

Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 6326

Ausbreitungsgeschwindigkeit von
instabilen Rissen in Polymeren
bei tiefen Temperaturen*

Jürgen Hertling

Institut für Materialforschung

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

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe
1999

Ausbreitungsgeschwindigkeit von instabilen Rissen in Polymeren bei tiefen Temperaturen

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau der
Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Phys. Jürgen Hertling
aus Schwäbisch Gmünd

Tag der mündlichen Prüfung:

29. April 1999

Hauptreferent:

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

Korreferent:

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

Zusammenfassende Darstellung

Bei instabilen Rissen ist die Rißgeschwindigkeit eine wichtige Größe, um die instabile Rißausbreitung zu charakterisieren und die Struktur der Bruchfläche zu verstehen. In dieser Arbeit wurde die instabile Rißausbreitungsgeschwindigkeit von vier polymeren Werkstoffen bei tiefen Temperaturen (77 K bis 200 K) gemessen. Dazu ist eine neue Probenform eingesetzt worden, die sich auf einer Seite mit einer Aluminiumschicht bedampfen läßt, wodurch die Messung der Rißlänge über den Widerstand dieser Schicht ermöglicht wird. Die Proben wurden so gestaltet, daß ein Stopp des instabilen Risses innerhalb der Probe begünstigt wird.

Die Rißgeschwindigkeit ist in den einzelnen Polymeren, sowohl was den Verlauf als auch die mittlere Rißgeschwindigkeit betrifft, äußerst verschieden. So zeigt Polymethylmethacrylat eine nahezu konstante Rißgeschwindigkeit unabhängig von der Rißlänge, wohingegen die Risse in Polyamid12 innerhalb des nur etwa 100 μ s dauernden Rißfortschritts mehrfach bis auf 1000 m/s beschleunigen und wieder stoppen.

Es zeigten sich z. T. deutliche Korrelationen zwischen der Rißgeschwindigkeit und bestimmten Strukturen der Bruchfläche, was zum Verständnis dieser Strukturen sehr nützlich ist. Jedoch erwies sich die Charakterisierung des Bruchverhaltens durch die Bruchparameter und die elastischen Eigenschaften als nicht ausreichend. Auch der amorphe oder teilkristalline Aufbau der Polymere ist für das Rißgeschwindigkeitsprofil eher von untergeordneter Bedeutung.

Die Ausbreitung eines instabilen Risses in Polymeren kann – zumindest bei tiefen Temperaturen – nicht allein durch die beim Rißfortschritt freigesetzte Energie verstanden werden, wie es bei den meisten bisher existierenden theoretischen Modellen der Fall ist. Es deutet alles darauf hin, daß die adiabatische Erwärmung im Bereich der Rißspitze und die damit verbundenen Orientierungseffekte der Polymerketten das Rißausbreitungsverhalten entscheidend mitbestimmen.

Velocity of unstable propagating cracks in polymers at low temperatures

The crack velocity is very important to characterize the unstable crack propagation and to understand the structure of the crack surface. In this work the unstable crack velocity in four different polymers was measured at cryogenic temperatures (77 to 200 K). Therefore a new specimen was developed that can be covered with an aluminum layer on one side. The resistance of this layer is used as an indicator for crack propagation. The specimen was designed in such a way that an unstable crack is likely to stop within the specimen.

Both, the average crack velocity and the crack velocity profile, was very different in the examined polymers. Polymethylmethacrylate for example showed a nearly constant crack velocity independent of the crack length, whereas the cracks in polyamid12 accelerated up to 1000 m/s and stopped again several times during crack propagation.

There is a clear correlation between the crack velocity and certain structures of the crack surface, and the measurements were very useful to understand these structures. But it was not possible to characterize the behavior of an unstable crack just considering the fracture parameters or the elastic properties of the polymere. It was also less important whether the polymers showed an amorphous or semicrystalline structure.

The propagation of an unstable crack in a polymere cannot be understood when only the energy release rate is taken into account, like it is done in most theoretical models. There is evidence that the adiabatic heating at the crack tip causes an orientation of the polymer chains and that this orientation has a crucial influence on the crack propagation in polymers at low temperatures.

Inhalt

Symbolverzeichnis	7
1 Einleitung	11
2 Theoretische Grundlagen	13
2.1 Einige Begriffe aus der Elastomechanik	13
2.2 Spannungen vor Kerben und Rissen	14
2.2.1 Spannungsfeld vor einer scharfen Kerbe oder Ri	14
2.2.2 Plastische Verformung an der Rispitze	16
2.2.3 Form der plastischen Zone	18
2.3 Riausbreitung mit der LEBM	20
2.3.1 Das Energiekonzept der Riausbreitung.....	20
2.3.2 Das K -Konzept bei der Riausbreitung	22
2.3.3 Zusammenhang zwischen K_I und G_I und die Y -Funktion	23
2.4 Instabile Riausbreitung	25
2.4.1 Instabile Riausbreitung mit der LEBM.....	25
2.4.2 Kontinuumsmechanisches Modell	26
2.4.3 Atomistische Modelle von Rissen.....	26
2.4.4 Einflu des Spannungszustands auf die Rigeschwindigkeit	27
2.4.5 Grenze der Rigeschwindigkeit	28
2.4.6 Rayleigh-Wellen	29
2.5 Mechanische Dmpfung	30
3 Kryogene Eigenschaften von Polymeren	33
3.1 Chemische Struktur	33
3.2 Glasübergnge und Doppelmuldenpotentiale	35
3.3 Spezifische Wrme und Wrmeleitfhigkeit der Polymere	37
3.4 Craziing und Scherflieen von Polymeren	39
3.4.1 Craziing	39
3.4.2 Scherflieen	40
3.5 Adiabatische Erwrmung vor der Rispitze	42
4 Prfmethoden und Versuchsauswertung	45
4.1 Compact-Tension-Probe mit Chevron-Kerbe	45
4.1.1 Geometrie der Probe	45
4.1.2 Ristopp-Verhalten bei Chevron-Proben.....	46
4.1.3 Bestimmung von K_{Ic} mit der Chevron-Probe.....	48
4.1.4 Bestimmung von \bar{G}_{Ic} mit der Chevron-Probe	49
4.1.5 Compliance-Funktion der Chevron-Probe	51
4.2 Die Flgelprobe	52
4.2.1 Geometrie der Flgelprobe	52
4.2.2 Berechnung der Compliance mit Finiten Elementen	52
4.2.3 Der konstante K -Faktor	54
4.3 Die Prfmaschine	57
4.4 Messung der mechanischen Dmpfung	59

4.5 Messung der Rißgeschwindigkeit	60
4.5.1 Messung der Rißgeschwindigkeit mit einer Metallschicht.....	60
4.5.2 Kalibrierung.....	61
4.5.3 Beschaltung der Probe.....	61
4.5.4 Einfluß der Leitungskapazität.....	63
4.5.5 Die Digitalisierung.....	64
5 Ergebnisse der bruchmechanischen Messungen	67
5.1 Versuche an PMMA	67
5.1.1 K_{Ic} und \bar{G}_{Ic} bei 77 K.....	67
5.1.2 Temperaturabhängigkeit von K_{Ic} und \bar{G}_{Ic}	68
5.1.3 Einfluß der Rißöffnungsgeschwindigkeit.....	69
5.2 Versuche an PC	71
5.2.1 K_{Ic} und \bar{G}_{Ic} bei 77 K.....	71
5.2.2 Einfluß der Rißöffnungsgeschwindigkeit.....	72
5.3 Versuche an PA12	73
5.4 Versuche an PTFE	74
5.5 Vergleich der verschiedenen Polymere	75
6 Anomalien beim Bruchverhalten von PMMA	77
6.1 Unterkritisches Rißwachstum und überhöhte Compliance.....	77
6.2 Der Einfluß von Wasser auf das Bruchverhalten von PMMA	80
6.2.1 Charakterisierung der PMMA-Proben.....	80
6.2.2 Bruchverhalten.....	81
6.2.3 Korrelation von Bruch- und Dämpfungsverhalten.....	85
7 Ergebnisse und Diskussion der Rißgeschwindigkeit	87
7.1 Rißgeschwindigkeit in Polycarbonat	87
7.1.1 Rißgeschwindigkeit bei 77 K.....	87
7.1.2 Beschleunigungs- und Verzögerungsverhalten.....	90
7.1.3 Rißausbreitung bei höheren Temperaturen.....	91
7.1.4 Bruchflächencharakteristik von PC.....	92
7.1.5 Wallner-Linien bei PC.....	95
7.1.6 Rißgeschwindigkeit und Bruchparameter.....	97
7.2 Rißgeschwindigkeit in PMMA	102
7.2.1 Rißgeschwindigkeit bei 77 K.....	102
7.2.2 Rißgeschwindigkeit bei höheren Temperaturen.....	105
7.2.3 Rißgeschwindigkeit und Bruchparameter.....	106
7.3 Rißgeschwindigkeit in PA12	108
7.4 Rißgeschwindigkeit in PTFE	111
7.5 Vergleich der Polymere	112
8 Zusammenfassung	117
Anhang A: Berechnung der Probenbeschaltung	121
Anhang B: Einfluß der Leitungskapazität	123
Literaturverzeichnis	125

Symbolverzeichnis

Symbol	Bedeutung	SI-Einheit
α	relative Rißlänge	–
A	Fläche	m^2
a	Rißlänge	m
β	Öffnungswinkel einer Kerbe	–
b	Breite der Rißfront	m
B	Breit der Probe	m
C	Compliance (Nachgiebigkeit)	$\text{m}\cdot\text{N}^{-1}$
c	Rißausbreitungsgeschwindigkeit	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
c_ℓ	longitudinale Schallgeschwindigkeit	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
c_{ad}	Grenzgeschwindigkeit für adiabatische Verhältnisse	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
c_p	Wärmekapazität bei konstantem Druck	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
c_R	Rayleigh-Geschwindigkeit	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
c_V	Wärmekapazität bei konstantem Volumen	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
δ	Rißöffnung	m
δ_c	Rißöffnung der plastischen Zone nach Dugdale	m
$\Delta\Phi$	Asymmetrie des Doppelmuldenpotentials	J
ΔT_{ad}	adiabatische Temperaturerhöhung	K
E	Elastizitätsmodul	Pa
E^*	reduzierter Elastizitätsmodul	Pa
E', E''	Real- bzw. Imaginärteil des komplexen Elastizitätsmoduls	Pa
E_0	Betrag des komplexen Elastizitätsmoduls	Pa
ε_c	kritische Dehnung	–
ε_{ij}	Verzerrung	–
ϕ	Winkel	–
F	Kraft	N
$f(\theta)$	Winkelfunktion	–
$\Phi(x,y)$	Airysche Spannungsfunktion	N
Φ_0	Höhe der Potentialbarriere	J
γ	spezifische Oberflächenenergie	$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$
G	Schermodul	Pa

G', G''	Real- bzw. Imaginärteil des komplexen Schermoduls	Pa
G_I	Energiefreisetzungsrate	$J \cdot m^{-2}$
G_{Ic}	kritische Energiefreisetzungsrate	$J \cdot m^{-2}$
\bar{G}_{Ic}	mittlere kritische Energiefreisetzungsrate	$J \cdot m^{-2}$
H	Höhe der Probe	m
H	Enthalpie	J
J	J -Funktion	$J \cdot m^{-2}$
κ	Wärmeleitfähigkeit	$J \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$
k	Konstante	–
K_I	Spannungsintensitätsfaktor	$Pa \cdot m^{1/2}$
K_{Ic}	kritischer Spannungsintensitätsfaktor	$Pa \cdot m^{1/2}$
	mittlere freie Weglänge der Phononen	m
λ	dimensionslose Compliance	–
m	Masse	kg
ν	Poissonzahl, Querkontraktionszahl	–
n	Exponent	–
ν_0	Frequenz der Nullpunktsschwingung	Hz
$n_{1,2}$	Besetzungszahlen	–
Q	Wärmefreisetzung	$J \cdot m^{-2}$
ρ	Dichte	$kg \cdot m^{-3}$
R	Bruchenergie	$J \cdot m^{-2}$
r_p	Größe der plastischen Zone nach Irwin	m
r_y	Größe der plastischen Zone ohne Korrektur	m
s	Größe der plastischen Zone nach Dugdale	m
σ	Spannung	Pa
$\sigma_{1,2,3}$	Hauptspannungen	Pa
σ_F	Fließspannung	Pa
σ_v	von Mises-Spannung	Pa
τ	Relaxationszeit	s
t	Zeit	s
t_D	Zeit, in der der Riß die plastische Zone durchquert	s
T	absolute Temperatur	K
T_{ad}	adiabatische Temperaturerhöhung	K

$\tan \delta$	mechanischer Verlustfaktor	–
τ_{ij}	Schubspannung	Pa
u	Auslenkung	m
U_γ	Oberflächenenergie	J
U_A	Energie durch äußere Arbeit	J
U_{el}	elastische Energie	J
U_{kin}	kinetische Energie	J
U_{pl}	Plastifizierungsenergie	J
\bar{v}	mittlere Schallgeschwindigkeit	$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
ω	Kreisfrequenz	Hz
ω_m	Kreisfrequenz der mechanischen Belastung	Hz
W	Länge der Probe	m
Y, Y^*	Geometriefunktion	–
x, y, z	Kartesische Koordinaten	
r, θ	Polarkoordinaten	
i	imaginäre Einheit	

Ein ‘–’ bedeutet, daß die entsprechende Größe dimensionslos ist.

Verwendete Konstanten

k_B	Boltzmann-Konstante	$1,38066 \cdot 10^{-23} \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}$
N_A	Avogadrozahl	$6,02205 \cdot 10^{23}$
R	allgemeine Gaskonstante	$8,3143 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$

1 Einleitung

Polymere spielen als Werkstoff eine immer größere Rolle. Ein Grund dafür ist, daß sich Polymere aus den verschiedensten Monomeren herstellen lassen, wodurch ihre physikalischen und chemischen Eigenschaften äußerst stark variieren. Das reicht vom sehr hitzebeständigen Teflon bis zu extrem dehnbaren Elastomeren, von vielen verschiedenen Textilfasern bis hin zu spröden Harzen. Durch Additive im Kunststoff* und die Verarbeitungstechnik lassen sich zusätzliche Eigenschaftsänderungen hervorrufen. So steht eine fast nicht mehr zu überschauende Zahl von polymeren Werkstoffen zur Verfügung, die in jedem Gebiet der Technik Anwendungen finden.

Die Bruchmechanik spielt in den Ingenieurwissenschaften bei der Auslegung von Bauteilen und der Beurteilung von Schädigungen eine wichtige Rolle. Es hat sich die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) als ein gutes Werkzeug erwiesen, um die Wirkung von Kerben und Rissen zu beschreiben. Da die Grundlagen der LEBM entwickelt wurden, als Polymere im Bereich der Werkstoffe noch keine Rolle spielten, ist sie auf die Beschreibung von Metallen ausgelegt.

Die LEBM bei Raumtemperatur direkt auf Polymere zu übertragen ist nicht immer möglich, da hier meist starke plastische Verformungen auftreten, die die Beschreibung des Körpers als linear-elastisch zumindest fragwürdig erscheinen läßt. Bei tiefen Temperaturen hingegen verhalten sich Kunststoffe spröde und in guter Näherung linear-elastisch, was eine Anwendung der bruchmechanischen Beschreibung ermöglicht.

Die Eigenschaften der Kunststoffe werden einerseits von denen der Kette selbst und andererseits von der Anordnung der Ketten zueinander bestimmt. In einem polymeren Festkörper lagern sich die Moleküle weitgehend regellos an und zeigen – wenn überhaupt – nur in kleinen Bereichen einen regelmäßigen Aufbau. Die Kunststoffe gehören also zu den ungeordneten Festkörpern.

