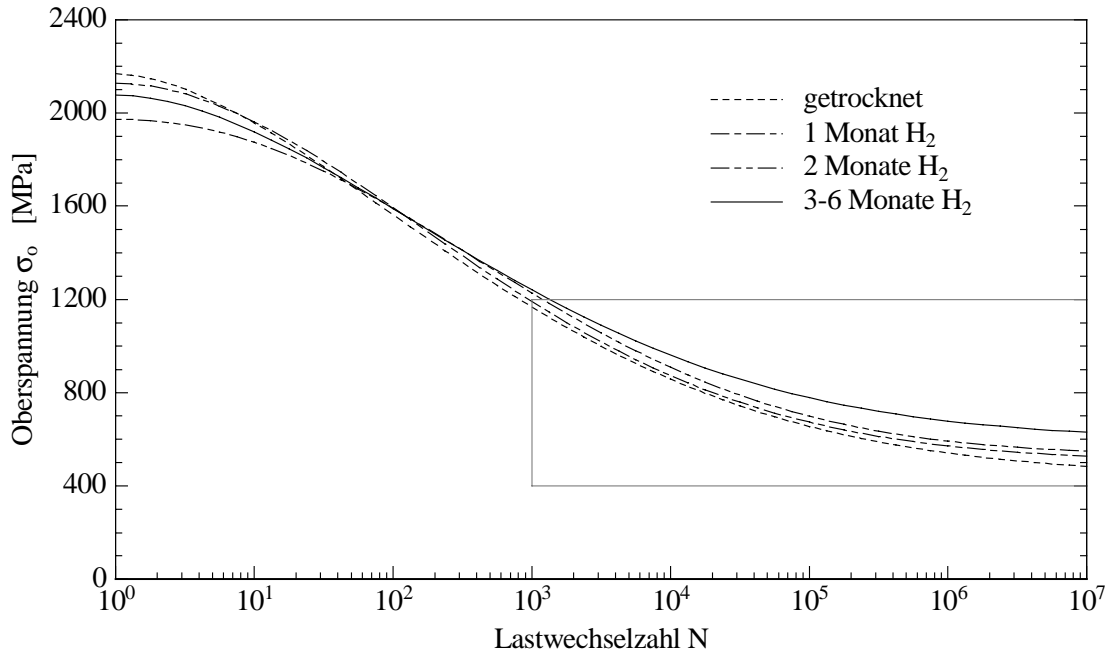
Aus den quasistatischen Zugversuchen bei Tieftemperatur (77 K) geht ein praktisch konstanter E-Modul hervor.

## Zusammenfassung der quasistatischen Zugversuche

Sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 77 K ist ein Einfluss von gasförmigem Wasserstoff auf glasfaserverstärktes Epoxydharz bei oben beschriebener Versuchsanordnung auszuschließen. Diese Aussage bezieht sich lediglich auf die mechanischen und elastischen Kennwerte wie Bruchspannung und -dehnung sowie den E-Modul. Bekräftigt wird dies durch das Betrachten der Bruchbilder, die sich von den nicht vorkonditionierten Proben praktisch nicht unterscheiden. Im Wesentlichen betrifft diese Schlussfolgerung die Glasfasern, da der Einfluss der Matrix zu gering ist, um die Materialkennwerte zu verändern.

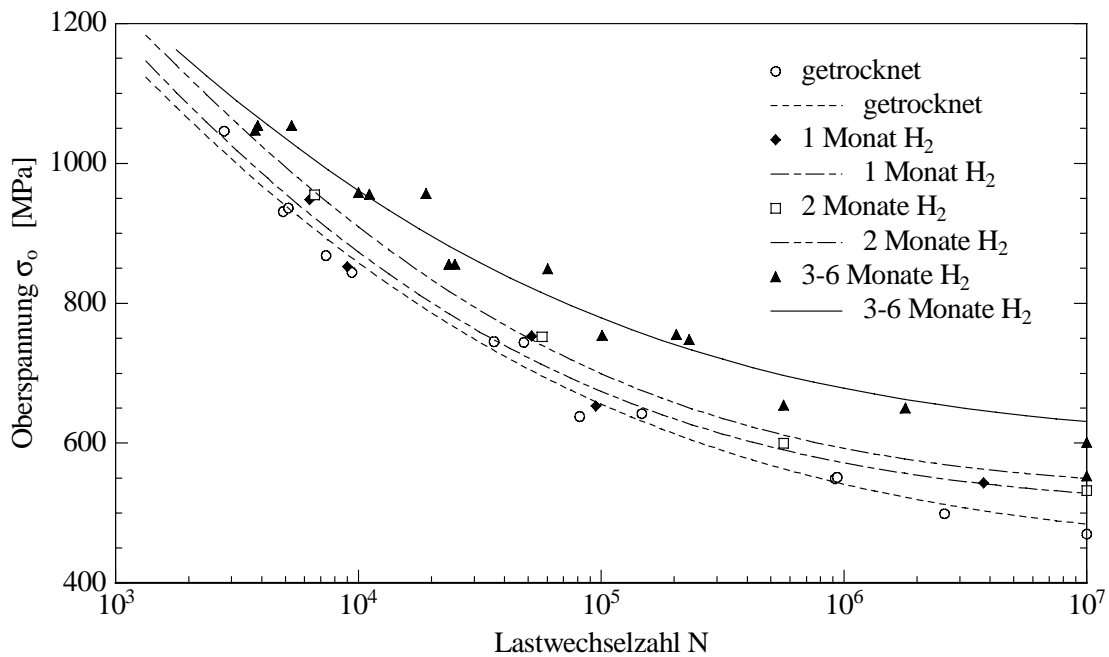
## 6.4 Schwellende Zugbelastung bei 77 K

Auch bei dieser Art der Beanspruchung wurden Proben verschieden lang in gasförmigem Wasserstoff bei 80 °C gelagert und bei 77 K geprüft. **Abbildung 6.6** zeigt die Entwicklung des Dauerfestigkeitsniveaus über den gesamten Lastwechselbereich bis zehn Millionen Schwingungen in Abhängigkeit der Einlagerungszeit.



**Abbildung 6.6:** Entwicklung der Dauerfestigkeit bei 77 K von GF/EP UD nach der Einlagerung in gasförmigem Wasserstoff;  $R=0,1$

Der in **Abbildung 6.6** markierte Ausschnitt ist in **Abbildung 6.7** vergrößert dargestellt.