Um Risse in einem polymeren Festkörper verstehen zu können, muß man sich klar machen was passiert, wenn ein Polymer mechanisch belastet wird. Die Antwort darauf hängt sehr stark von der Temperatur ab. Ist sie genügend hoch, so steht ausreichend thermische Energie zur Verfügung, um eine Bewegung der Polymerketten gegeneinander zu ermöglichen, und die Moleküle richten sich in Lastrichtung aus. Die Temperatur, bei der dies gerade möglich ist, nennt man Hauptglasübergangstemperatur T_g .

Ist die Temperatur des Polymers deutlich unterhalb von T_g so erwartet man zunächst, daß keinerlei Umlagerungsprozesse stattfinden. Dies ist aber nicht der Fall. Polymere sind sehr lange Moleküle mit zum Teil recht großen Seitengruppen, die im Festkörper nur relativ locker gepackt sind, so daß viel freies Volumen vorhanden ist. Abschnitte der Polymerkette oder auch die Seitengruppen haben deshalb mehrere Gleichgewichtslagen zur Verfügung, zwischen de-

* Polymere bezeichnen Stoffe, die aus Monomeren aufgebaut sind. So ist z. B. auch das DNS-Molekül oder Zellulose ein Polymer. Kunststoffe sind spezielle Polymere, nämlich solche, die synthetisch auf Erdölbasis hergestellt werden. In dieser Arbeit werden beide Begriffe aber weitgehend synonym verwendet.

nen sie wechseln können. Ist aufgrund einer äußeren Belastung eine andere Gleichgewichtslage energetisch günstiger, so können Umlagerungsprozesse bis zu Temperaturen stattfinden, die deutlich unterhalb der Hauptglasübergangstemperatur liegen. Die Zeit für diesen Relaxationsprozeß steigt aber mit sinkender Temperatur sehr stark an.

Eine andere Möglichkeit, Umlagerungen der Moleküle zu bewirken, sind lokal hohe elastische Energien, wie sie im Bereich vor einer Rißspitze vorliegen. Der Festkörper geht dann in diesem Bereich in einen plastischen Zustand über, in dem permanente Gestaltänderungen möglich sind, ohne daß eine hohe Temperatur vorliegen muß. Die Zeit, die das Material zur Verfügung hat, und die Temperatur bestimmen aber auch hier, ob und wie stark die Orientierung der Polymere in diesem Bereich ausfällt.

Es ist also das Wechselspiel zwischen der Dynamik der Belastung eines Risses einerseits und der Temperatur im Bereich der Rißspitze andererseits, was den Riß in einem Polymer charakterisiert. Wenn man sich weiter vor Augen hält, daß bei tiefen Temperaturen und schnell laufendem Riß eine starke Erwärmungen vor der Rißspitze auftreten kann, so wird klar, daß daraus interessante Effekte entstehen können. Diese zu untersuchen ist Gegenstand dieser Arbeit.

Zum Bruchverhalten von Polymeren bei tiefen Temperaturen liegen eine ganze Reihe von Untersuchungen vor [z. B. Döll et al., 1986; Kneifel, 1982; Schinker, 1986]. Am Institut für Materialforschung II des Forschungszentrums Karlsruhe wurden ebenfalls mehrere Arbeiten auf diesem Gebiet angefertigt [Saatkamp, 1991a; Christoph, 1996]. Sie beschäftigen sich mit der stabilen und instabilen Rißausbreitung in Polymeren. Besonderes Gewicht wurde dabei auf den Einfluß von Belastungsdynamik und Umgebungsmedium auf die Bruchparameter gelegt und auf die Unterschiede von stabiler und instabiler Rißausbreitung.

Um die Vorgänge bei instabilen Rissen besser verstehen zu können ist es von großem Nutzen, die Rißausbreitungsgeschwindigkeit zu kennen. Zur Rißgeschwindigkeit in Kunststoffen und Gläsern gab es gerade in den letzten Jahren viele neue Arbeiten [z. B. Fineberg et al., 1992; Dear, 1996; Arakawa et al., 1997], aber auch schon aus der Zeit, als es technisch erstmals möglich wurde, instabile Risse zu untersuchen [Bueche u. White, 1956; Schardin u. Struth, 1938]. Neben den experimentellen Untersuchungen wurden in den letzten Jahren zunehmend Berechnungen mit molekulardynamischen Methoden und an Federmodellen gemacht [z. B. Abraham et al., 1994; Zhang u. Wang, 1996].

Es gibt erstaunliche Erfolge bei der theoretischen Beschreibung von instabiler Rißausbreitung verschiedener glasartiger Polymere. Allen Modellen ist jedoch gemein, daß es nicht möglich ist, der unterschiedlichen Morphologie der Polymere Rechnung zu tragen. Die Charakteristik der Rißgeschwindigkeit sollte also bei allen Polymeren dieselbe sein, solange die gleiche Probengeometrie vorliegt.

Ziel dieser Arbeit ist es, die Rißausbreitungsgeschwindigkeit in Polymeren bei tiefen Temperaturen zu messen. Dadurch wird ein besseres Verständnis der Bruchprozesse, der Struktur der Bruchflächen, der adiabatischen Erwärmung an der Rißspitze und der Auswirkung der Morphologie verschiedener Polymere auf die Rißgeschwindigkeit ermöglicht. Insbesondere ist es von Interesse zu erfahren, ob es geeignete Modelle zur Beschreibung des Bruchverhaltens bereits gibt, ob diese modifiziert werden müssen oder ob keines der bisher entwickelten Modelle eine befriedigende Beschreibung der instabilen Rißausbreitung erlaubt.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Einige Begriffe aus der Elastomechanik

Schneidet man aus einem beliebig belasteten Festkörper einen infinitesimal kleinen Würfel, so müssen auf seine Seiten Zwangskräfte ausgeübt werden, damit er seine würfelförmige Gestalt beibehält. Diese Druck- und Scherkräfte charakterisieren den Spannungszustand des Festkörpers an dieser Stelle.

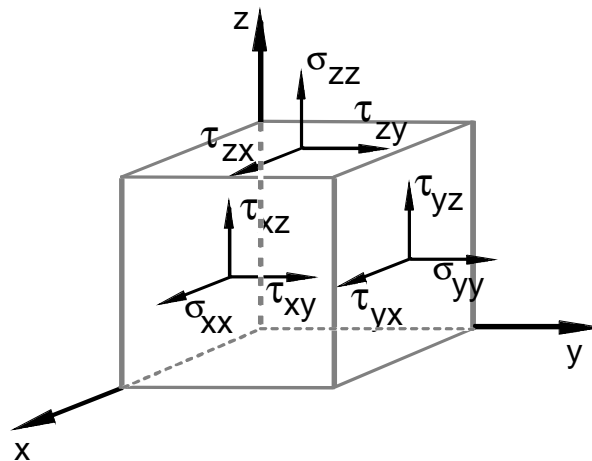


Abbildung 2.1: Definition der Normal- und Scherspannungen.

Senkrecht auf die drei Stirnseiten des Würfels wirken die Normalspannungen σ_{xx} , σ_{yy} und σ_{zz} , parallel zu den Flächen die Scherspannungen τ_{xy} , τ_{yz} , τ_{yx} , τ_{yz} , τ_{zx} und τ_{zy} . Diese Größen bilden die Komponenten des Spannungstensors $\boldsymbol{\sigma}$, der den Spannungszustand des Festkörpers eindeutig festlegt. Im statischen Fall ist dieser Tensor symmetrisch, da sich die Drehmomente gegenseitig aufheben müssen.

Für jede symmetrische Matrix bzw. jeden symmetrischen Tensor kann man über eine Hauptachsentransformation ein Bezugssystem finden, in dem nur die Diagonalelemente verschieden von null sein können. Beim Spannungstensor nennt man diese Richtungen Hauptspannungsrichtungen, und $\boldsymbol{\sigma}$ geht über in die Diagonalgestalt

$$\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_x & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_z \end{pmatrix}.$$

σ_x , σ_y und σ_z nennt man auch die Hauptspannungen und schreibt sie nur mit einem Index. Manchmal benutzt man statt dessen auch σ_1 , σ_2 und σ_3 , wobei σ_1 die größte und σ_3 die kleinste Spannung ist.

Mit jeder Kraft ist eine Verformung des Festkörpers verbunden. Die Dehnungen und Scherungen bilden die Komponenten des Verzerrungstensors $\boldsymbol{\varepsilon}$, der ebenfalls symmetrisch ist. Spannungs- und Verzerrungstensor sind natürlich nicht unabhängig von einander. Die Proportionalität vermittelt der Elastizitätsmodul E . Für einen homogenen, isotropen Festkörper gilt das Hooke'sche Gesetz

$$\sigma_i = E \varepsilon_i, \quad (2.1)$$

wobei $i = 1, 2, 3$. Liegt eine Spannung in x -Richtung an, so muß berücksichtigt werden, daß der Körper auch eine Kontraktion in y - und z -Richtung erfährt. Die Spannung an der Oberfläche des Körpers ist in diesen Raumrichtungen zwar null, die Dehnung aber endlich. Wie stark diese Längenänderung ist, wird durch die Querkontraktions- oder Poisson-Zahl ν bestimmt. Es gilt dann bei einachsiger Belastung in x -Richtung:

$$\varepsilon_{yy} = -\nu \varepsilon_{xx} \quad \text{und} \quad \varepsilon_{zz} = -\nu \varepsilon_{xx}.$$

Für den mehrachsigen Spannungszustand muß dies entsprechend berücksichtigt werden.

Der Schermodul

Für den Zusammenhang zwischen den Scherspannungen und den Verzerrungen geht man analog zum E-Modul vor und definiert den Schermodul G über die Beziehung

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2G} \tau_{ij}, \quad (2.2)$$

mit $ij = x,y,z$ und $i \neq j$. Zusammen mit der Poisson-Zahl beschreibt E die elastischen Eigenschaften eines isotropen homogenen Festkörpers vollständig. Der Schermodul G liefert folglich keine neue Information und muß mit E und ν zusammenhängen. Es gilt

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)}. \quad (2.3)$$

Alle obigen Gleichungen gelten nur, wenn der Körper rein ideal-elastisch ist. Bei Polymeren ist aber insbesondere Gleichung (2.3) bei Raumtemperatur häufig nicht oder nur bei sehr kleinen Deformationen erfüllt.

2.2 Spannungen vor Kerben und Rissen

2.2.1 Spannungsfeld vor einer scharfen Kerbe oder Riß

Für die Beschreibung von ebenen Problemen sind die Airy'schen Spannungsfunktionen nützlich. Gegeben sei eine Funktion $\Phi(x,y)$, aus der sich die Spannungen folgendermaßen berechnen lassen:

$$\sigma_{xx} = \frac{\partial^2}{\partial x^2} \Phi(x,y) \quad ; \quad \sigma_{yy} = \frac{\partial^2}{\partial y^2} \Phi(x,y) \quad ; \quad \tau_{xy} = \frac{\partial^2}{\partial x \partial y} \Phi(x,y). \quad (2.4)$$

Dann erfüllt Φ die Bipotentialgleichung, d. h. es ist

$$\Delta\Delta\Phi(x, y) = 0. \quad (2.5)$$

Hierbei ist Δ der Laplace-Operator, der in kartesischen Koordinaten folgendermaßen aussieht:

$$\Delta = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} \quad (2.6)$$

Die folgende Ableitung erfolgt jedoch in Polarkoordinaten, da dies den Ansatz für Φ erleichtert. Der Ursprung des Koordinatensystems soll dabei mit der Kerb- bzw. Reißspitze zusammenfallen. In der nachfolgenden Skizze ist dies noch einmal verdeutlicht (Abbildung 2.2):

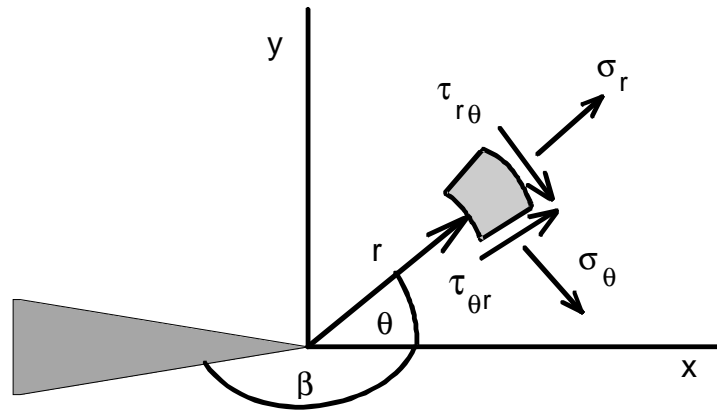


Abbildung 2.2: Definition des polaren Koordinatensystems.

Es gibt beliebig viele Funktionen, die die Bipotentialgleichung (2.5) erfüllen. Es hat sich ein Ansatz als zweckmäßig erwiesen, der ein Produkt aus einer Potenz von r und einer Winkel-funktion $f(\theta)$ ist. Die Airy-Funktion lautet dann

$$\Phi(r, \theta) = r^n f(\theta), \quad (2.7)$$

wobei n eine Konstante ist. Die Ränder des Risses müssen natürlich spannungsfrei sein, was zu folgenden Randbedingungen führt:

$$\begin{aligned} \sigma_\theta(\theta = \pm\beta) &= 0 \\ \tau_{r\theta}(\theta = \pm\beta) &= 0 \end{aligned} \quad (2.8)$$

Daraus folgt nach längerer Rechnung, daß für den mathematischen RiB ($\beta = 180^\circ$) $n = 1/2$ gilt. Nach Rückrechnung auf kartesische Koordinaten erhält man folgende Spannungen vor der Reißspitze:

$$\begin{aligned} \sigma_{xx} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\frac{\theta}{2} \left(1 - \sin\frac{\theta}{2} \cos\frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_{yy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\frac{\theta}{2} \left(1 + \sin\frac{\theta}{2} \cos\frac{3\theta}{2} \right) \\ \tau_{xy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\frac{\theta}{2} \sin\frac{\theta}{2} \cos\frac{3\theta}{2} \end{aligned} \quad (2.9)$$

Die Konstante K_I ist der Spannungsintensitätsfaktor. Er gibt an, wie stark der Spannungsanstieg vor der Rißspitze ist und charakterisiert den Spannungszustand für den linear-elastischen Fall vollständig.

2.2.2 Plastische Verformung an der Rißspitze

Die Spannung vor der Rißspitze verhält sich nach obigem Ergebnis proportional zu $r^{-1/2}$. Das bedeutet, daß die Spannung für $r \rightarrow 0$ divergiert und theoretisch beliebig hohe Spannungen auftreten. Das ist natürlich nicht möglich. Nehmen wir an, daß sich das Material ideal-elastisch-ideal-plastisch verhält, so bildet sich bei Belastung vor der Rißspitze eine plastische Zone, in der die Spannung konstant gleich der Fließspannung ist. Es gibt verschiedene Ansätze, die Größe dieser Zone abzuschätzen.

Der Ansatz von Irwin

Nimmt man in erster Näherung an, daß die Spannung wie nach der linear-elastischen Näherung berechnet mit $r^{-1/2}$ steigt und bei Erreichen der Fließspannung σ_F konstant bleibt, kann man aus Gleichung (2.9) die Größe der plastischen Zone abschätzen. Für die Ebene $\theta = 0$ gilt

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r_y}} = \sigma_F \quad (2.10)$$

und damit

$$r_y = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_F} \right)^2. \quad (2.11)$$

Dies kann so aber nicht stimmen. Durch die Ausbildung der plastischen Zone verkleinert sich die Spannung vor der Rißspitze, da σ_F nicht überschritten werden kann. Um diesen Spannungsabfall zu kompensieren, muß sich die plastische Zone entsprechend vergrößern.