**Abbildung 6.7:** Ein Ausschnitt aus Abbildung 6.6

Die Proben, die eine Schwingspielzahl von 10 Millionen erreicht haben, sind Durchläufer, das heißt bei Versuchsende war kein Schaden an der Probe mit freiem Auge sichtbar.

Wie in **Abbildung 6.7** zu sehen ist, steigt das Dauerlastniveau von GF/EP mit der Einlagerungszeit in gasförmigem Wasserstoff bei 80 °C signifikant an. Bereits nach drei Monaten beträgt die Schwingfestigkeit 631 MPa, was verglichen mit dem Ausgangswert von 484 MPa einer **Zunahme um 30 %** entspricht, siehe auch **Tabelle 6.3**.

**Tabelle 6.3:** Vergleich des Dauerlastniveaus  $\sigma_D$  bei 77 K nach  $10^7$  Lastwechsel nach unterschiedlicher Einlagerungszeit in gasförmigem Wasserstoff bei 80 °C

Prüftemp. = 77 K	$\sigma_D$ bei $N = 10^7$	Zunahme
getrocknet	484 MPa	–
1 Monat	528 MPa	9 %
2 Monate	550 MPa	14 %
3-6 Monate	631 MPa	<b>30 %</b>

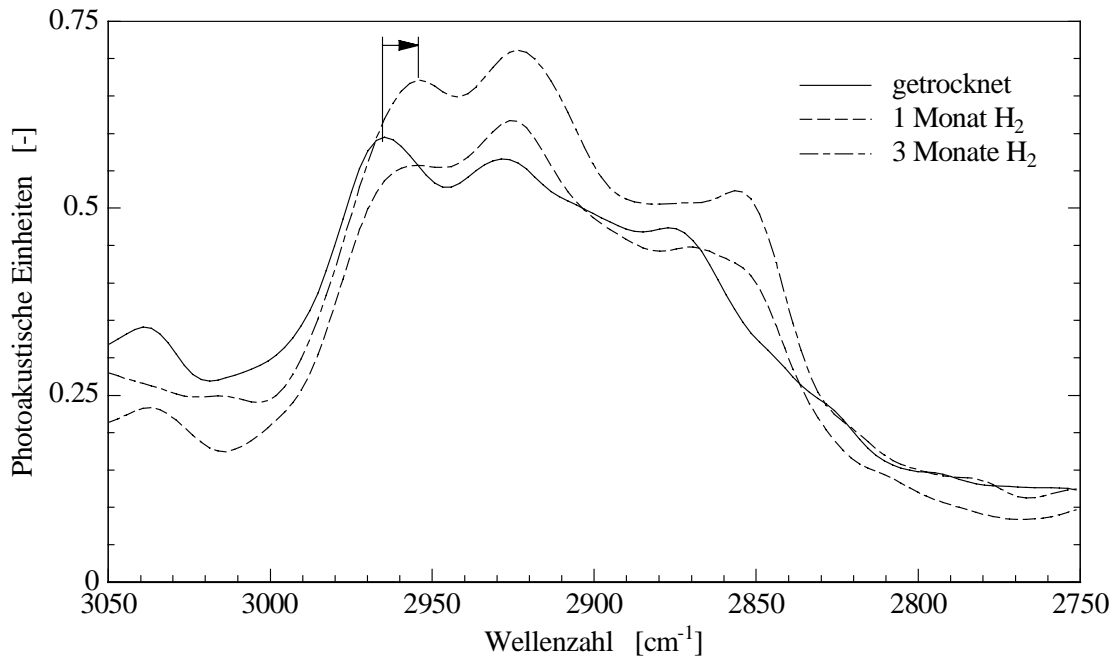
Der Verlauf der Wöhlerkurven nach drei bis sechs Monaten Einlagerungszeit findet auf praktisch dem selben Niveau statt. Der Sprung des Dauerlastniveaus von zwei nach drei Monaten ist wesentlich größer als zwischen dem ersten und zweitem Monat. Das mag an der geringeren Probenanzahl nach einem und zwei Monaten liegen. Die Wöhlerkurve basiert hier auf nur fünf Messungen.

## 6.5 Infrarotspektroskopie

Aus den Ermüdungsversuchen lässt sich ableiten, dass Wasserstoffgas einen Einfluss auf die Schwingfestigkeit von GF/EP hat. Da sich die Materialeigenschaften der Glasfasern nicht verändern, was die quasistatischen Versuche bei Raumtemperatur und 77 K bewiesen haben, ist der Einfluss nur beim EP-Harz zu suchen. Laut Seifritz und Heissler könnte Wasserstoff Doppelbindungen im Harz spalten und ein Kohlenstoffatom geht eine Verbindung mit zwei Wasserstoffmolekülen ein [Seifritz], [Heissler].

Das Aufbrechen von Doppelbindungen ist in der Regel mit Hilfe der Infrarotspektroskopie nachweisbar. In **Abbildung 6.8** ist ein Ausschnitt des aufgenommenen Wellenspektrums von GF/EP Proben, die unterschiedlich lange im gasförmigen Wasserstoff bei 80° C gelagert waren, dargestellt.





**Abbildung 6.8** Entwicklung des Wellenspektrums im Bereich 2750-3050  $\text{cm}^{-1}$  von GF/EP UD nach der Einlagerung in gasförmigem Wasserstoff

Der Vergleich der Kurven deutet auf eine Spaltung von Doppelbindungen hin, kann aber aus zwei Gründen nicht mit Sicherheit bestätigt werden. Zum einen hat das Harz eine sehr komplexe Struktur, was eine Vielzahl von Schwingungen zulässt, was bedeutet, dass der Einfluss der Doppel- bzw. Einzelbindungen nicht klar zum Ausdruck kommt. Zum anderen befinden sich herstellungsbedingt Verunreinigungen im Verbund, die auch von der Infrarotspektroskopie erfasst werden und das Wellenspektrum überlagert.