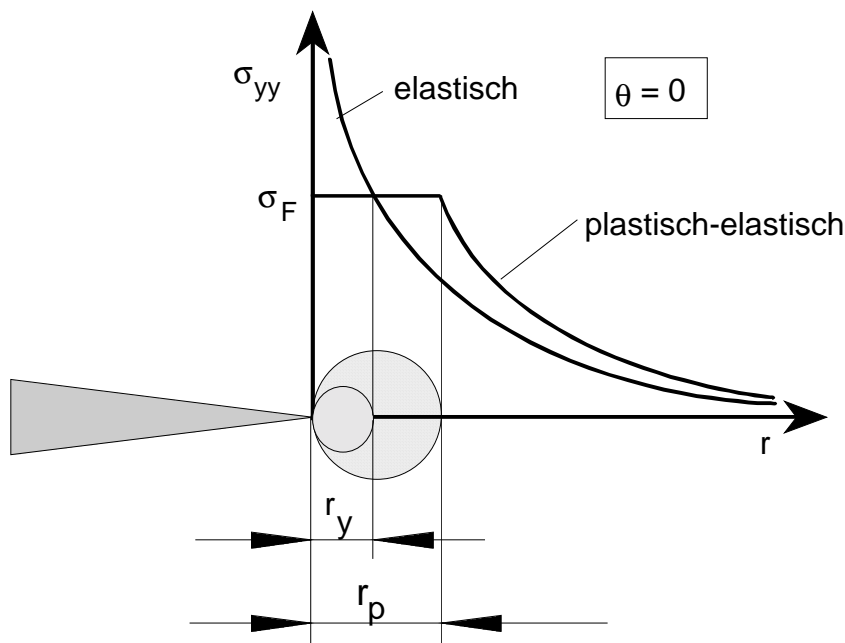


Abbildung 2.3: Veranschaulichung der plastischen Zone vor der Rißspitze nach dem Modell von Irwin.

Aus dem Kräftegleichgewicht findet man

$$\sigma_F r_p = \int_0^{r_y} \sigma_{yy}(r) dr \quad (2.12)$$

und damit für die Größe der plastischen Zone durch die Zonenkorrektur

$$r_p^{(\text{ESZ})} = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_F} \right)^2 = 2 r_y. \quad (2.13)$$

Dies gilt für den ebenen Spannungszustand und *nur* in der Rißebeane $\theta = 0$. Im ebenen Dehnungszustand wird das Fließen durch den mehrachsigen Spannungszustand unterdrückt und es ergibt sich eine etwas kleinere Zone:

$$r_p^{(\text{EDZ})} = \frac{1}{3\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_F} \right)^2. \quad (2.14)$$

Das Modell von Irwin ist lediglich eine grobe Abschätzung der tatsächlichen Verhältnisse. Tatsächlich verhält sich kein Werkstoff wirklich ideal-elastisch–ideal-plastisch, sondern zeigt mit zunehmender Belastung eine Verfestigung. Dies führt zu einer mehr oder weniger starken Abweichung von den geschilderten Verhältnissen, bei Polymeren insbesondere bei höheren Temperaturen.

Modell von Dugdale

Dieses Modell wurde erstmals von Dugdale für die Beschreibung eines Innenrisses in einer unendlich großen Platte mit ESZ entwickelt [Dugdale, 1960]. Das Material soll wieder keine Verfestigung zeigen.

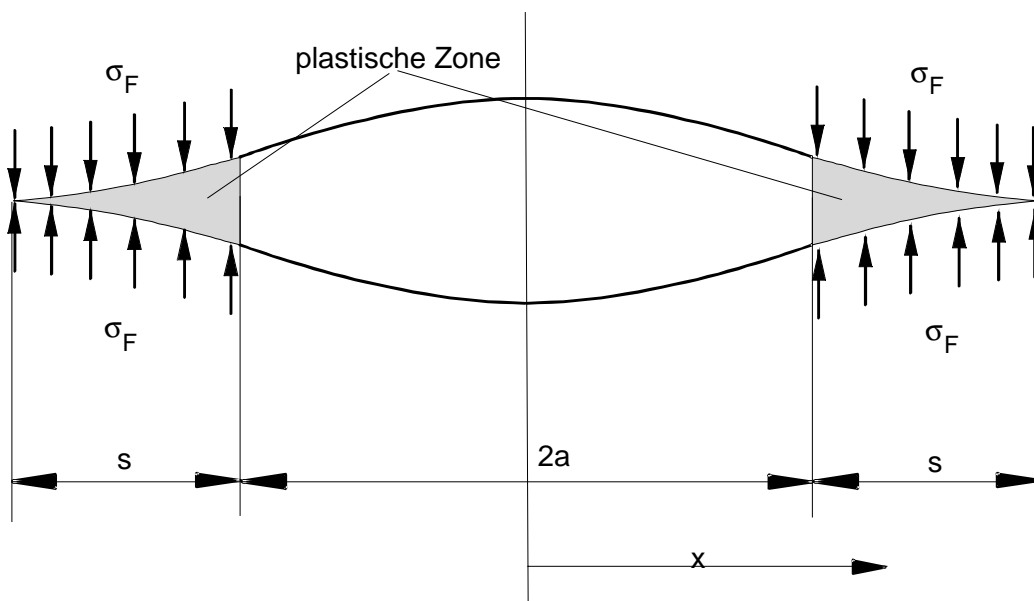


Abbildung 2.4: Plastische Zone an der Rißspitze nach dem Modell von D. Dugdale.

Der Riß habe die Länge $2(a + s)$ und die Platte stehe unter der äußeren Spannung σ_0 . An den beiden Rißspitzen wirkt jeweils auf einer Länge s eine Schließspannung, die dem Betrag nach gleich der Fließspannung σ_F ist. Man spricht auch davon, daß der Riß die reale Rißlänge $2a$

und die fiktive Rißlänge $2(a + s)$ hat. Dies entspricht der Superposition von zwei Spannungszuständen:

- Eines Risses der Länge $2(a + s)$ unter einer äußeren Spannung σ_0 und
- eines Risses derselben Länge ohne äußere Spannung mit Schließspannungen an den Rißspitzen.

Dies macht man sich bei der Berechnung der plastischen Zonen zunutze. Da die Fließspannung nicht überschritten werden kann, ist der Spannungsintensitätsfaktor in der plastischen Zone null. Deshalb muß sie so groß sein, daß der K_I -Wert, der von der Schließspannung an der Stelle $x = a + s$ bzw. $x = -a - s$ verursacht wird, genau dem (negativen) Wert des K_I -Wertes in der Platte ohne Schließspannung bei äußerer Belastung σ_0 entspricht. Die beiden K_I -Werte heben sich an dieser Stelle gegenseitig auf.

Ohne Schließspannung lautet der K_I -Wert in einer unendlich großen Platte mit Innenriß, wie in Abschnitt 2.3.2 gezeigt,

$$K_I = \sigma_0 \sqrt{\pi(a + s)}. \quad (2.15)$$

Der K_I -Wert an der Stelle $x = a + s$, der durch die Schließspannung σ_F erzeugt wird, setzt sich zusammen aus den Schließspannungen beider Rißspitzen und kann analytisch berechnet werden [z. B. Anderson, 1991]. Setzt man das Ergebnis mit dem Ausdruck (2.15) gleich, so erhält man für die Größe der plastischen Zone näherungsweise

$$s = \frac{\pi}{8} \left(\frac{K_I}{\sigma_F} \right)^2. \quad (2.16)$$

Das Ergebnis unterscheidet sich für den ESZ nur durch einen konstanten Faktor $\pi^2/8 \approx 1,23$ vom Irwin-Modell.

In Plexiglas (Polymethylmethacrylat, PMMA) beträgt der K_I -Faktor bei Raumtemperatur etwa $1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und die Fließspannung etwa 50 MPa. Damit kann nach den verschiedenen Modellen die Größe der plastischen Zone r_p berechnet werden. Sie sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Tabelle 1: Größe der plastischen Zonen nach verschiedenen Modellen.

T = 293 K (PMMA)	Irwin (ESZ)	Irwin (EDZ)	Dugdale (ESZ)
r_p [μm]	127	42	157

Obwohl Dugdale dieses Modell ursprünglich entwickelt hat, um die plastische Zone in einer dünnen Metallplatte zu beschreiben, ist es für Metalle schlecht anwendbar. Dagegen zeigen viele Polymere eine Craze-Zone an der Rißspitze, die ziemlich genau der Form entspricht, die in Abbildung 2.4 gezeigt ist. In Kapitel 3 wird darauf näher eingegangen.

2.2.3 Form der plastischen Zone

Die Modelle von Irwin und Dugdale lassen nur eine Abschätzung der plastischen Zone in der Rißebeue zu, sagen aber nichts über deren Form aus. Eine Möglichkeit, die Form der Zonen zu berechnen, bieten die Gleichungen (2.9). Bei mehrachsiger Belastung hat es sich als zweckmäßig erwiesen, als Kriterium für das Versagen eines Werkstoffs die Vergleichsspannung zu betrachten, die von Mises eingeführt hat. Er postulierte, daß plastische Verformung eintritt, wenn die Gestaltänderungsenergie einen kritischen Wert erreicht. Dies führt auf

$$\sigma_v = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2}, \quad (2.17)$$

wobei $\sigma_{1,2,3}$ wieder die Hauptspannungen sind. Sie lassen sich aus den Gleichungen (2.9) sofort berechnen. Setzt man die von Mises-Spannung aus (2.17) gleich der Fließspannung, ergibt sich durch einsetzen der Hauptspannungen und auflösen nach r der Radius der plastischen Zone als Funktion des Winkels θ . Abbildung 2.5 zeigt die Form der so berechneten Zonen im ESZ und EDZ.

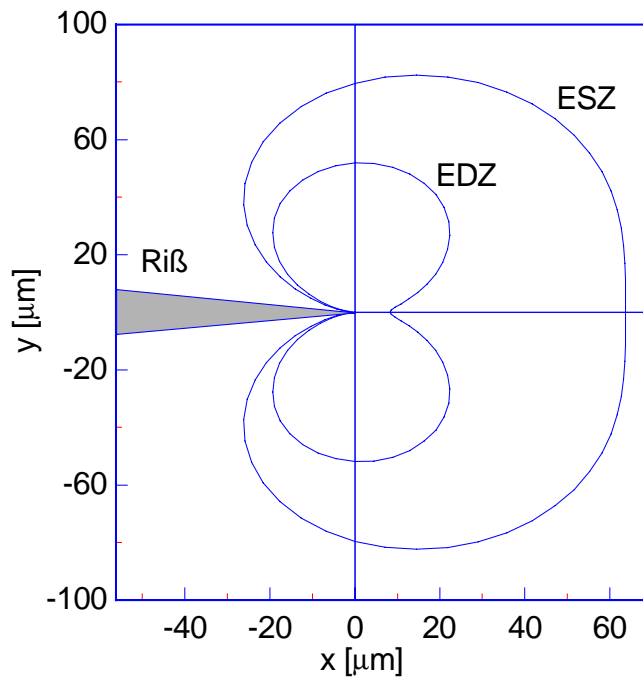


Abbildung 2.5: Veranschaulichung der plastischen Zonen nach dem von Mises-Kriterium. Es wurde wieder eine Fließspannung von 50 MPa und ein K_I -Wert von $1 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ angenommen

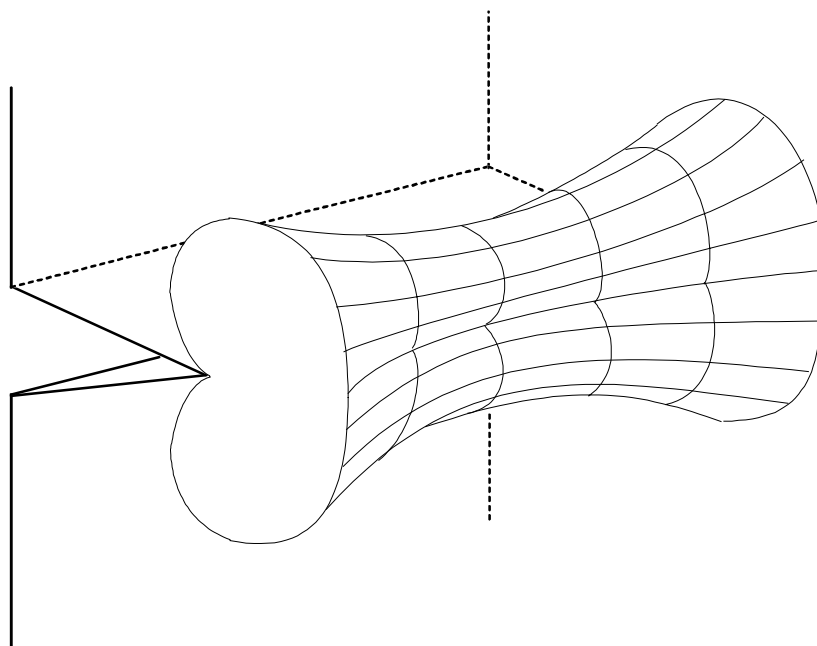


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der „Hundeknochenform“ der plastischen Zone in einem dicken Bauteil mit Riß.

Eine Zonenkorrektur wie beim Irwin-Modell fand hier nicht statt, weshalb die Abmessungen der plastischen Zone für den ESZ dem Wert der Gleichung (2.11) entspricht. Beim EDZ ist interessant, daß die größte Ausdehnung der plastischen Zone in x -Richtung nicht in der Reißebene, sondern in keulenförmigen Bereichen oberhalb und unterhalb der Reißspitze stattfindet. Wie Berechnungen mit finiten Elementen zeigen, ergibt sich im realen Körper durch die Umlagerungen in der plastischen Zone ein lokaler Spannungsabbau, der die Form der plastischen Zonen etwas ändert.

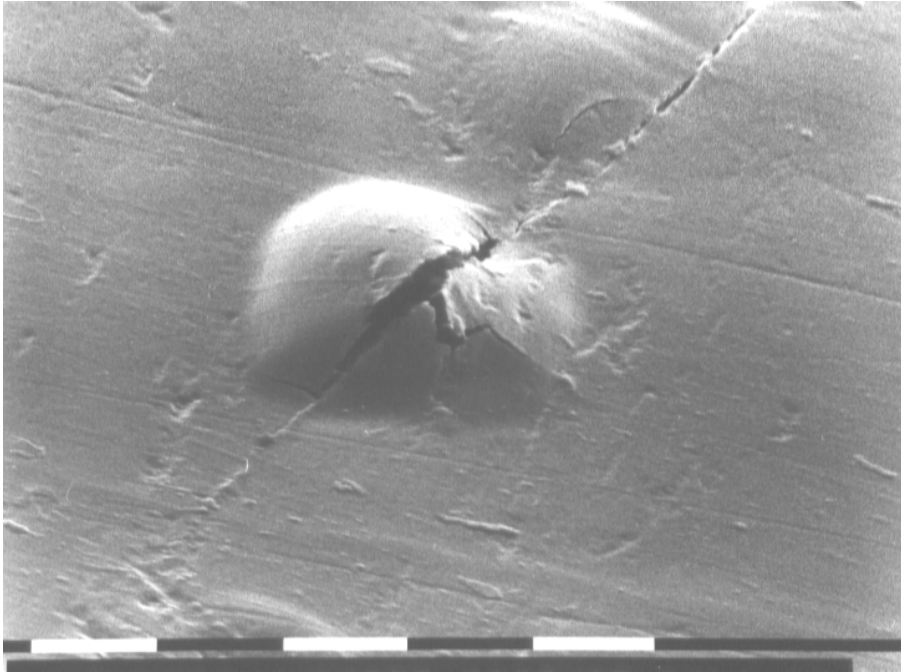


Abbildung 2.7: REM-Aufnahme einer Reißspitze von PMMA bei leichter Belastung. Ein Skalenteil auf dem schwarz-weißen Balken entspricht $10\ \mu\text{m}$.