## 6.6 Diskussion

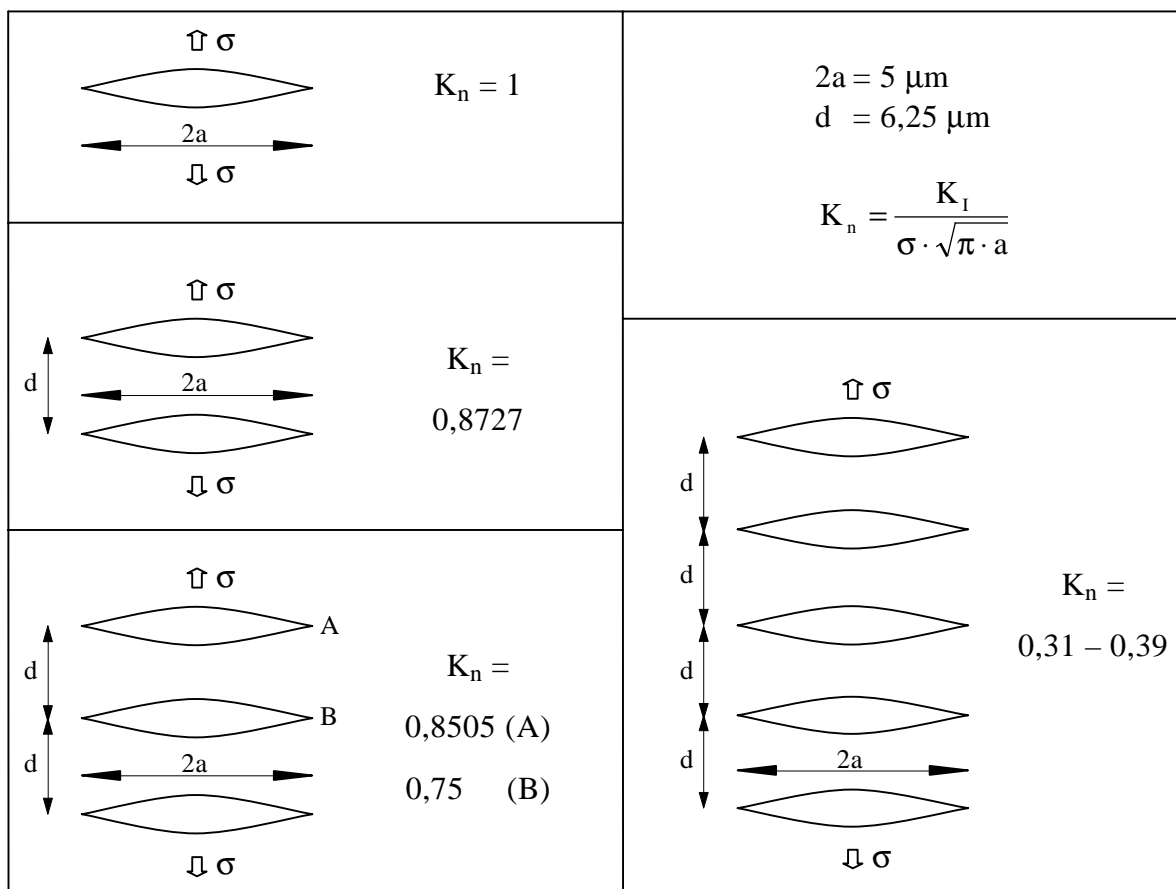
Während die quasistatischen Zugversuche bei Raumtemperatur und 77 K keinen Einfluss des Wasserstoffs auf GF/EP gezeigt haben, was aber nur einen Schluss auf die Glasfasern zulässt, ist eine Veränderung der Materialeigenschaften bei schwellender Belastung nachweisbar. Das Dauerlastniveau steigt durch den Einfluss des  $\text{H}_2$  um 30 %. Wie sind die verbesserten Ermüdungseigenschaften zu erklären?

Von zahlreichen Arbeiten ist bekannt, dass Metalle und deren Legierungen unter Einfluss von Wasserstoff verspröden z. B. [Felfeli 86] und [Oriani 85]. Epoxyd-Harz ist weder chemisch noch physikalisch mit Metallen vergleichbar. Jedoch unter der Annahme, dass auch hier eine Materialversprödung eintritt, ist der Anstieg des Dauerlastniveaus erklärbar.

Während eines Ermüdungsversuches entstehen eine Vielzahl von Matrix-Querrissen, die lokal eine zusätzliche Belastung in der Faser verursachen wenn sie auf diese

treffen. Oder der Riss wird parallel zur Faser in die Grenzschicht umgeleitet, was zur Matrixablösung von der Faser führt. Dies geschieht umso eher, je duktiler die Matrix ist. Wie die REM Aufnahmen aus Abschnitt 5.1.1 zeigen, ist die Zerrüttung der Matrix einerseits und die Grenzschichtablösung andererseits der versagensauslösende Prozess von GF/EP UD bei tiefen Temperaturen.

Versprödet nun die Matrix unter Wasserstoffeinfluss, so begünstigt das die Bildung von Querrissen, die an ihrer Rissspitze einen deutlich niedrigeren Spannungsintensitätsfaktor ( $K_n$ -Faktor) aufweisen, als ein Einzel-Querriss, siehe **Abbildung 6.9**, aus [Murakami 87].



**Abbildung 6.9:** Normierte K-Faktoren für einzelne und mehrere Querrisse in homogenem Material aus [Murakami 87]

Die Bildung vermehrter Querrisse verbraucht zum einen Bruchenergie und zum anderen ist die lokale Belastung auf die Faser durch den niedrigeren Spannungsintensitätsfaktor deutlich vermindert, was eine reduzierte Faserschädigung zur Folge hat. Ist jedoch ein kritisches Niveau an Rissdichte erreicht, so tritt das Versagen des Verbundes ein, was aber bei höherem Lastniveau geschieht als bei nicht Wasserstoff-exponierten Proben.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass Wasserstoffgas auf keinen Fall die quasistatischen und Ermüdungseigenschaften von GF/EP UD vermindert, sondern verbessert. Zwar versprödet vermutlich die Matrix mit der Dauer der Einlagerung in  $H_2$ , aber im Fall der Faserverbundwerkstoffe wirkt sich das auf die Schwingfestigkeit positiv aus. Die Steigerung des Dauerlastniveaus müsste auch bei Verwendung anderer Fasern nachweisbar sein, da dieser Prozess matrixkontrolliert ist, jedoch war dies im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich.

## 7 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Tieftemperatur- und Wasserstoffeinfluss auf glasfaserverstärktes Epoxyd-Harz (GF/EP) untersucht. Hierzu wurden quasistatische und schwellende Zug- und Torsionsversuche bei Raum- und Tieftemperatur durchgeführt.

### Einspannmethode

Die herkömmliche Prüfmethode nach DIN EN ISO 527, der aktuellen internationalen Norm, hat sich für unidirektional glasfaserverstärkte Kunststoffe bei 77 K als nicht anwendbar erwiesen. Als Alternativen zum Fixieren eines Aufdopplers am Probenende wurden folgende Möglichkeiten in Betracht gezogen:

- Verbesserung der Verbindung durch verschiedene Klebstoffe, wie z. B. Zwei-Komponenten-Kleber oder Sekundenkleber,
- doppelseitiges Klebeband,
- Aufschmelzen eines Aufdopplers mittels Ultraschall,
- Verbinden mittels Vibrationsschweißen,
- Verschweißen mit Hilfe von Mikrowellen,
- Anlösen der Matrix durch Ameisensäure und
- Aufschmelzen eines Aufdopplers im Autoklaven.

Obwohl das Lösungsmittelkleben durch Ameisensäure die besten Scherspannungswerte lieferte, reichten diese nicht aus, um das Verbund-Material bei tiefen Temperaturen zu prüfen. Es wurde eine mechanische Lösung gefunden, die darauf beruht, Schleifgewebe bei quasistatischen Versuchen aufzulegen und bei dynamischen Schwingversuchen zusätzlich aufzukleben. Damit ist es gelungen, ein Ablösen des Aufdopplers von der Probenoberfläche vor dem Bruch des Verbundes zu vermeiden.

Der Faserbruch erfolgt ausschließlich zwischen den Spannbacken und nicht in der Einspannung. Es treten zwar Faserbrüche in der Nähe der Backen auf, aber das ist bei einem unidirektional verstärkten Faser-Verbund zu erwarten. Somit sind die ermittelten Zugfestigkeitswerte und die zugehörigen Bruchdehnungen als Materialkennwerte zu betrachten.

Ferner wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Spannbacke entwickelt, die das Ermitteln der Materialkennwerte von Glasfaser-Verbund-Werkstoffen, insbesondere bei tiefen Temperaturen, erleichtert.

### Tieftemperatur-Versagensverhalten

Die Bruchspannung von unidirektionalem (UD) Glasfaser-Epoxydharz (GF/EP) beträgt bei quasistatischer Zugbelastung etwa 2 GPa. Damit liegt sie um rund 50 % über der bei Raumtemperatur. Hier beeinflusst die Spannungsrisskorrosion das Bruchverhalten der Glasfasern, indem die Festigkeit herabgesetzt wird. Bei 77 K sind die schädigenden Prozesse regelrecht eingefroren. Entsprechend hoch ist die Tieftemperatur-Bruchdehnung mit über 4 %, womit Glasfaser-Verbunde die höchste Dehnung unter den Faser-Verbunden einnehmen.

Nach dem quasistatischen Zugversuch ist der Probenkörper regelrecht zerpinselt. Das liegt an der enorm hohen Bruchdehnung von über 4 %. Die gespeicherte Energie in den Fasern ist proportional zu dem Quadrat der Dehnung, sodass bei einem Riss einer Faser viel Energie frei wird. Da bei Raumtemperatur die Dehnung geringer ist, ist der Verbund gröber zerpinselt.

Während des quasistatischen Zugversuches wurde das Maß der inneren Schädigung, wie Matrix-Querrisse oder Delaminationen, bestimmt. Da das unverstärkte Epoxydharz bei 77 K eine Bruchdehnung von ca. 2 % hat, wurde erwartet, dass bei diesem Wert der Verbunddehnung massive innere Schädigung einsetzt. Es zeigte sich jedoch, dass bei Tieftemperatur im Verbund bis zum Bruch weniger Risse entstehen als bei Raumtemperatur. Dies ist auf die verschiedenen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix zurückzuführen.

Es konnte nachgewiesen werden, dass beim thermischen Zyklieren überwiegend Matrix-Querrisse entstehen und beim mechanischen Belasten bei Raumtemperatur Delaminationen und bei Tieftemperatur praktisch keine innere Schädigung entsteht.

Aus den zugschwellenden Versuchen an GF/EP UD geht eine starke Degradation der Oberspannung hervor. Die Schwingfestigkeit beträgt lediglich 22 % der statischen Bruchlast. Verglichen mit Kohlefaser-Verbunden der gleichen Matrix, liegt die Dauerfestigkeit dieser Materialien bei ca. 75 %. Bei beiden Faser-Verbunden findet während des Ermüdungsversuches keine Degradation des Moduls statt, sodass die Oberspannung in die Oberdehnung umgerechnet werden kann. Trägt man diese über der Lastwechselzahl ab, so ergibt sich bei diesen und bei Aramid-Verbunden eine charakteristische Dauerlast-Dehnung von ca. 1 %. Das heißt es ist für die Schwingfestigkeit eines faserverstärkten Kunststoffes unerheblich mit welcher Faser er kombiniert wird.

Das Bruchbild von GF/EP unter zugschwellender Belastung ist überwiegend von einer Zerrüttung der Matrix geprägt, was sich in Matrix-Längsrissen äußert. Nur vereinzelt sind Faserbrüche mit freiem Auge zu beobachten.

Aus den Versuchen an Kreuzverbunden (Faserorientierung unter  $0/90^\circ$  und  $\pm 45^\circ$ ) geht hervor, dass sich das Material bei 77 K in den quasistatischen Versuchen nahezu linear-elastisch bis zum Bruch verhält. Hier wird der Einfluss der Matrix deutlich, die bei tiefen Temperaturen versprödet und sich glasartig verhält. Bei Raumtemperatur jedoch

dominiert das viskoelastische Verhalten von Kunststoffen. In den Ermüdungsversuchen zeigt sich allgemein, insbesondere im Vergleich zu Kohlefaser-Verbunden, eine starke Degradation der Oberspannung.

Die Versuche unter biaxialer Last, Druck gepaart mit Scherung, haben ergeben, dass die Bruchkurve bei 77 K durch eine Multiplikation der Kurve bei Raumtemperatur mit dem Faktor zwei hervorgeht.

### **Einfluss von Wasserstoff**

Aus den quasistatischen Versuchen bei Raum- und Tieftemperatur ist zu schließen, dass die sechsmonatige Einlagerung von GF/EP Flachproben in Wasserstoffgas bei 80 °C bezüglich der Bruchspannung und -dehnung keine Auswirkung hat. Bei Raumtemperatur ist der Einfluss der Spannungsrisskorrosion nach wie vor zu beobachten.

Die Dauerfestigkeit von GF/EP UD bei 77 K steigt bereits nach drei Monaten Einlagerung in Wasserstoff bei 80 °C um 30 % verglichen mit Proben, die nicht dem Medium ausgesetzt waren. Dieses Niveau der Schwingfestigkeit ist eine Sättigung und kann durch weitere Einlagerungszeit nicht gesteigert werden.