Oben wurde bereits erwähnt, daß der ebene Dehnungszustand nur im Inneren eines Körpers herrscht. An der Oberfläche entsprechen die Spannungen dem ebenen Spannungszustand. Dies bedeutet, daß die plastische Zone an der Oberfläche eines Körpers immer größer ist als in der Mitte. Sie hat also etwa die Form eines Knochens („Hundeknochenform“). Abbildung 2.6 gibt eine Veranschaulichung dieses Umstandes.

Einen schönen Effekt der plastischen Zone zeigt Abbildung 2.7. Ein Teil einer mit Metall beschichtete Probe, in der ein Riß gestoppt hatte, wurde mit einer kleinen Schraube belastet und im Rastenelektronenmikroskop betrachtet. Man erkennt sehr schön, daß sich im Bereich der plastischen Zone das Material (hier Plexiglas) aufwölbt.

2.3 Rißausbreitung mit der LEBM

2.3.1 Das Energiekonzept der Rißausbreitung

Es existieren verschiedene Grundbelastungsarten von Bauteilen mit Anriß. Je nach dem, ob die Kräfte auf die Seiten des Bauteils, die durch den Riß getrennt sind, senkrecht oder parallel zur Reißebene sind, unterscheidet man drei Moden, die in Abbildung 2.8 veranschaulicht sind.

Bei allen Versuchen in dieser Arbeit wurde die Belastung im Mode I aufgebracht. Alle folgenden Betrachtungen beziehen sich deshalb auf diese Belastungsart.

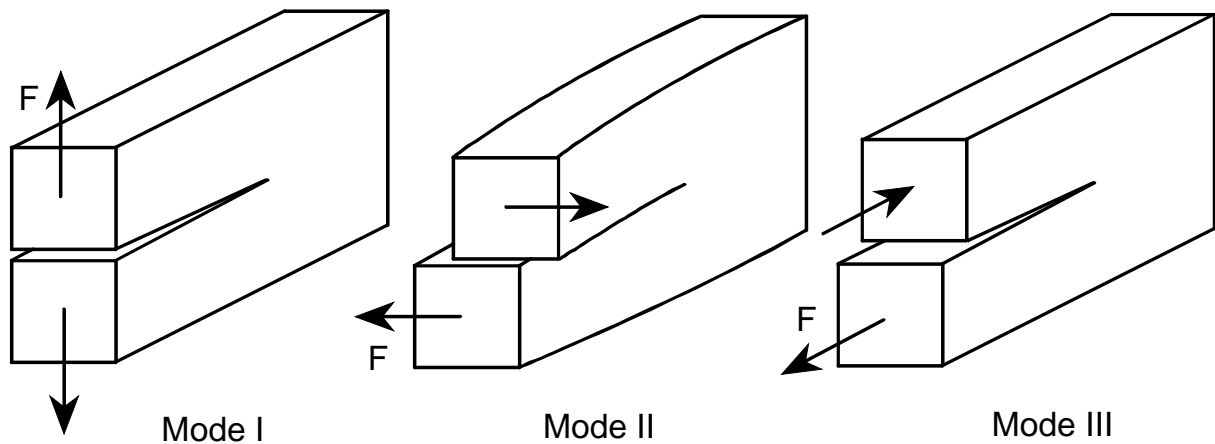


Abbildung 2.8: Die drei Moden der Belastung eines Bauteils mit Ri. Die Pfeile geben die Richtung der Kräfte an.

Fr die Betrachtung des Rifortschritts entwickelte Griffith ein Energiekonzept, bei dem lediglich die Gesamtenergien betrachtet werden [Griffith, 1920]. Eine Kenntnis der Spannungen ist hierbei nicht ntig.

Es wird eine unendlich groe Platte mit Innenri betrachtet, wie in Abbildung 2.9 dargestellt. Vergrert sich der Ri, so mu eine neue Oberflche geschaffen werden. Dazu werden Bindungen zwischen den Moleklen und auch kovalente Bindungen innerhalb der Molekle aufgebrochen. Die Energie, die dazu ntig ist, nennt man die Oberflchenenergie U_γ . Sie ist proportional zur gebildeten Bruchflche $dA = B da$, und daher gilt bei Verlngerung des Risses von a auf $a + da$

$$dU_\gamma = 2\gamma dA . \quad (2.18)$$

γ ist dabei die spezifische Oberflchenenergie. Der Faktor 2 in Gleichung (2.18) rhrt daher, da sich γ auf die gebildete Oberflche bezieht und beide Riufer bercksichtigt werden mssen.

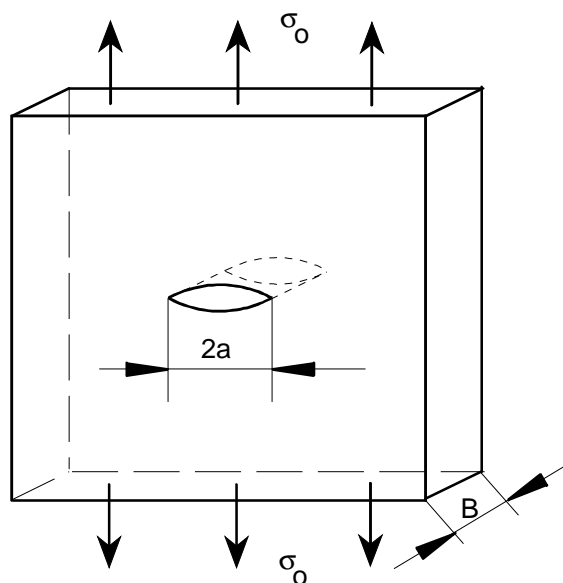


Abbildung 2.9: Zum Energiekonzept von Griffith: Unendlich groe Platte mit Innenri.

Die Energie fr die Riverlngerung kann entweder aus einer Abnahme der elastisch gespeicherten Energie der Probe U_{el} oder aus der ueren Arbeit U_A stammen. Im Gegensatz zu U_A

muß die elastische Energie negativ gezählt werden, da sie dem System – also der Probe – verloren geht. Als Differenz erhält man die Energie, die dem Riß bei Verlängerung pro Rißfläche zur Verfügung steht und bezeichnet sie als **Energiefreisetzungsrates** G_I . Man definiert also:

$$G_I = \frac{d}{dA} (U_A - U_{el}). \quad (2.19)$$

Die für die Bildung eines Risses notwendige Energie wurde oben als die Energie angenommen, die notwendig ist, um die Bindungen der Atome aufzubrechen, die durch den Riß getrennt werden. Im realen Material ist die tatsächlich nötige Energie aber deutlich höher. Durch die Bildung der plastischen Zone vor der Rißspitze kommt es zu Umlagerungen der Moleküle in diesem Bereich. Diese Prozesse brauchen ebenfalls eine Energie U_{pl} , die zusammen mit U_γ als **Bruchenergie** R bezeichnet wird. Man definiert deshalb

$$R = \frac{d}{dA} (U_\gamma + U_{pl} + \dots) = 2\gamma + \frac{d}{dA} (U_{pl} + \dots). \quad (2.20)$$

Insbesondere bei instabil, also schnell laufenden Rissen, kommen noch weitere Beiträge zu R hinzu, z. B. durch von der Rißspitze ausgesandte Schallwellen und die kinetische Energie der Rißflanken, was durch die Punkte in Gleichung (2.20) angedeutet ist. Bei quasistatischen Rissen ist jedoch U_{pl} der größte Beitrag zur Energiedissipation in Polymeren.

Mit dem Energiekonzept kann jetzt eine Bedingung für die Rißausbreitung definiert werden:

- $G_I < R$: Es ist keine Rißausbreitung möglich
- $G_I = R$: Gilt diese Bedingung für jede Rißlänge so liegt eine stabile Rißausbreitung vor.
- $G_I > R$: Der Riß breitet sich instabil und beschleunigt aus.

Die Energiefreisetzungsrates, bei der gerade Rißausbreitung möglich wird, nennt man die **kritische Energiefreisetzungsrates** und bezeichnet sie im Fall einer Mode I-Belastung mit G_{Ic} .

2.3.2 Das K -Konzept bei der Rißausbreitung

Statt über die Energie kann man die Rißausbreitung auch durch den Spannungsanstieg vor der Rißspitze verstehen. Wird dort eine kritische Spannung erreicht, kann das Material nicht mehr widerstehen und der Riß verlängert sich. Für ein Bauteil der Länge W macht man folgenden Ansatz:

$$K_I = \sigma \sqrt{a} Y(a/W). \quad (2.21)$$

Hierbei ist K_I wieder der bereits bei der Analyse des Spannungsfeldes vor der Rißspitze eingeführte Spannungsintensitätsfaktor (siehe Abschnitt 2.2.1), σ eine Vergleichsspannung, die durch die äußeren Kräfte hervorgerufen wird, und a die Rißlänge. $Y(a/W)$ ist eine Funktion, die von der Geometrie des Bauteils bestimmt wird. Die absolute Rißlänge geht nicht ein, da Y nur vom Verhältnis von a und W abhängt.

Welche Spannung σ in die Gleichung eingeht, ist zunächst beliebig; meist nimmt man die gesamte äußere Kraft und teilt sie durch den gesamten Querschnitt des Bauteils. Wie die Kraft in die Probe eingebracht wird, ist durch die Geometriefunktion Y berücksichtigt. Zur Berechnung von K_I wird Y so gewählt, daß bei gegebener Belastung σ und bekannter Rißlänge a Gleichung (2.21) den K_I -Wert wiedergibt, der sich aus dem linear-elastischen Spannungsfeld vor der Rißspitze nach Gleichung (2.9) ergibt.

Für einige spezielle Anordnungen kann man Y leicht angeben. Im oben gezeigten Beispiel einer unendlich großen Platte mit Innenriß gilt, solange a klein gegen die Probengröße ist,

$$Y = \sqrt{\pi} \quad (2.22)$$

unabhängig von der Rißlänge. Meist ist Y aber nicht so einfach und hängt bei endlich großen Proben natürlich auch von der relativen Rißlänge ab. Auf die Bestimmung wird im nächsten Abschnitt eingegangen.

Der K_I -Wert, bei dem gerade Rißverlängerung eintritt, nennt man den **kritischen Spannungsintensitätsfaktor** oder die **Rißzähigkeit** und bezeichnet ihn bei einer Mode I-Belastung und ebenem Dehnungszustand mit K_{Ic} .

2.3.3 Zusammenhang zwischen K_I und G_I und die Y -Funktion

Es ist klar, daß die Konzepte des Spannungsintensitätsfaktors und der Energiefreisetzungsrate zusammenhängen müssen. Irwin zeigte, daß im ideal-elastischen Fall zwischen beiden Größen der Zusammenhang

$$K_I^2 = G_I E^* \quad (2.23)$$

gilt [Irwin, 1956]. E^* ist der reduzierte E-Modul. Je nach Spannungszustand gilt:

$$E^* = \begin{cases} E & \text{ebener Spannungszustand} \\ \frac{E}{1-\nu^2} & \text{ebener Dehnungszustand} \end{cases}$$

Auch für die kritischen Werte ist diese Gleichung gültig. Damit kann man die in Gleichung (2.21) eingeführte Y -Funktion auf die Nachgiebigkeit oder Compliance zurückführen.

Es sei ein beliebiges Bauteil der Breite B und Länge W gegeben. Die Spannung σ läßt sich durch $\sigma = F/(B \cdot W)$ ersetzen. Gleichung (2.21) lautet dann

$$K_I = \frac{F}{B\sqrt{W}} \sqrt{\frac{a}{W}} Y(a/W). \quad (2.24)$$

In der nachfolgenden Betrachtung ist es nützlich, statt der absoluten Rißlänge a die reduzierte Rißlänge

$$\alpha = \frac{a}{W} \quad (2.25)$$

einzuführen. Da a nicht größer als W sein kann, bewegen sich die Werte von α zwischen 0 und 1. Damit ergibt sich

$$K_I = \frac{F}{B\sqrt{W}} \sqrt{\alpha} Y(\alpha) = \frac{F}{B\sqrt{W}} Y^*(\alpha). \quad (2.26)$$

Hierbei wurde $Y^*(\alpha) = \sqrt{\alpha} Y(\alpha)$ gesetzt.

Um die Y -Funktion zu bestimmen, kann man sich der Compliance bedienen. Sie ist definiert ist als Quotient aus der Verschiebung der Kraftangriffspunkte δ und der anliegenden Kraft F

$$C = \frac{\delta}{F}. \quad (2.27)$$

Die in der Probe gespeicherte elastische Energie berechnet sich im linear-elastischen Fall zu

$$U_{\text{el}} = \int_0^{\delta} F(\delta') d\delta' = \frac{1}{2} F \delta = \frac{1}{2} C F^2. \quad (2.28)$$

Die Arbeit der äußeren Kräfte beträgt

$$U_A = \int F d\delta = \int F(a) \frac{d\delta(a)}{da} da \quad (2.29)$$

Damit folgt für die Energiefreisetzungsrate der Gleichung (2.19) nach einiger Rechnung

$$G_I = \frac{F^2}{2B} \frac{dC}{da}. \quad (2.30)$$

Führt man die dimensionslose Compliance $\lambda(\alpha)$ durch

$$\lambda(\alpha) = E^* B C(\alpha) \quad (2.31)$$

ein, so erhält man eine Größe, die nur noch von der Rißlänge, nicht aber von den Materialparametern abhängt. Zusammen mit der Irwin-Beziehung folgt dann aus Gleichung (2.30)

$$K_I = \frac{F}{B\sqrt{W}} \sqrt{\frac{1}{2} \frac{d\lambda(\alpha)}{d\alpha}} \quad (2.32)$$

und durch Vergleich mit Gleichung (2.26)

$$Y^*(\alpha) = \sqrt{\frac{1}{2} \frac{d\lambda(\alpha)}{d\alpha}}. \quad (2.33)$$

Die Y - bzw. die Y^* -Funktion läßt sich also durch die Ableitung der relativ leicht meßbaren Compliance bestimmen.

2.4 Instabile Riausbreitung

2.4.1 Instabile Riausbreitung mit der LEBM

Um die Ausbreitung von instabilen Rissen theoretisch zu untersuchen, wurden verschiedene Ansätze verwendet. Einer davon basiert auf der LEBM. Dabei wird angenommen, daß sich der Probenkörper ständig im Gleichgewicht der Kräfte befindet und so eine Beschreibung mit Hilfe der Compliance bzw. der Y -Funktion ausreicht. Bei der Einführung der Energiefreisetzungsrates wurde als Bedingung für instabilen Rifortschritt $G_I > R$ genannt. Abbildung 2.10 illustriert diesen Zusammenhang bei einer Riverlängerung, falls R konstant ist.

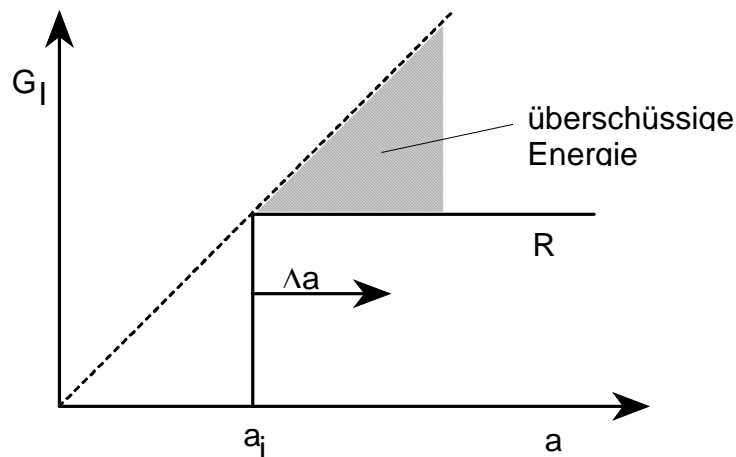


Abbildung 2.10: Energieüberschu bei instabiler Riausbreitung [nach Anderson, 1991].

Liegt eine Probe vor, deren G_I -Wert mit der Rilänge abnimmt, so mu die Bruchenergie am Anfang des instabilen Rifortschritts noch schneller abfallen, damit dem Ri ein Überschuß an Energie zur Verfügung steht.

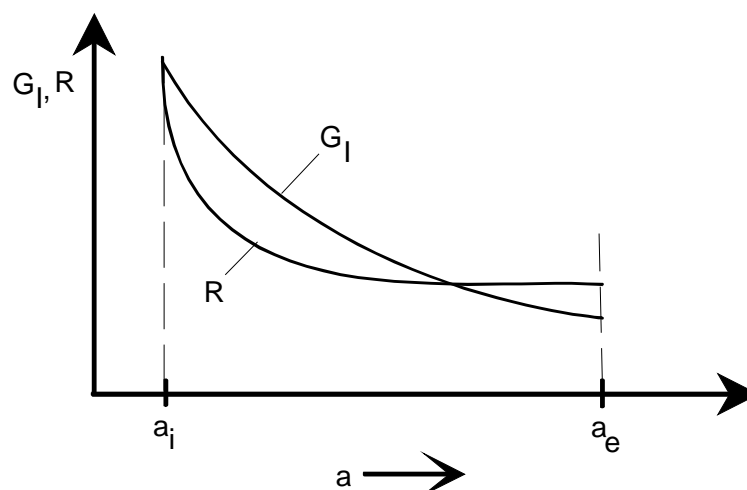


Abbildung 2.11: Quasistatische Energiefreisetzung- und Bruchenergiekurven bei instabiler Riausbreitung von a_i bis a_e (Darstellung nach Anderson, 1992).

Die Differenz zwischen R - und G_I -Wert geht in die kinetische Energie des Risses und eventuell in weitere Energiebeiträge, wie emittierten Schall. Damit erhält man für die Energiefreisetzungsrates in Erweiterung von Gleichung (2.19)

$$G_I = \frac{d}{dA} (U_A - U_{el} + U_{kin})$$

U_A ist wieder die Arbeit der äußeren Kräfte und U_{kin} die kinetische Energie. Wie Abbildung 2.11 illustriert, erfolgt der Rißstopp im allgemeinen nicht bei der Rißlänge, bei der sich die R und G_I -Kurve schneiden. Durch die noch in der Probe vorhandene kinetische Energie schreitet der Riß etwas weiter fort, ehe er stoppt.

2.4.2 Kontinuumsmechanisches Modell

Es liegt nahe, die Rißgeschwindigkeit einfach aufgrund der elastischen Eigenschaften der Probe zu berechnen und eine entsprechende Energiebilanz aufzustellen. H. Bergkvist entwickelte ein entsprechendes Modell [Bergkvist, 1973, 1974a, 1974b]. Bei der theoretischen Beschreibung ging er von der Annahme aus, daß sich die Rißgeschwindigkeit im wesentlichen durch die freigesetzte Energie beschreiben läßt, der Riß also umso schneller läuft, je mehr Energie ihm zur Verfügung steht. Zur Berechnung dieser Energie bediente er sich der linear elastischen Bruchmechanik und beschrieb den Riß durch das J -Integral [Rice, 1968]. Bei rein elastischen Verhältnissen entspricht $J(a)$ genau der Energiefreisetzungsrates.

In diesem Modell ist sowohl der Energiefluß zur Rißspitze als auch die Bruchenergie abhängig von der Rißgeschwindigkeit. Für den Energiefluß wird das Produkt aus J -Funktion und einer dynamischen Funktion angesetzt, die nur von der Rißgeschwindigkeit c abhängt. Die Bruchenergie soll ebenfalls ausschließlich von der momentanen Rißgeschwindigkeit abhängen, so daß man letztendlich zur Beschreibung der Rißdynamik folgende Gleichung erhält:

$$J(a) = f(c). \quad (2.34)$$

Die Funktion $f(c)$ kann aus anderen Experimenten bestimmt werden, und so ergibt sich schließlich die Rißlänge als Funktion der Rißgeschwindigkeit implizit durch Gleichung (2.34). Bergkvist erzielte in seinem experimentellen Aufbau eine recht gute Übereinstimmung zwischen Theorie und Versuch an PMMA-Platten. Da die Probe als ganzes betrachtet wird, kann das Modell natürlich das „Feinverhalten“ beim Bruch nicht vorhersagen.

2.4.3 Atomistische Modelle von Rissen

Neben dem Ansatz über die LEBM wurden in den letzten Jahren zunehmend atomistische Modelle entwickelt. Hierzu gibt es zwei Ansätze:

- Der Körper wird als Kristall angesehen mit einzelnen Atomen, die untereinander z. B. durch ein Lennard-Jones-Potential wechselwirken. Die Berechnung erfolgt dann durch molekulardynamische Simulation. Eine Plastifizierung des Materials an der Rißspitze kann in diesen Modellen nicht erfolgen und der Riß erfolgt rein spröde [z. B. Abraham 1994; Zang u. Wang, 1996; Holian u. Thomson, 1997].
- Es werden Modelle des Risses berechnet, die auf die tatsächliche Mikrostruktur des Körpers keine Rücksicht nehmen. Ein sehr gängiges Modell ist das Federmodell, bei dem die einzelnen „Atome“ durch elastische Federn verbunden sind. Bei einer bestimmten Dehnung zerreißen die Federn und es bildet sich ein Riß [z. B. Ashurst u. Hoover, 1976; Williams, 1987; Marder, 1993].

Der Vorteil dieser Modelle ist, daß sich dadurch die Ausbreitungsdynamik eines Risses auf kleinen Skalen recht gut modellieren läßt.

Fineberg, Grossmann, Marder, Liu und andere führten mehrere Untersuchungen über die Rißausbreitung in PMMA-Platten bei Raumtemperatur durch [Fineberg et al., 1991 u. 1992; Sharon u. Fineberg, 1996]. Sie beobachteten, daß die Rißausbreitung ab einer bestimmten Geschwindigkeit instabil wurde und ein „verbotenes Band“ der Rißausbreitungsgeschwindigkeit existiert. Mit Hilfe eines Federmodells waren sie in der Lage, dieses Verhalten zu beschreiben [Marder u. Gross, 1995; Marder u. Liu, 1993]. Auch existieren verschiedene Simulationsrechnungen, die das oft beobachtete Verzweigen des Risses („branching“) [z. B. Doyle, 1983] und damit das Auftreten einer rauen Bruchfläche erfolgreich modellieren konnten [Sharon et al., 1995; Zhang u. Wang, 1996].

Der Verlauf der Rißgeschwindigkeit auf großen Skalen läßt sich durch solche Modelle in der Regel jedoch nicht verstehen. Es wird nur ein sehr kleiner Ausschnitt des Gesamtkörpers simuliert, selbst wenn man wie Abraham Millionen von Atomen berechnet [Abraham et al., 1994]. Darüber hinaus ist es mit vernünftigem Aufwand nur möglich, regelmäßig aufgebaute Festkörper zu modellieren. Um mit molekulardynamischen Methoden Risse in Polymeren zu untersuchen, müßte ein Aufwand getrieben werden, der die Kapazitäten heutiger Rechner übersteigt.

Beide Vorgehensweisen, atomistisches Modell und Berechnungen auf Grundlage der LEBM, haben ihre Berechtigung. Sie erklären jedoch immer nur einen Aspekt des gesamten Bruchvorgangs. Besonders in Polymeren sind die Vorgänge in der Rißspitze bei Belastung bereits sehr kompliziert und schwer zu modellieren. Für dynamische Bruchvorgänge fehlt ein verlässlicher Ansatz, um das Verhalten genau beschreiben können und die unterschiedlichen Morphologien berücksichtigen zu können.

2.4.4 Einfluß des Spannungszustands auf die Rißgeschwindigkeit

Die Rißgeschwindigkeit hängt von der anliegenden Spannung ab. Dies gilt auch für unterkritisches Rißwachstum, wie z. B. für PMMA gezeigt wurde [Döll et al., 1980]. Abbildung 2.12 zeigt den prinzipiellen Verlauf der Rißgeschwindigkeit als Funktion des anliegenden K_I -Faktors. Auch für Glas wurde für unterkritisches Rißwachstum ein solcher Zusammenhang gemessen [Virkar, 1980].

Für stabilen Rißfortschritt bei K_I -Werten unterhalb des kritischen Wertes K_{Ic} läßt sich die Abhängigkeit durch die Reaktion des polymeren Werkstoffs verstehen, wenn man annimmt, daß der E-Modul zeitabhängig ist. Dieses Kriechen wird hierbei durch ein Exponentialgesetz beschrieben [Kinloch u. Young, 1983]:

$$E(t) = E_0 t^{-n} \quad (2.35)$$

t ist hierbei die Zeit und n eine positive Zahl. Die Zeit t_D , die dem Material in der Craze- bzw. plastischen Zone zur Verfügung steht, um auf die äußere Belastung zu reagieren, ist gegeben durch die Rißgeschwindigkeit und die Ausdehnung der Zone nach Gleichung (2.16):

$$t_D = \frac{s}{\dot{a}}. \quad (2.36)$$

Zusammen mit der Rißöffnung der plastischen Zone nach dem Dugdale-Modell δ_c (siehe Abschnitt 3.4.1) ergibt sich

$$K_I = \sqrt{s \epsilon_c} \left(\frac{8 \epsilon_c}{\pi \delta_c} \right)^n E_0 \dot{a}^n. \quad (2.37)$$

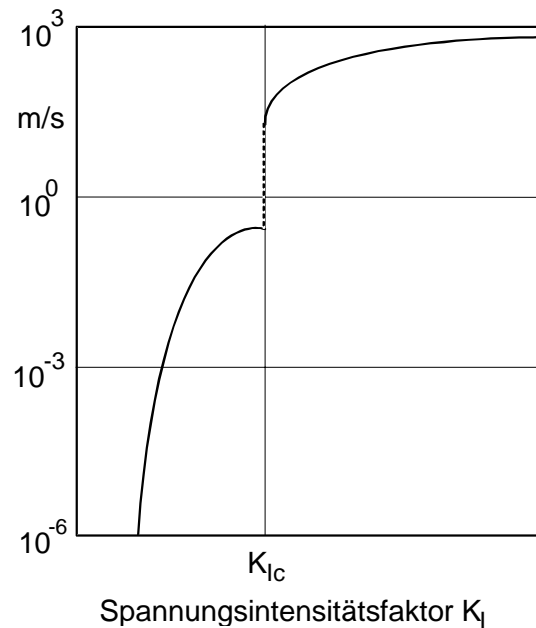


Abbildung 2.12: Schematischer Verlauf der Bruchgeschwindigkeit als Funktion des Spannungsintensitätsfaktors für PMMA bei Raumtemperatur [nach Döll et al., 1980; ähnlich in Kerkhof, 1976].

Hierbei ist ε_c die kritische Dehnung des Materials. Die Rißgeschwindigkeit ist also proportional zu $K_I^{1/n}$, wie in Abbildung 2.12 dargestellt. Eine wesentliche Rolle spielt dies aber nur, solange die Rißausbreitungsgeschwindigkeit klein ist, also stabil erfolgt, da sonst das Fließen in der plastischen Zone unterdrückt ist. Der Exponent n hängt mit der mechanischen Dämpfung zusammen (siehe Abschnitt 2.5), und man findet

$$\tan \delta = \tan \frac{\pi n}{2}. \quad (2.38)$$

Für die instabile Rißausbreitung existiert kein einfaches Modell, das den Zusammenhang zwischen der freigesetzten Energie und der Rißgeschwindigkeit erklären könnte. Zwar hängt die Rißgeschwindigkeit stark von der freigesetzten Energie ab, auf welchen atomistischen Prozessen dies beruht, ist aber bisher unklar geblieben.

2.4.5 Grenze der Rißgeschwindigkeit

In den Analysen von Mott und Freund tritt die Rißgeschwindigkeit bei instabilem Riß unabhängig vom Spannungszustand des Bauteils auf [Mott, 1948; Freund, 1972], während bei Bergkvist über das J -Integral eine solche Abhängigkeit besteht. Messungen unter anderem von Dear haben gezeigt, daß die Rißausbreitungsgeschwindigkeit tatsächlich vom Spannungszustand des Körpers abhängt und daß eine obere Grenzgeschwindigkeit existiert [Dear, 1996].

Für den speziellen Fall der instabilen Rißausbreitung in einer unendlich großen Platte (siehe Abbildung 2.9) machte Mott eine Dimensionsanalyse [Mott, 1948] und erhielt für die Geschwindigkeit c eines instabil laufenden Risses den Ausdruck

$$c = \sqrt{\frac{2\pi}{k}} c_\ell \left(1 - \frac{a_0}{a}\right), \quad (2.39)$$

wobei k eine Konstante, $c_\ell = \sqrt{E/\rho}$ die longitudinale Schallgeschwindigkeit, a_0 die initiale und a die aktuelle Rißlänge ist. Roberts und Wells berechneten für den Ausdruck $\sqrt{2\pi/k}$ den Wert 0,38 [Roberts u. Wells, 1954]. Freund zeigte später, daß für einen Riß in einem unendlichen Körper die Rayleigh-Geschwindigkeit c_R (siehe Abschnitt 2.4.6) die beherrschende Größe ist und daß gilt [Freund, 1972; Freund, 1990]

$$c = c_R \left(1 - \frac{a_0}{a}\right). \quad (2.40)$$

Auch schon bei Broberg findet sich die Rayleigh-Geschwindigkeit als Grenze der instabilen Rißausbreitungsgeschwindigkeit [Broberg, 1961]. Diese Gleichungen gelten nur, wenn die Rißlänge klein ist im Vergleich zu den Probedimensionen. Allerdings ist die Rayleigh-Geschwindigkeit auf jeden Fall und bei jeder Belastung die höchste Rißgeschwindigkeit, die auftreten kann. Für PMMA bei Raumtemperatur beträgt sie $926 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ [Fineberg et al., 1992].

2.4.6 Rayleigh-Wellen

In einem Festkörper gibt es zwei Arten von Schallwellen: longitudinale, bei denen Ausbreitungsrichtung und Amplitude parallel sind, und transversale Wellen, bei denen die Auslenkung der Welle senkrecht auf der Ausbreitungsrichtung steht. Darüber hinaus sind noch Oberflächenwellen an den spannungsfreien Flächen eines Festkörpers möglich, die Rayleigh-Wellen genannt werden.

Die Oberfläche eines im Halbraum $z < 0$ unendlich ausgedehnten Körpers sei die x - y -Ebene ($z = 0$) und die Amplitude der Rayleigh-Welle weise in z -Richtung. Die Wellengleichung lautet dann [Trigg, 1991]

$$\frac{\partial^2}{\partial t^2} u - c \Delta u = 0. \quad (2.41)$$

u ist die Auslenkung der Welle, c die Ausbreitungsgeschwindigkeit und Δ der Laplace-Operator. Die Auslenkung in z -Richtung fällt exponentiell ab, so daß die Wellen nur durch eine Superposition von Dilatations- und Scherungswellen beschrieben werden können. Eine analytische Lösung der Gleichung (2.41) ist dann möglich.

Für die Phasengeschwindigkeit der Rayleigh-Wellen erhält man [Franke, 1969]

$$c_R = \sqrt{2 \left(1 - \frac{1}{\sqrt{3}}\right) \frac{G}{\rho}} = 0,9194 \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (2.42)$$

G ist der Schermodul und ρ die Dichte des Materials. Damit ergibt sich beispielsweise für PMMA mit einem Wert von $E = 3000 \text{ MPa}$, einer Dichte von $1,18 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ und einer Poisson-Zahl von 0,326 bei Raumtemperatur eine Rayleigh-Geschwindigkeit von

$$c_R = 0,9194 \sqrt{\frac{E}{2(1+\nu)\rho}} = 900 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}.$$

Dies entspricht ziemlich genau dem gemessenen Wert von $926 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ [Fineberg et al., 1992].