## Anhang

Hier sind alle unter quasistatischer Beanspruchung (Zug und Torsion) erzielten Materialkennwerte und Weibullfaktoren der untersuchten Verbunde bei Raumtemperatur und 77 K tabellarisch zusammengefasst.

### Unidirektionalverbunde unter quasistatischer Zugbelastung:

Verbund	$\sigma_B$ [MPa]	$\epsilon_B$ [%]	E [GPa]	$\nu$ [-]
AF/EP	1123	1,76	62,21	0,46
UD	$\pm 139$	$\pm 0,14$	$\pm 2,20$	$\pm 0,01$
RT	$\alpha = 1181$ $\beta = 9,73$	$\alpha = 1,82$ $\beta = 15,89$	$\alpha = 63,18$ $\beta = 35,56$	$\alpha = 0,46$ $\beta = 122,9$
AF/EP	1172	1,25	89,52	0,56
UD	$\pm 65,8$	$\pm 0,08$	$\pm 3,92$	$\pm 0,02$
77 K	$\alpha = 1201$ $\beta = 22,16$	$\alpha = 1,29$ $\beta = 18,94$	$\alpha = 91,25$ $\beta = 28,60$	$\alpha = 0,57$ $\beta = 31,57$
GF/EP	1321	2,80	49,81	0,33
UD	$\pm 68,0$	$\pm 0,12$	$\pm 0,96$	$\pm 0,01$
RT	$\alpha = 1351$ $b = 24,21$	$\alpha = 2,85$ $\beta = 30,29$	$\alpha = 50,24$ $\beta = 66,02$	$\alpha = 0,34$ $\beta = 45,8$
GF/EP	2050	4,30	51,73	0,37
UD	$\pm 222$	$\pm 0,52$	$\pm 1,54$	$\pm 0,01$
77 K	$\alpha = 2145$ $\beta = 11,18$	$\alpha = 4,52$ $\beta = 10,02$	$\alpha = 52,41$ $\beta = 42,48$	$\alpha = 0,37$ $\beta = 49,61$



**Kreuzverbunde unter quasistatischer Zugbelastung:**

Verbund	$\sigma_B$ [MPa]	$\varepsilon_B$ [%]	E [GPa]	$\nu$ [-]
GF/EP	–	–	31,00	0,20
0/90°	–	–	$\pm 2,14$	$\pm 0,01$
RT	–	–	$\alpha = 31,94$	$\alpha = 0,20$
	–	–	$\beta = 17,93$	$\beta = 27,50$
GF/EP	1102	4,67	34,69	0,25
0/90°	$\pm 27,9$	$\pm 0,09$	$\pm 0,34$	$\pm 0,01$
77 K	$\alpha = 1114$	$\alpha = 4,71$	$\alpha = 34,84$	$\alpha = 0,26$
	$\beta = 49,91$	$\beta = 64,07$	$\beta = 129,1$	$\beta = 40,31$
		90° Lage	nach Bruch der 90° Lage	
		0,23	24,57	
		$\pm 0,02$	$\pm 1,03$	
		$\alpha = 0,24$	$\alpha = 25,02$	
		$\beta = 13,41$	$\beta = 30,04$	
GF/EP	75,57	0,83	18,20	0,51
$\pm 45^\circ$	$\pm 1,42$	$\pm 0,07$	$\pm 1,35$	$\pm 0,01$
RT	$\alpha = 76,21$	$\alpha = 0,87$	$\alpha = 18,79$	$\alpha = 0,52$
	$\beta = 67,42$	$\beta = 13,84$	$\beta = 16,62$	$\beta = 46,09$
GF/EP	123,3	0,81	28,00	0,41
$\pm 45^\circ$	$\pm 7,21$	$\pm 0,08$	$\pm 2,71$	$\pm 0,02$
77 K	$\alpha = 126,5$	$\alpha = 0,84$	$\alpha = 29,17$	$\alpha = 0,41$
	$\beta = 21,45$	$\beta = 12,83$	$\beta = 12,58$	$\beta = 28,69$

**Unidirektionalverbunde unter quasistatischer Torsionsbelastung:**

Verbund	Drehrichtung	$\tau_B$ [MPa]	$\gamma_B$ [mrad]	G [GPa]
GF/EP 90° RT	$\alpha-$	69,76 $\pm 1,90$ $\alpha = 70,60$ $\beta = 46,30$	29,39 $\pm 2,03$ $\alpha = 30,28$ $\beta = 17,89$	7,99 $\pm 0,13$ $\alpha = 8,05$ $\beta = 78,98$
		$\alpha+$	64,96 $\pm 1,68$ $\alpha = 65,71$ $\beta = 48,85$	19,38 $\pm 3,78$ $\alpha = 20,88$ $\beta = 5,946$
GF/EP 90° 77 K	$\alpha-$	157,9 $\pm 9,94$ $\alpha = 162,2$ $\beta = 19,68$	20,18 $\pm 2,48$ $\alpha = 21,23$ $\beta = 9,76$	11,6 $\pm 0,43$ $\alpha = 11,8$ $\beta = 34,39$

**Kreuzverbunde unter quasistatischer Torsionsbelastung:**

Verbund	Drehrichtung	$\tau_B$ [MPa]	$\gamma_B$ [mrad]	G [GPa]
GF/EP 0/90° RT	$\alpha-$	kein Bruch	kein Bruch	6,49 $\pm 0,39$ $\alpha = 6,66$ $\beta = 20,62$
GF/EP 0/90° 77 K	$\alpha-$	139,9 $\pm 4,16$ $\alpha = 141,8$ $\beta = 42,46$	19,58 $\pm 1,01$ $\alpha = 20,02$ $\beta = 24,14$	9,66 $\pm 0,31$ $\alpha = 9,79$ $\beta = 39,8$
GF/EP $\pm 45^\circ$ RT	$\alpha-$	370,7 $\pm 18,2$ $\alpha = 378,7$ $\beta = 25,43$	23,68 $\pm 0,68$ $\alpha = 23,98$ $\beta = 43,82$	15,83 $\pm 1,40$ $\alpha = 16,43$ $\beta = 13,83$
	$\alpha+$	228,3 $\pm 4,6$ $\alpha = 230,4$ $\beta = 62,36$	14,60 $\pm 1,26$ $\alpha = 15,14$ $\beta = 14,16$	16,57 $\pm 0,81$ $\alpha = 16,93$ $\beta = 25,58$
GF/EP $\pm 45^\circ$ 77 K	$\alpha-$	518,0 $\pm 50,9$ $\alpha = 540,0$ $\beta = 12,39$	26,65 $\pm 1,73$ $\alpha = 27,41$ $\beta = 19,06$	19,47 $\pm 1,04$ $\alpha = 19,93$ $\beta = 23,38$
	$\alpha+$	292,4 $\pm 28,5$ $\alpha = 304,7$ $\beta = 12,47$	16,35 $\pm 1,04$ $\alpha = 16,81$ $\beta = 19,38$	18,39 $\pm 0,46$ $\alpha = 18,60$ $\beta = 50,26$

# Literaturverzeichnis

in alphabetischer Reihenfolge

## **[3M 88]**

Scotchply 1002 Data Sheet

3M Company, St Paul, Minnesota, USA (1988)

## **[Ahlborn 89]**

K. Ahlborn

Mechanische Eigenschaften kohlenstoffaserverstärkter Thermoplaste für die Anwendung in der Tieftemperaturtechnologie

Dissertation, Universität Karlsruhe (1989)

## **[Anderegg 39]**

F. O. Anderegg

Strength of glass fiber

Ind. Eng. Chem. 31 (1939) 290-298

## **[Bailey et al. 79]**

J. E. Bailey, P. T. Curtis, A. Parvizi

On the transverse cracking and longitudinal splitting behaviour of glass and carbon fibre reinforced epoxy cross ply laminates and the effect of Poisson and thermally generated strain

Proc. R. Soc. Lond. A. 366 (1979) 599-623

## **[Barclay 96]**

J. A. Barclay

Cryofuels, Now and in the Future

Adv. Cryog. Eng. 41 B (1996) 1015-1031

## **[Baschek et al. 99]**

G. Baschek, G. Hartwig, F. Zahradnik

Effect of water absorption in Polymers at low and high temperatures

Polymer 40 (1999) 3433-3441

**[Baumberger 86]**

M. V. Baumberger

Oberflächenstudien zur Wasserstoffadsorption und -absorption an Übergangsmetallen  
Dissertation, Universität Zürich (1986)

**[Brink 62]**

N. O. Brink

Determination of the Performance of Plastic Laminates under Cryogenic Temperatures  
Report No ASD-TDR-62-794, Wright Patterson Air Force Base, Ohio (1962)

**[Buchner 82]**

H. Buchner

Energiespeicherung in Metallhydriden  
Springer-Verlag Wien New York (1982)

**[Bunker und Michalske 86]**

B. C. Bunker, T. A. Michalske

Effect of surface corrosion on glass fracture  
Fracture mechanics of ceramics 8 (1986) 391-411

**[Burkhart und Klippel 74]**

G. Burkhart, E. Klippel

Strength investigation of FRP material (epoxy resin) in LH<sub>2</sub> and LO<sub>2</sub>  
Cryogenics 14 (1974) 511-515

**[Canfer und Evans 98]**

S. J. Canfer, D. Evans

Properties of materials for use in liquid hydrogen containment vessels  
Adv. Cryog. Eng. Mat. 44 (1998) 253-260

**[Chamberlain et al. 64]**

D. W. Chamberlain, B. R. Lloyd, R. L. Tennent

Determination of the Performance of Plastic Laminates under Cryogenic Temperatures  
Report No ASD-TDR-62-794 Part 2, Wright Patterson Air Force Base, Ohio (1964)

**[Chrétien 97]**

N. Chrétien

Unveröffentlichter Bericht  
Forschungszentrum Karlsruhe, IMF II (1997)

**[Ciancia et al. 96]**

A. Ciancia, G. Pede, M. Brighigna, V. Perrone

Compressed hydrogen fuelled vehicles: reasons for choice and developements at ENEA  
Int. J. Hydrogen Energy Vol. 21 No. 5 (1996) 397-406

**[Ciba 99]**

Firmenschrift von „Ciba Spezialitätenchemie GmbH“  
Wehr, Deutschland

**[Cox 77]**

K. E. Cox

Hydrogen: Its technology and implications Vol. II: Transmission and storage  
CRC Press Inc., Cleveland, Ohio, U.S.A. (1977)

**[Cryoplane]**

H2 Cryoplane, Hydrogen Fuelled Aircraft

Booklet published by Daimler-Benz Aerospace, Hamburg, Germany

**[Dahl.-Pet. 80]**

K. Dahlerup-Peterson

Tests of composite materials at cryogenic temperatures: facilities and results  
Adv. Cryog. Eng. Mater. 26 (1980) 268-279

**[Das 96]**

L. M. Das

On-board hydrogen storage systems for automotive application  
Int. J. Hydrogen Energy Vol. 21 No. 9 (1996) 789-800

**[Dechema 86]**

DECHEMA, Deutsche Gesellschaft für Chemisches Apparatewesen, Chemische  
Technik und Biotechnologie e. V.

Wasserstofftechnologie  
Schön & Wetzel (1986)

**[DIN 527]**

DIN EN ISO 527

Kunststoffe Bestimmung der Zugeigenschaften  
Beuth Verlag (1996)

**[Dol]**

Hr. Dol

persönliche Mitteilung

Vetrotex Reinforcement GmbH, Herzogenrath

**[Domin 86]**

H. Domininghaus

Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften

VDI-Verlag (1986) S. 446

**[Du Pont 99]**

Firmenschrift von „Du Pont de Nemours International S. A.“

Genf, Schweiz

**[Ehrenstein 81]**

G. W. Ehrenstein

Glasfaserverstärkte Kunststoffe

Expert Verlag, Grafenau (1981)

**[Evans et al. 90 a]**

D. Evans, I. Johnson, H. Jones, D. D. Hughes

Shear testing of composite structures at low temperatures

Adv. Cryog. Eng. Mat. B 36 (1990) 819-826

**[Evans et al. 90 b]**

D. Evans, S. J. Robertson, J. T. Morgan

The long term effects of hydrogen and oxygen on the mechanical properties of carbon fiber reinforced composites

Adv. Cryo. Eng. Mat. 36 (1990) 937-941

**[Felfeli 86]**

J. Felfeli

Wasserstoffinduzierte Änderung des Fließ- und Bruchverhaltens von Eisen und Stahl

Dissertation, Universität Aachen (1986)