2.5 Mechanische Dämpfung

Die meisten Werkstoffe sind nur bis zu einer gewissen Grenze linear-elastisch. Danach zeigen sich plastische Anteile im Belastungsverhalten. Trägt man bei wechselnder Belastung die Kraft gegen die Dehnung eines solchen Werkstoffs ab, so erhält man einen Verlauf wie in Abbildung 2.13 skizziert. Es ergibt sich eine Phasenverschiebung zwischen σ und ϵ , also eine Hysterese. Der Flächeninhalt, den die Kraft-Dehnungs-Kurve umschließt, ist ein Maß für die bei einem Zyklus im Bauteil eingebrachte Energie.

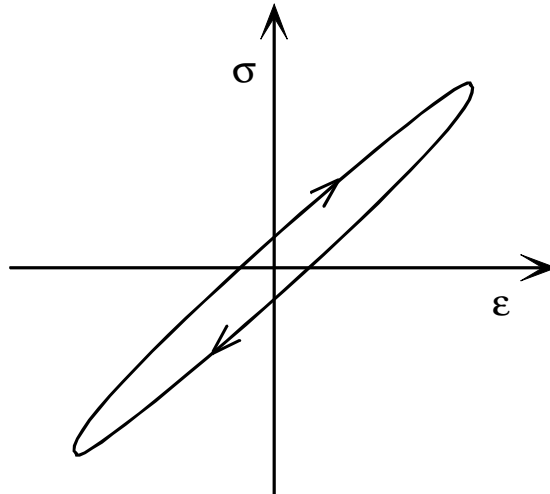


Abbildung 2.13: Kraft-Dehnungs-Diagramm bei zyklischer Verformung mit starkem plastischen Anteil.

Für die Beschreibung dieses Verhaltens ist es zweckmäßig, eine komplexe Spannung σ und Dehnung ϵ einzuführen. Der Einfachheit halber liege eine einachsige Belastung vor. Bei einer zyklischen Belastung des Bauteils mit der Frequenz $\nu = \omega/2\pi$ erhält man

$$\sigma = \sigma_0 e^{i\omega t} \quad ; \quad \epsilon = \epsilon_0 e^{i(\omega t - \delta)}.$$

Hier bei ist $i = \sqrt{-1}$ und δ die Phasenverschiebung zwischen Spannung und Dehnung. Für das Hooke'sche Gesetz muß der E-Modul ebenfalls komplex werden:

$$E = E' + iE''.$$

Der Quotient aus Spannung und Dehnung ergibt dann

$$\frac{\sigma}{\epsilon} = E = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} e^{i\delta} = E_0 (\cos \delta + i \sin \delta)$$

und es gilt

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad \text{und} \quad E_0 = \sqrt{E'^2 + E''^2}.$$

Dieselben Beziehungen gelten entsprechend auch für Torsionsschwingungen, und damit ebenso

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'}. \quad (2.43)$$

Der Name Verlustfaktor rührt daher, daß das Verhältnis der auf dem ersten Viertel der Schwingung im Bauteil durch Plastifizierung deponierten Energie ΔW zur maximalen elastischen Energie W_{\max} gegeben ist durch

$$\tan \delta = \frac{\Delta W}{W_{\max}}. \quad (2.44)$$

$\tan \delta$ ist also ein Maß dafür, wie groß die plastischen Verformungen im Festkörper sind. Im linear-elastischen Fall gilt natürlich $\tan \delta = 0$.

3 Kryogene Eigenschaften von Polymeren

3.1 Chemische Struktur

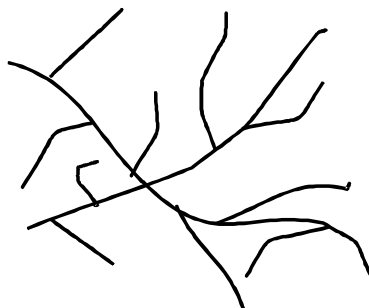
Ein Polymer¹ ist ein langes Molekül, dessen Atome entlang der Kette hauptsächlich durch kovalente Bindungen zusammen gehalten werden. Es besteht aus einzelnen Bausteinen, den Monomeren, aus denen es sich durch Polymerisation bildet. Besteht das Polymer nur aus Monomeren einer Sorte, so spricht man von Homopolymeren, sind mehrere verschiedene Monomere beteiligt, von Copolymeren.

Alle Polymere bestehen aus Kohlenstoff-Verbindungen. Auch viele biologische Moleküle, wie die DNA, sind polymerer Natur. Im folgenden sind aber, wenn von Polymeren oder polymeren Werkstoffen gesprochen wird, immer Kunststoffe gemeint, die technisch auf der Basis von Erdöl hergestellt werden.

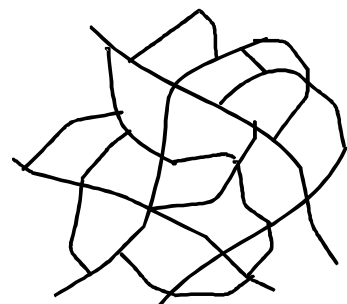
Die Polymer-Moleküle können sehr unterschiedliche Anordnungen aufweisen. Manche Polymere sind einfach lineare Ketten, andere weisen große Seitenketten auf und wieder andere bilden ein hochverzweigtes Netzwerk. Durch die unterschiedlichen Monomere (Primärstruktur) und die verschiedenen Möglichkeiten der Vernetzung (Sekundärstruktur) variieren die Polymere sehr in ihren chemischen und physikalischen Eigenschaften. Gibt man darüber hinaus – was in der technischen Anwendung fast immer geschieht – noch Füllstoffe in den Kunststoff, so lassen sich die unterschiedlichsten Werkstoffe herstellen: Hochtransparentes Plexiglas, äußerst dehnbares Gummi oder hochbeständige Lacke.



lineares Polymer



verzweigtes Polymer



vernetztes Polymer

Die Polymere lassen sich in drei Klassen einteilen: *Thermoplaste* sind lineare oder verzweigte Polymere, die beim Erwärmen erweichen und schließlich bei einer bestimmten Temperatur schmelzen. *Duroplaste* hingegen sind stark vernetzte Polymere, die beim Erhitzen eher chemisch degenerieren als schmelzen. *Gummi* zeichnet sich durch eine sehr hohe Dehnfähigkeit aus und zeigt Entropieelastizität.

¹ Der Begriff „Polymer“ wird in dieser Arbeit – wenn keine Verwechslung möglich ist – sowohl als Bezeichnung für ein einzelnes polymeres Molekül als auch für einen Werkstoff verwendet, der aus solchen Molekülen aufgebaut ist.

Neben der Struktur der Moleküle selbst – also verzweigt oder linear – spielt auch noch die Anordnung der Moleküle untereinander eine wichtige Rolle. Innerhalb der Thermoplaste unterscheidet man so zwei weitere Unterklassen: Ist das Polymer weitgehend linear und weist nur kleine Seitengruppen auf, so können sich die Moleküle in kleineren Bereichen parallel zueinander anordnen und bilden so einen kleinen Kristallit. Man spricht dann von *teilkristallinen Polymeren*. Weisen die Polymerketten größere Seitengruppen auf, so ist die Bildung von derartigen Kristalliten nicht möglich und es entsteht ein *homogenes* oder *amorphes Polymer*.

Die Kristallite in teilkristallinen Thermoplasten wirken wie Phasengrenzen, an denen sich die physikalischen Eigenschaften, wie der Brechungsindex, sprunghaft ändern. Licht wird an diesen Grenzen gestreut und so sind sie in der Regel nicht optisch transparent. Ein Beispiel dafür ist Polyethylen, aus dem häufig Kunststofffolien hergestellt werden. In glasartigen Thermoplasten fehlen solche Phasengrenzen und sie sind mehr oder weniger gut transparent. Ein bekannter Vertreter dieser Klasse ist das Plexiglas.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden ausschließlich Thermoplaste untersucht: Zwei amorphe Thermoplaste, Polykarbonat (PC) und Polymethylmethacrylat (PMMA), und zwei teilkristalline, Polytetrafluorethylen (PTFE) und Polyamid12 (PA12). In Abbildung 3.1 ist die chemische Strukturformel der Monomereinheit dieser Polymere dargestellt.

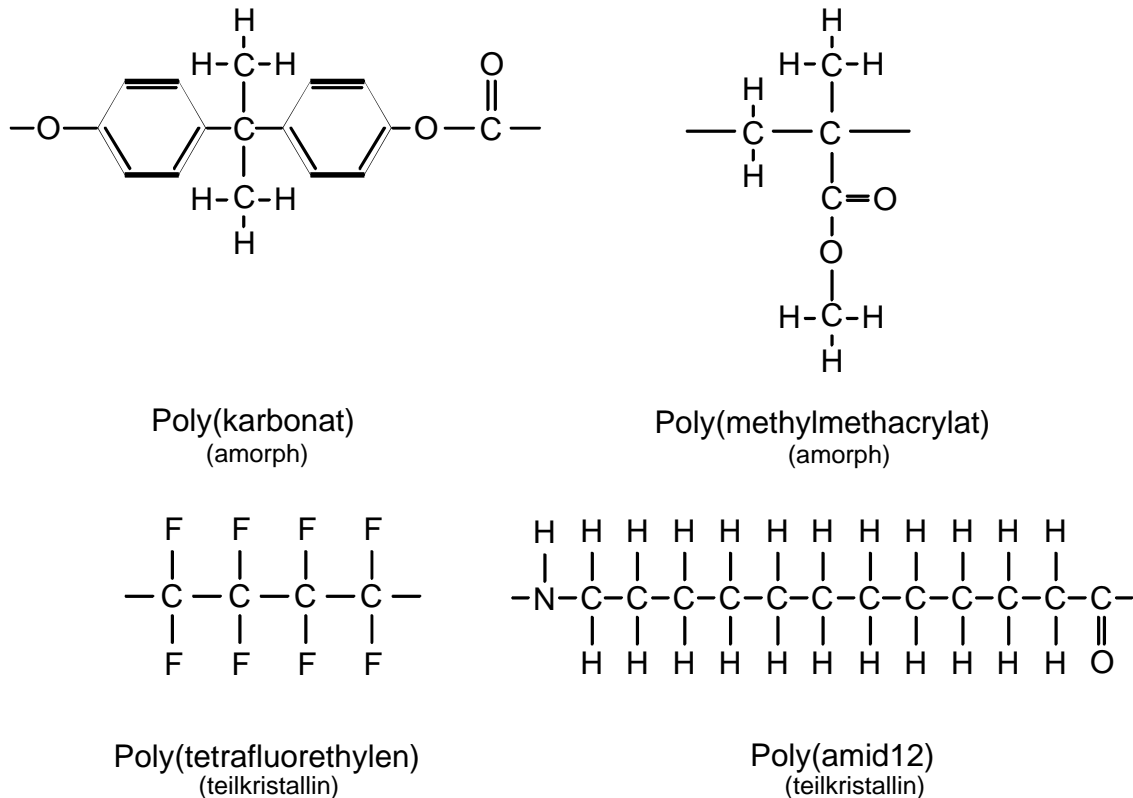


Abbildung 3.1: Chemische Struktur der Monomereinheiten der untersuchten Polymere.

Alle diese Polymere spielen in der technischen Anwendung eine bedeutende Rolle:

- PMMA ist optische sehr gut transparent und recht hart. Der Handelsname ist Plexiglas.
- Aus PC werden häufig Compact-Disk-Scheiben hergestellt. Es ist ebenfalls gut transparent.
- PTFE mit dem Handelsnamen Teflon zeichnet sich vor allem durch gute chemische Beständigkeit und Hitzebeständigkeit aus. Es wird häufig zur Beschichtung von Bauteilen verwendet.

- PA12 wird für Isolierteile, Dichtungen, Kabelummantelungen und aromadichte Folien eingesetzt [Domininghaus, 1986].

3.2 Glasübergänge und Doppelmuldenpotentiale

Amorphe und auch teilkristalline Polymere sind ungeordnete Festkörper, in denen viele Atome und Moleküle keinen energetisch festgelegten „Gitterplatz“ haben. Durch die relativ lockere Packung der Moleküle in den amorphen Polymeren bzw. der amorphen Phase der teilkristallinen Polymere haben Seitengruppen und Teile der Hauptkette genug freies Volumen zur Verfügung, um mehrere Positionen einnehmen zu können. Ein Wechsel zwischen diesen Positionen können verschiedenste Bewegungen der Moleküle sein, sowohl Rotation als auch Translation als auch eine Kombination aus beidem.

Seitengruppen der Monomere und auch ganze Molekülgruppen haben also zwei oder mehrere Gleichgewichtslagen, sehen also mehrere Minima der potentiellen Energie. Eine Analyse dieser Bewegung ist möglich, wenn man annimmt, daß sie sich in einem Doppelmuldenpotential bewegen. Abbildung 3.2 zeigt schematisch einen solchen Potentialverlauf, der durch die Überlagerung zweier einfacher Potentialmulden entsteht.

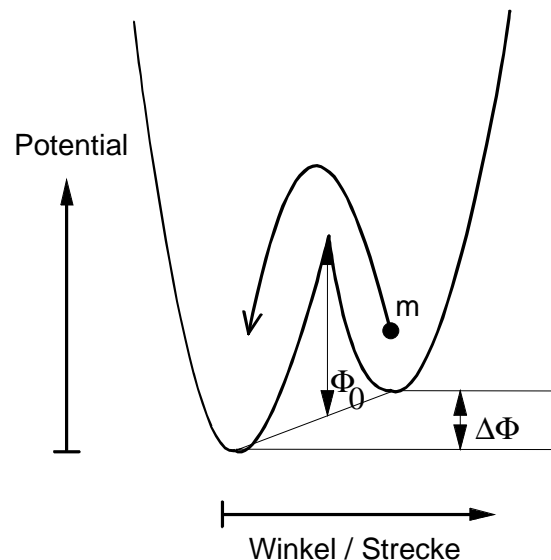


Abbildung 3.2: Veranschaulichung eines Doppelmuldenpotentials und Definition der charakteristischen Größen.

Vereinfachend nimmt man an, daß die beweglichen „Teilchen“ eines Polymers die gleiche Masse m haben und daß sich alle im gleichen Doppelmuldenpotential bewegen. Die beiden Potentialmulden werden im allgemeinen nicht gleich tief sein, sondern weisen eine Potentialdifferenz $\Delta\Phi$ auf. Somit sind die Besetzungszahlen n_1 und n_2 der beiden Mulden durch die Boltzmann-Statistik gegeben:

$$\frac{n_1}{n_2} = \exp\left(-\frac{\Delta\Phi}{k_B T}\right) \quad (3.1)$$

T ist die absolute Temperatur und k_B die Boltzmann-Konstante. Durch eine äußere Belastung ändert sich im allgemeinen die Asymmetrie $\Delta\Phi$ des Doppelmuldenpotentials und die Besetzung entspricht nicht mehr dem thermischen Gleichgewicht. Steht genug thermische Energie zur Verfügung, so lagern sich die Teilchen um, bis ein neues Gleichgewicht erreicht ist. Wie lange dieser Prozeß dauert, hängt von der Höhe der Barriere Φ_0 , der „Versuchsfrequenz“ ν_0

der Teilchen und der Temperatur T ab. Man erhält für die Relaxationszeit die Arrhenius-Beziehung

$$\tau = \frac{1}{\nu_0} \exp\left(\frac{\Phi_0}{k_B T}\right), \quad (3.2)$$

Die Frequenz ν_0 liegt in der Größenordnung von 10^{12} bis 10^{13} Hz, je nach Bewegungsart des Teilchens.