**[Frövel 98]**

M. Frövel

Round robin test results for 0° tensile properties on Carbon/Epoxy AS4/8552 and Carbon/Cyanate M55J/954-3 composite materials and some considerations on EN 2561 test standard

Instituto Nacional de Tecnica Aeroespacial, Madrid, Spanien

**[Gecks und Och 77]**

M. Gecks, F. Och

Ermittlung dynamischer Festigkeitskennlinien durch nichtlineare Regressionsanalyse  
Sonderheft DFVLR, Strukturmechaniktagung Ottobrunn (1977) 47-56

**[Griffith 20]**

A.A. Griffith

The phenomena of rupture and flow in solids  
Trans. Roy. Soc. A 221 (1920) 163-198

**[Hahn 79]**

H.T. Hahn

Fatigue behavior and life prediction of composite laminates  
ASTM STP 674 (1979) 383-417

**[Hartwig 88]**

G. Hartwig

Thermal expansion of fibre composites  
Cryogenics 28 (1988) 255-266

**[Hartwig 94]**

G. Hartwig

Polymer Properties at Room and Cryogenic Temperatures  
Plenum Press, New York (1994)

**[Hartwig 95]**

G. Hartwig

Support elements with extremely strong negative thermal expansion  
Cryogenics 35 (1995) 717-718

**[Heissler]**

S. Heissler, Forschungszentrum Karlsruhe  
persönliche Mitteilung

**[Hertling 99]**

J. Hertling

Ausbreitungsgeschwindigkeit von instabilen Rissen in Polymeren bei tiefen  
Temperaturen  
Dissertation, Universität Karlsruhe (1999)



**[Hövel 91]**

A. Hövel

Ursachen und Einfluß der Korrosion auf die Lebensdauer von Glasrovings und GFK  
Fortschritt-Berichte VDI, VDI-Verlag (1991)

**[Hofmann 98]**

G. R. A. Hofmann

Photoakustische Untersuchungen zur Tiefenprofilierung und Quantifizierung von  
Feststoffen unter Verwendung von Continuous- und Step-Scan FT-IR als  
Aufnahmetechnik

Dissertation, Universität Karlsruhe (1998)

**[Hübner 96]**

R. Hübner

Zug- und Schereigenschaften von Kreuzverbunden aus kohlenstoffaserverstärkten  
Polymeren bei tiefen Temperaturen

Dissertation, Universität Karlsruhe (1996)

**[Hysol]**

Firmenschrift von „Hysol Aerospace Products“

Pittsburg

**[Jauss 97]**

M. Jauss

Fügen thermoplastischer Faserverbundwerkstoffe mit Bolzen oder Mikrowellen  
Tagungshandbuch, 28. Internationale AVK-Tagung 1997 in Baden-Baden

**[Jones 75]**

R. M. Jones

Mechanics of composite materials

Hemisphere Publishing Corp., New York, U. S. A. (1975)

**[Kasen 75]**

M. B. Kasen

Mechanical and thermal properties of filamentary-reinforced structural composites at  
low temperatures; 1: Glass-reinforced composites

Cryogenics 33 (1975) 327-349

**[Kasen 90]**

M. B. Kasen

Current status of interlaminar shear testing of composite materials at cryogenic temperatures

Adv. Cryog. Eng. Mat. B 36 (1990) 787-792

**[Lorenzo und Hahn 86]**

L. Lorenzo, H.T. Hahn

Fatigue failure mechanisms in unidirectional composites

ASTM STP 907 (1986) 210-232

**[Mallick 93]**

P. K. Mallick

Fiber-Reinforced Composites

Marcel Dekker Inc., New York (1993)

**[Mathis 76]**

D. A. Mathis

Hydrogen Technology for Energy

Noyes Data Corporation, Park Ridge, New Jersey, U. S. A. (1976)

**[Mayer und Pannkoke 91]**

A. Mayer, K. Pannkoke

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

Bericht KfK-4887, Kernforschungszentrum Karlsruhe (1991) S. 27

**[Michalske und Bunker 88]**

T. A. Michalske, B. C. Bunker

Wie Glas bricht

Spektrum der Wissenschaft (1988) 114-121

**[Morris 89]**

V. L. Morris

Advanced composite structures for cryogenic applications

Proc 14<sup>th</sup> Int SAMPE Symp Company Report: Structural Composites, Pomona, California, U. S. A. (1989) 1867-1876

**[Moser 92]**

K. Moser  
Faser-Kunststoff-Verbund  
VDI-Verlag, Düsseldorf (1992)

**[Murakami 87]**

Y. Murakami  
Stress Intensity Factors Handbook  
Pergamon Press (1987)

**[Nishijima et al. 95]**

S. Nishijima, S. Ueno, T. Okada, K. Niwa  
Stress analysis in shear/compression tests  
Cryogenics 35 (1995) 681-683

**[Okada und Nishijima 90]**

T. Okada, S. Nishijima  
Investigation of interlaminar shear behavior of organic composites at low temperatures  
Adv. Cryog. Eng. Mat. B 36 (1990) 811-817

**[Oriani 85]**

R. A. Oriani  
Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys  
Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, U.S.A. (1985)

**[Pannkoke 92]**

K. Pannkoke  
Statische und zyklische Eigenschaften von unidirektionalen, kohlenstoffaserverstärkten Polymeren unter Axial- und Scherbelastung bei tiefen Temperaturen  
Dissertation, Universität Karlsruhe (1992)

**[Peschka 84]**

W. Peschka  
Flüssiger Wasserstoff als Energieträger  
Springer Verlag, Wien (1984)

**[Peschka 87]**

W. Peschka  
The status of handling and storage techniques for liquid hydrogen in motor vehicles  
Int. J. Hydrogen Energy 12 (1987) 753-764

**[Pintado]**

J. M. Pintado, Instituto National de Tecnica Aeroespacial, Madrid, Spanien  
Persönliche Mitteilung

**[Puck 67]**

A. Puck  
Zur Beanspruchung und Verformung von GFK-Mehrschichtverbund-Bauelementen,  
Teil 1. Grundlagen der Spannungs- und Verformungsanalyse  
Kunststoffe 57 (1967) 284-293

**[Puck 69]**

A. Puck  
Festigkeitsberechnung an Glasfaser/Kunststofflaminaten bei zusammengesetzter  
Beanspruchung  
Kunststoffe 59 (1969) 780-787

**[Puck und Schneider 69]**

A. Puck, W. Schneider  
On Failure Mechanisms and Failure Criteria of Filamentwound Glass-Fiber/Resin  
Composites  
Plast. Polm. (1969) 33-43