Die Änderung der Besetzung aufgrund der äußeren Belastung ist ein Relaxationsvorgang, der durch einen Debye'schen Relaxator beschrieben werden kann. Für den Zusammenhang zwischen der Relaxationszeit τ und dem mechanischen Verlustfaktor $\tan \delta$ gilt

$$\tan \delta \propto \frac{\omega_m \tau}{1 + (\omega_m \tau)^2} \quad (3.3)$$

Eine Analyse von Gleichung (3.3) zeigt, daß die Dämpfung maximal wird, wenn die Relaxationszeit und die Frequenz der äußeren Belastung die Bedingung $\omega_m \tau = 1$ erfüllen. Ist die Barrierenhöhe des Teilchenpotentials Φ_0 , so gilt bei der maximalen Dämpfung wegen Gleichung (3.2):

$$\exp\left(\frac{\Phi_0}{k_B T}\right) = \frac{\nu_0}{\omega_m}. \quad (3.4)$$

Natürlich werden nicht alle diese Molekülgruppen genau dasselbe Potential sehen, sondern es existiert eine mehr oder weniger breite Verteilung der Barrierenhöhen. Dies führt dazu, daß die Dämpfungsmaxima meist recht breit sind und sich teilweise überlappen. Um dies zu berücksichtigen müßte man über die entsprechende Verteilung integrieren.

Wie gezeigt ist die Dämpfung von der Relaxationszeit abhängig und diese wiederum stark von der Temperatur. Bleibt die Frequenz der äußeren Belastung konstant, so tauen die Beweglichkeiten der einzelnen Seitengruppen und Hauptkettensegmente mit zunehmender Temperatur auf. Es steht jetzt genügend thermische Energie zur Verfügung, um Umlagerungen zu ermöglichen. Im Gegensatz zu den „klassischen“ Gläsern wie $\alpha\text{-SiO}_2$ unterscheidet man bei Polymeren verschiedene Glasübergänge:

- Beim *Hauptglasübergang* ist die thermische Energie hoch genug, um die Bewegung der Hauptkette zu ermöglichen.
- Bei den *Nebenglasübergängen* sind nur Teile des Polymers, etwa eine Seitengruppe oder ein Teil der Hauptkette, beweglich oder können rotieren.

Im Dämpfungsspektrum erhält man mehrere Maxima, die die einzelnen Übergänge kennzeichnen. Abbildung 3.3 zeigt einige Beispiele. Die Dämpfungmaxima sind z. T. sehr verschmiert und überlappen sich deutlich, so daß die einzelnen Beiträge der Nebenglasübergänge und des Hauptglasübergangs nur schwer voneinander zu trennen sind. Der starke Anstieg der Dämpfung oberhalb von 300 K ist auf den Einfluß des Hauptglasübergangs zurückzuführen.

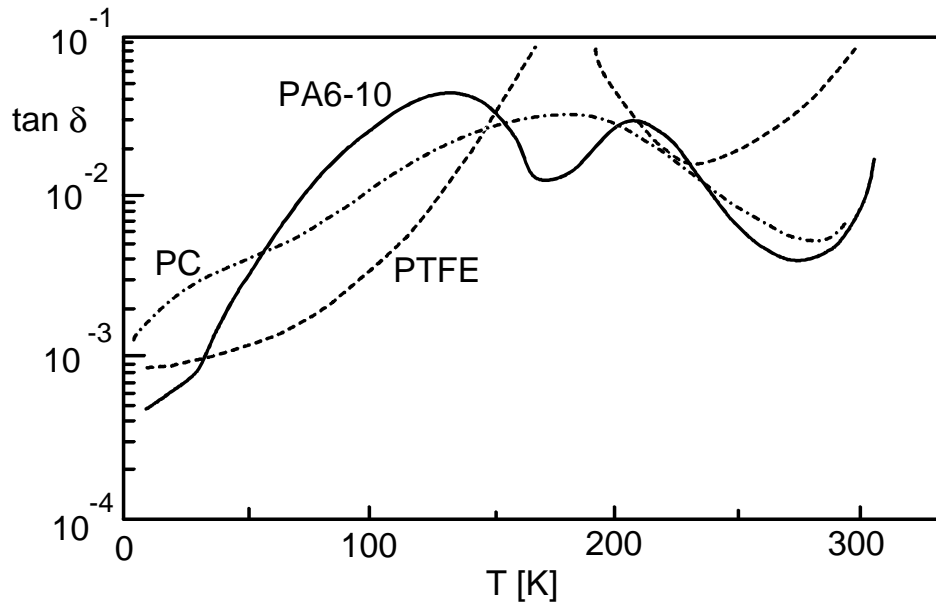


Abbildung 3.3: Mechanische Dämpfung einiger Polymere im Tieftemperaturbereich aus Torsionsversuch. Die Meßfrequenz betrug – je nach Eigenfrequenz – 5 bis 10 Hz [nach Ahlborn und Schwarz, 1987].

Polykarbonat zeigt beispielsweise ein sehr breites Maximum bei etwa 188 K und eine leichte Erhebung bei etwa 40 K. PTFE hingegen weist einen für Polymere sehr scharfen Peak bei einer Temperatur von etwa 184 K auf und keinerlei Nebenmaxima. Beide Polymere haben also bei einer Temperatur von etwa 180 bis 190 K einen Nebenglasübergang.

3.3 Spezifische Wärme und Wärmeleitfähigkeit der Polymere

Die spezifische Wärme ist definiert als die Änderung der inneren Energie mit der Temperatur. Je nach thermodynamischer Randbedingung unterscheidet man die spezifische Wärme bei konstantem Druck c_p und bei konstantem Volumen c_v . Beide unterscheiden sich für Festkörper kaum, so daß im folgenden immer c_p angegeben ist. Sei H die Enthalpie, so gilt

$$c_p = \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_p \quad (3.5)$$

Wenn man die Atome im Festkörper als harmonische Oszillatoren ansieht, so steigt die mittlere kinetische Energie der Oszillatoren linear mit der Temperatur und somit ist auch H proportional zu T . Es ergibt sich nach der klassischen Physik das Dulong-Petit-Gesetz, wonach die spezifische Wärmekapazität pro mol konstant ist:

$$c_p = 3 N_A k_B = 3 R. \quad (3.6)$$

N_A ist die Avogadrozahl und R die allgemeine Gaskonstante.

Für tiefe Temperaturen trifft dies aber nicht mehr zu. Ausgehend von der Debye'schen Betrachtung der Atome als quantenmechanische Oszillatoren findet man [z. B. Kittel, 1993]

$$c_p(T) = \frac{dH(T)}{dT} \propto T^3 \quad (3.7)$$

Diese Beziehung ist für kristalline Festkörper sehr gut erfüllt. Bei Polymeren sind die Verhältnisse deutlich komplizierter, da Gitterschwingungen auftreten können, die in Kristallen unbekannt sind (eine detaillierte Diskussion findet sich z. B. bei Hartwig [Hartwig, 1994]). Abbildung 3.4 zeigt den schematischen Verlauf von c_p und gibt die Größenordnungen wieder.

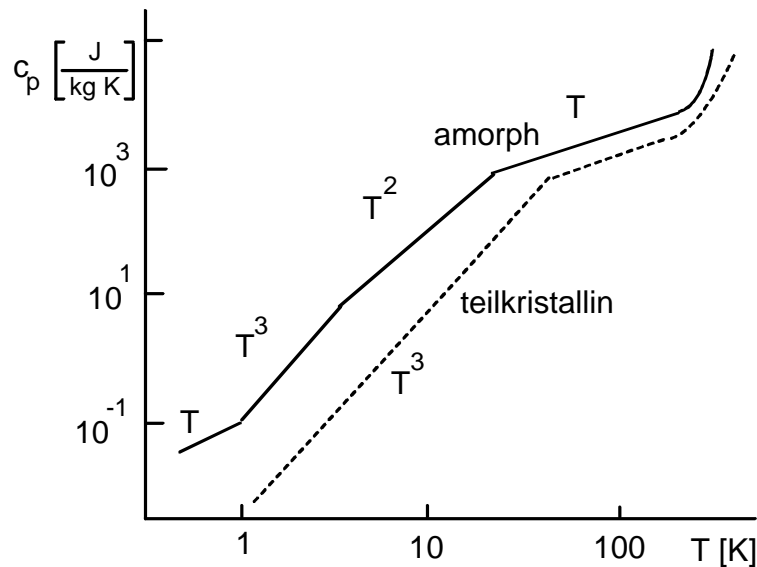


Abbildung 3.4: Schematische Darstellung der Wärmekapazität c von amorphen und teilkristallinen Polymeren. Es sind jeweils die Proportionalitäten zur Temperatur T angegeben [nach Hartwig, 1994].

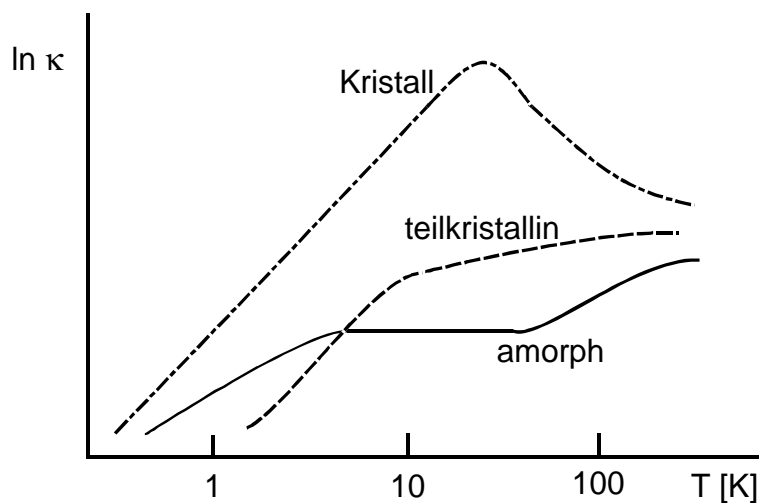


Abbildung 3.5: Schematischer Verlauf der Wärmekapazität für Kristalle und Polymere [nach Hartwig, 1994].

Eine weitere Größe, die für die thermischen Eigenschaften des Polymers wichtig ist und die unmittelbar mit der Wärmekapazität zusammenhängt, ist die Wärmeleitfähigkeit. Sie wird von drei Größen bestimmt: der Wärmekapazität c_p , der mittleren freien Weglänge der Phononen ℓ und der Schallgeschwindigkeit v . Rechnet man mit der über die verschiedenen Phononenzweige gemittelten Schallgeschwindigkeit \bar{v} und nimmt an, daß ℓ und \bar{v} nicht von der Phononenfrequenz abhängen, so erhält man für die Wärmeleitfähigkeit [Kittel, 1993]

$$\kappa(T) = \frac{1}{3} c_p(T) \bar{v} \ell. \quad (3.8)$$

Die Wärmekapazität c_p ist hier auf das Volumen und nicht wie oben auf die Teilchenzahl bezogen ($[c_p] = \text{J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$). Abbildung 3.5 zeigt den schematischen Verlauf als Funktion der Temperatur.

Sowohl die Wärmekapazität als auch die Wärmeleitfähigkeit nehmen also mit der Temperatur stark ab. Dies wirkt sich stark bei lokalen Erwärmungen aus, wie sie vor einer Rispitze auftreten. In Abschnitt 3.5 wird darauf nher eingegangen.

3.4 Crazing und Scherfließen von Polymeren

3.4.1 Crazing

Wie in Kapitel 2 gezeigt entsteht vor einem Ri bei Belastung eine plastische Zone, in der lokales Fließen des Materials möglich ist. In Polymeren existiert ein Versagensmechanismus, der unmittelbar mit der Molekülstruktur verbunden ist: In der plastischen Zone werden Molekülketten unter der äußeren Spannung orientiert, und sie ordnen sich in Fibrillen an. Zwischen den Fibrillen entstehen Hohlräume (Kavitäten), so daß die Dichte in diesem Bereich kleiner als die des Blockpolymers ist (siehe Abbildung 3.6).

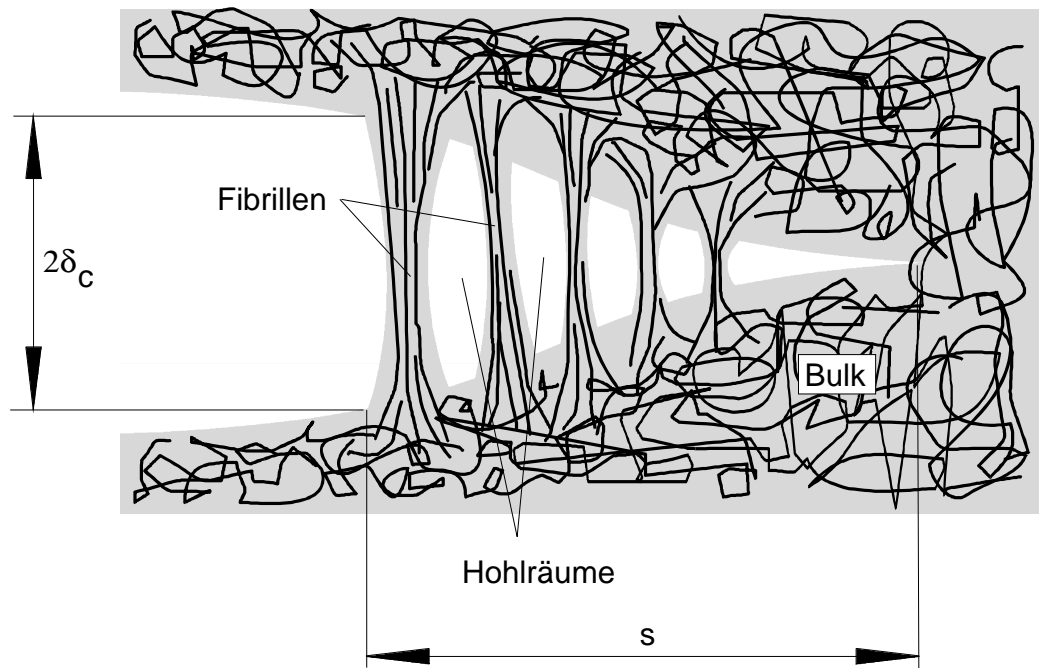


Abbildung 3.6: Schematische Zeichnung eines Crazes vor einer Rispitze.

Dieser Vorgang wird *Crazing* genannt (eine gute Übersicht findet sich z. B. bei Kramer [Kramer, 1983]). Innerhalb der Fibrillen sind die Polymerketten orientiert im Gegensatz zum Bulk, wo keine Vorzugsrichtung existiert. Die Spannung innerhalb der Fibrillen entspricht nherungsweise der Fließspannung σ_F .

Das Crazing ist sehr stark von der Temperatur und damit auch von der Dynamik der Belastung abhngig und darber hinaus vom umgebenden Medium. Bei einer sehr schnellen Belastung haben die Molekle keine Zeit, sich entlang der Kraftrichtung anzuordnen, so daß es nur zu einer teilweisen Ausbildung des Crazes kommt oder gar nicht. Tiefe Temperaturen erschweren ebenfalls die Craze-Bildung, jedoch wurden Hinweise gefunden, daß es bei PMMA und PC auch bei 77 K noch zur Craze-Bildung kommt [Beardmore u. Rabinowitz, 1971]. Flssige Umgebungsmedien wie flssiger Stickstoff oder Ethanol erleichtern die Craze-Bildung [Brown, 1973; Brown u. Metzger, 1977; Passaglia, 1987].