**[Puck 95]**

A. Puck  
Festigkeitsanalyse von Faser-Matrix-Laminaten, Modelle für die Praxis  
Carl Hanser Verlag, München Wien (1995)

**[Reed et al 95]**

R. P. Reed, P. E. Fabian, T. S. Bauer-McDaniel  
Shear/compressive fatigue of insulation systems at low temperatures  
Cryogenics 35 (1995) 685-688

**[Reed und Golda 94]**

R.P. Reed, M. Golda  
Cryogenic properties of unidirectional composites  
Cryogenics 34 (1994) 909-928

**[Reed und McColskey 94]**

R.P. Reed, J.D. McColskey

Properties of directionally reinforced composites, in: Composite Struts for SMES Plants NISTIR-5011 (Eds Reed, R.P. and McColskey, J.D.), Report to Defense Nuclear Agency, Materials Reliability Division

National Institute of Standards and Technology, Boulder, Colorado, USA (1994) Ch5

**[Rexer 39]**

M. Rexer

Festigkeit gespannter Glasstäbe

Z. Tech. Phys. 20 (1939) 4-13

**[Rohrbacher und Ellyin 98]**

C. Rohrbacher, F. Ellyin

Investigation of the effect of aqueous environment on glass-fibre reinforced epoxy resin

Diplomarbeit, Universität Edmonton, Alberta, Kanada (1998) S. 5

**[Rudolf et al. 98]**

R. Rudolf, P. Mitschang, M. Neitzel

Hochleistungsfaserverbunde vibrationsschweißen

Kunststoffe 88 (1998) 990-992

**[Schneider 71]**

W. Schneider

Wärmeausdehnungskoeffizienten und Wärmespannungen von Glasfaser/Kunststoffverbunden aus unidirektionalen Schichten

Kunststoffe 61 (1971) 273-277

**[Scholze 88]**

H. Scholze

Glas, Natur, Struktur und Eigenschaften

Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1988)

**[Schwarz 88]**

G. Schwarz

Thermal expansion of polymers from 4.2 K to room temperature

Cryogenics 28 (1988) 248-254

**[Seifritz]**

S. Seifritz, Universität Stuttgart  
persönliche Mitteilung

**[Selzer 95]**

R. Selzer  
Fraktographische Analyse des Versagensverhaltens von kohlenstoffaserverstärkten  
Polymer-Verbundwerkstoffen unter Feuchteinfluß  
Dissertation, Universität Kaiserslautern (1995)

**[Stowell und Lin 61]**

E. Z. Stowell, T. S. Lin  
On the Mechanical Behavior of Fiber-Reinforced Crystalline Materials  
J. Mech. Phys. Solids 9 (1961) 242-260

**[Talreja 87]**

R. Talreja  
Fatigue Of Composite Materials  
Technomic Publ., Lancaster (1987)

**[Vandenborre et al. 96]**

H. Vanderborre, R. Sierens, Greenbus  
A hydrogen fuelled city bus  
Int. J. Hydrogen Energy 21 (1996) 521-524

**[Walsh et al. 95]**

R. P. Walsh, J. D. McColskey, R. P. Reed  
Low temperature properties of a unidirectionally reinforced epoxy fibreglass composite  
Cryogenics 35 (1995) 723-725

**[Williams und Spond 80]**

L. O. Williams, D. E. Spond  
A storage tank for vehicular storage of liquid hydrogen  
Applied Energy 6 (1980) 99-112



Die vorliegende Arbeit entstand in den Jahren 1997 bis 2000 während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Materialforschung II des Forschungszentrums Karlsruhe. Nach drei Jahren wurde diese Arbeit als beendet erklärt – keineswegs vollkommen und gewiss verbesserungsfähig. Für Wissenschaftler ist das allerdings keine neue Erfahrung, denn:

... So eine Arbeit wird eigentlich nie fertig,  
man muss sie für fertig erklären,  
wenn man nach Zeit und Umständen das Möglichste getan hat.

Goethe (Italienische Reise, 16. März 1787)

An dieser Stelle möchte ich all denen danken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Insbesondere gilt mein Dank:

Herrn Prof. Dr. rer. nat. D. Munz für die Möglichkeit diese Arbeit an seinem Institut durchzuführen,

Herrn Prof. Dr. Dr. rer. nat. G. Hartwig für die Anregung zu dieser Arbeit und deren Betreuung, sowie für die Bereitschaft zu konstruktiven Diskussionen,

natürlich den Herren A. Heneka und S. Knaak, meinen Kollegen aus der Abteilung Polymere Werkstoffe, die mich herzlich aufgenommen haben und so manches Problem gelöst haben, sei es organisatorischer oder technischer Natur,

Herrn Dr. Hertling für das aufmerksame Lesen meiner schriftlichen Ausarbeitung,

dem Institut für Verbundwerkstoffe der Universität Kaiserslautern für die wertvolle Mithilfe bei der Lösung diverser Schwierigkeiten bezüglich der Fertigung der Probenkörper

und nicht zuletzt

Peter Ilitsch Tschaikovsky  
Ludwig van Beethoven,  
Wolfgang Amadeus Mozart,  
u. a.

die mich mit ihren wundervollen Kompositionen bei der schriftlichen Ausarbeitung beflügelten.



Je crois que l'eau sera un jour employée comme combustible que l'hydrogène et l'oxygène, utilisés isolément ou simultanément fourniront une source de chaleur et de lumière inépuisables et d'une intensité que la houille ne saurait avoir. Un jour, les soutes de steamers et les tenders des locomotives, au lieu de carbon, seront chargés de ces deux gaz comprimés, qui brûleront dans les foyers avec une énorme puissance calorifique.

... L'eau est le carbon de l'avenir.

Jules Verne, L'Ile Mystérieuse 1870

Ich glaube, dass Wasser eines Tages als Brennstoff verwendet werden wird, dass Wasserstoff und Sauerstoff, aus welchen es besteht, entweder zusammen oder getrennt verwendet, eine unerschöpfliche Quelle für Wärme und Licht sein werden und zwar von einer weit größeren Stärke, als Kohle es vermag. Die Kohlebunker der Schiffe sowie die Tender der Lokomotiven werden anstelle von Kohle diese beiden kondensierten Gase speichern, welche in deren Schloten mit enormer Wärmeentwicklung brennen werden.

... Das Wasser ist die Kohle der Zukunft.