Im Craze-Bereich sind die meisten kovalent gebundenen Molekülketten entlang der Krafttrichtung orientiert. Daher ist dieses Fibrillen-Material wesentlich steifer und weist einen höheren E-Modul auf als das nicht orientierte Polymer. Crazing geht oft einem Sprödbbruch voraus. Der Ri kann bei Craze-Bildung einer hheren Belastung widerstehen als ein gleich langer Ri, bei dem dieser Proze nicht auftritt. Dies entspricht einer Erhhung des K_{Ic} -Faktors. Bei einer bestimmten kritischen Lnge versagen schlielich die Fibrillen an der Spitze des Risses und der Ri luft ins unorientierte Material hinein.

Es ist aus dem Dugdale-Modell mglich, die Riffnung δ_c des Crazes zu berechnen. Es ergibt sich

$$2\delta_c = \frac{K_I^2}{\sigma_F E^*} \quad (3.9)$$

Obwohl das Dugdale-Modell in keiner Weise auf die speziellen Eigenschaften von Polymeren eingeht und auch keine Orientierung des Materials oder gar Craze-Bildung beinhaltet, hat es sich gezeigt, da diese Gleichung in einem weiten Temperatur- und Rigeschwindigkeitsbereich zutrifft. Da die LEBM als gltig angesehen wird, hat das Verhltnis von δ_c zu s immer den gleichen Wert, haben also alle Crazes dieselbe Form.

$$\frac{2\delta_c}{s} = \frac{8}{\pi} \frac{\sigma_F}{E^*}. \quad (3.10)$$

Fr PMMA bei Raumtemperatur ist $\sigma_F = 100$ MPa [Schirrer u. Goett, 1982] und $E = 3000$ MPa. Die rechte Seite der Gleichung (3.10) ist dann etwa 0,08 und damit $s = 12,5 \cdot 2\delta_c$. Der Craze-Bereich ist also in Wirklichkeit wesentlich lnger gestreckt als in Abbildung 3.6 angedeutet.

Ob bei kryogenen Temperaturen ebenfalls Craze-Bildung auftritt, hngt wesentlich von der Dynamik der Belastung ab. Wie frhere Messungen gezeigt haben, gibt es aber auf jeden Fall auch bei tiefen Temperaturen einen Orientierungseffekt an der Rispitze [Christoph, 1996].

3.4.2 Scherflieen

Neben der Craze-Bildung ist die zweite mgliche Versagensart das Scherflieen. Hierbei ist im Krper soviel elastische Energie gespeichert, da plastisches Flieen des Materials auftritt. In einer normalen Zugprobe sieht die Kraft-Dehnungskurve dann wie in Abbildung 3.7 dargestellt aus.

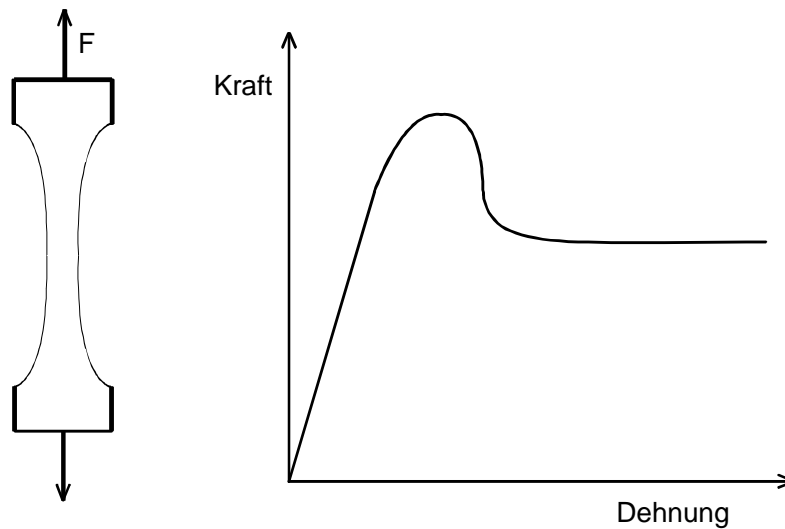


Abbildung 3.7: Schematisches Kraft-Dehnungsdiagramm bei Scherfließen der Probe.

Beim Scherfließen bleibt das Volumen und damit die Dichte des Materials praktisch unverändert. Die Form ändert sich jedoch stark: Je nach Probengeometrie kommt es bei zylinderförmigen Proben zu einer Einschnürung („necking“) oder zur Ausbildung von Scherbändern. Molekülketten gleiten gegeneinander und führen so zu einer Verformung mit einem charakteristischen Winkel ϕ zwischen Zugrichtung und Scherband. Dieser beträgt meist 45° .

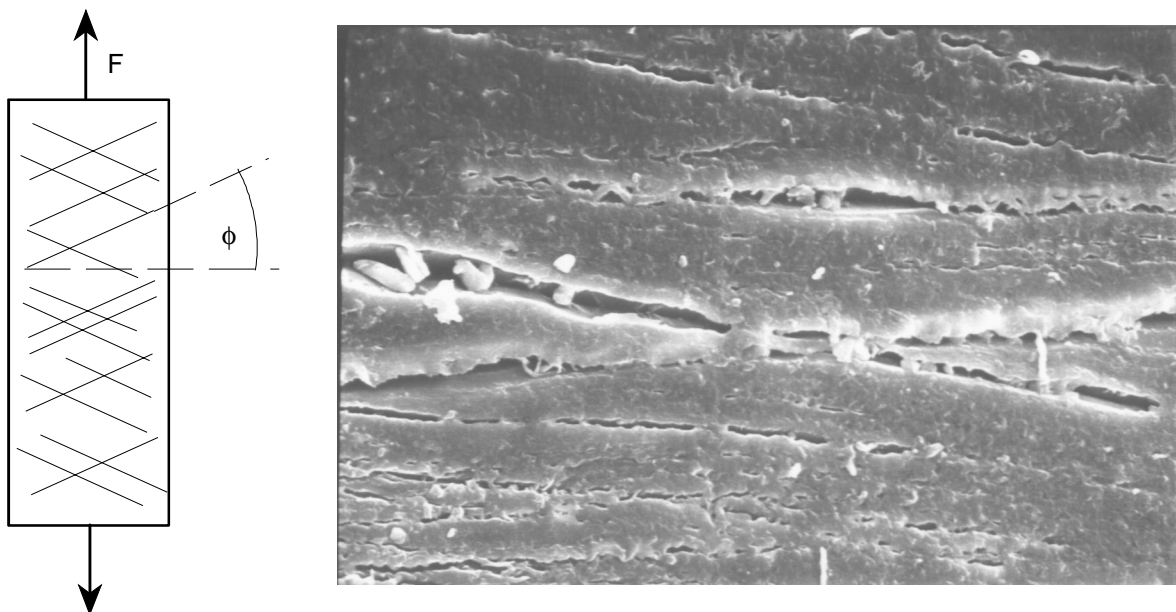


Abbildung 3.8: Scherfließen von Polymeren. Die rechte Seite zeigt die REM-Aufnahme der Oberfläche einer PC-Zugprobe, die bei Raumtemperatur verformt wurde. Die Krafrichtung war wie auf der linken Seite angedeutet.

Scherfließen setzt ein, wenn die Scherspannung im Körper einen bestimmten Wert überschreitet. Ein gutes Kriterium dafür ist die von Mises-Spannung σ_v , die bereits in Gleichung (2.17) eingeführt wurde. Wie man an der Definition von σ_v sieht, kann die Vergleichsspannung die Fließspannung auch durch Druck überschreiten und so zu einem Scherfließen führen. Crazes treten hingegen nur unter Zugspannung in Mode I-Belastung auf.

Die eigentliche Molekülbewegung, die dem Scherfließen zugrunde liegt, ist ein thermisch aktivierter Umlagerungsprozeß der einzelnen Molekülsegmente. Demnach muß – wie bei der Craze-Bildung – die Zeit und damit die Dynamik der Belastung Einfluß auf die Fließspannung haben. Dies ist auch der Fall, wie Bauwens-Crowet et al. an Polykarbonat zeigen konnten.

ten [Bauwens-Crowet et al., 1969 u. 1972]: Die Fließspannung steigt linear mit dem Logarithmus der Dehnungsrate und ist stark von der Temperatur abhängig. So nimmt die Fließspannung von etwa 35 MPa bei 80 °C auf ca. 60 MPa bei 20 °C zu.

Ob Crazing oder Scherfließen der dominante Versagensprozeß ist, hängt stark von der Temperatur ab. Man spricht auch vom spröde-duktil-Übergang der Polymere, der meist schon im Bereich der Raumtemperatur stattfindet. Bei kryogenen Temperaturen zeigen Polymere entweder Crazing oder verhalten sich rein spröde.

3.5 Adiabatische Erwärmung vor der Rißspitze

Während eines laufenden Risses wird die Plastifizierungsenergie, die kinetische Energie der Teilchen im Polymer und die Energie, die zum Aufbrechen der Bindungen beim Rißfortschritt aufgewandt wurde, letztendlich in Wärme umgesetzt. Diese irreversiblen Prozesse setzen z. T. sehr viel Energie frei.

Breitet sich der Riß nur langsam in der Probe aus, so hat das umgebende Material genügend Zeit, die entstandene Wärme von der Rißspitze wegzuleiten und es herrscht näherungsweise eine konstante Temperatur. Aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit der Polymere genügt hier schon eine vergleichsweise geringe Rißausbreitungsgeschwindigkeit, um adiabatische Verhältnisse vor der Rißspitze zu erhalten. Als Grenzgeschwindigkeit c_{ad} , oberhalb derer die adiabatische Näherung an der Rißspitze zutrifft, erhält man [Weichert, 1976; Weichert u. Schönert, 1974]

$$c_{ad} = \frac{2 \kappa}{c_p \rho \delta_c} \quad (3.11)$$

δ_c ist die Rißöffnung nach dem Dugdale-Modell, κ die Wärmeleitfähigkeit, c_p die Wärmekapazität und ρ die Dichte. Für PMMA ist der Temperaturleitwert $\kappa \cdot \rho^{-1} \cdot c_p^{-1} = 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ [Landolt-Börnstein, 1963]. Mit der Abschätzung der plastischen Zone nach dem Dugdale-Modell erhält man schließlich bei Raumtemperatur als Grenzgeschwindigkeit für adiabatische Verhältnisse an der Rißspitze:

$$c_{ad} = 10^{-1} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}.$$

Schon für sehr kleine Geschwindigkeiten sind also adiabatische Verhältnisse gegeben. Zu tiefen Temperaturen hin fallen κ und c_p deutlich ab (siehe Abschnitt 3.3), das Verhältnis ändert sich jedoch wenig, so daß dort bei instabilen Rissen ebenfalls mit Sicherheit adiabatische Verhältnisse vor der Rißspitze herrschen.

Die Temperaturänderung an der Rißspitze läßt sich relativ leicht abschätzen. Als maximalen Wert bei der Versuchstemperatur T_0 ergibt sich [Weichert, 1976]

$$T - T_0 = \frac{Q}{c_p \rho 2\delta_c} \quad (3.12)$$

Hierbei ist Q die Wärmefreisetzung pro Flächeneinheit, die für Kunststoffe etwa 60 bis 80 % der Bruchenergie beträgt [Engelter u. Müller, 1958; Döll, 1972 u. 1973]. Nach dieser Gleichung schätzt man beispielsweise für PMMA bei Raumtemperatur eine Temperaturerhöhung von 155 K ab, falls die gesamte Bruchenergie in Wärme umgesetzt wird. Aus Messungen des Infrarotspektrums erhält man hingegen Temperaturerhöhungen von etwa 500 K [Fox und Fuller, 1971; Fuller et al., 1975]. Die Temperaturerhöhung nach Gleichung (3.12) scheint

deshalb eher eine untere Grenze zu sein. Tabelle 2 gibt eine Übersicht über die Temperaturerhöhung an der Rißspitze für PMMA und PC.

Tabelle 2: Adiabatische Temperaturerhöhung ΔT_{ad} in der plastischen Zone eines Risses. Die kritische Energiefreisetzungsrate wurde nach der Irwin-Beziehung aus K_{Ic} berechnet.

	T	K_{Ic}	G_{Ic}	Q/G_{Ic}	E^*	σ_{F}	c_{p}	ρ^2	$2\delta_{\text{c}}$	ΔT_{ad}
	K	MPa·m ^{1/2}	J·m ⁻²	J·m ⁻²	GPa	MPa	J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹	kg·m ⁻³	µm	K
PMMA	293	1,0	333	0,6	3,3	100 ³	1200 ²	1200	3,0	93
	77	2,0	350	0,6	8,7	150	700	1250	3,1	156
PC	77	3,5	2450	0,6	5,0	170	935	1250	14,4	175

Die Werte in Tabelle 2 sind nur Abschätzungen, die mit einem erheblichen Fehler behaftet sind. Weder sind die Materialkennwerte K_{Ic} und G_{Ic} exakt bekannt, noch die thermische Energie Q oder die Fließspannung σ_{F} . Auch die Wärmekapazität kann man über einen Temperaturbereich von 200 K nicht mehr als konstant ansehen und es müßte über den Verlauf integriert werden. Die adiabatische Temperaturerhöhung könnte also durchaus noch um einiges höher ausfallen, wie ja auch die Messung von Fox und Fuller vermuten läßt.

Ob eine Orientierung der Moleküle an der Rißspitze letztendlich auftritt hängt neben der Temperaturerhöhung auch davon ab, wie lange das Material Zeit hat, darauf zu reagieren. Ein instabil laufender Riß in PC bei 77 K erreicht anfangs eine Rißgeschwindigkeit von etwa $c = 500 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ (siehe Kapitel 7). Die Rißspitze durchquert die plastische Zone nach Dugdale dann in einer Zeit von

$$t_{\text{D}} = \frac{1}{c} \frac{\pi}{8} \left(\frac{K_{\text{Ic}}}{\sigma_{\text{F}}} \right)^2 = 2,4 \cdot 10^{-7} \text{ s.}$$

Man kann abschätzen, ob Umlagerungsprozesse aufgrund des sekundären Glasübergangs im Bereich der Rißspitze stattfinden können. Die Höhe der Potentialbarriere läßt sich aus den Dämpfungsmessungen gewinnen (siehe Abbildung 3.3). Bei einer Anregungsfrequenz von $\omega_{\text{m}}/2\pi = 4,5 \text{ Hz}$ liegt das Maximum der Dämpfung bei einer Temperatur von $T = 188 \text{ K}$ [Ahlborn u. Schwarz, 1987]. Es ergibt sich dann nach Gleichung (3.4) bei einer „Versuchsfrequenz“ von $\nu_0 = 10^{13} \text{ Hz}$ für PC bei 77 K

$$\Phi_0 = k_{\text{B}} T \ln \left(\frac{\nu_0}{\omega_{\text{m}}} \right) = 0,43 \text{ eV} \hat{=} 41,6 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}.$$

Berechnet man nach der Arrhenius-Gleichung (3.2) die Temperatur des sekundären Glasübergangs bei einer Frequenz, die dem inversen von t_{D} entspricht, so ergibt sich nach Gleichung (3.4) mit $\omega_{\text{m}} = 2\pi/t_{\text{D}}$

² Angaben von Fa. Ensinger GmbH & Co.

³ Schirrer u. Gött, 1982

$$T \approx 390 \text{ K.}$$

Nimmt man bei PC die gegenüber der Tabelle 2 etwas veränderten Werte $Q/G_{Ic} = 0,8$ und $\sigma_F = 200 \text{ MPa}$ an, so ergibt sich bei $T = 77 \text{ K}$ bereits $\Delta T_{ad} = 274 \text{ K}$ und damit eine Absoluttemperatur von 351 K , die nur knapp unterhalb der abgeschätzten 390 K liegt. Man muß bei diesen Betrachtungen bedenken, daß es sich bei den Materialkennwerten z. T. nur um Abschätzungen handelt und daß folglich die Ergebnisse auch nicht allzu genau sein können. Die Umlagerungsprozesse können also durchaus innerhalb der Zeit stattfinden, in der der Riß die plastische Zone durchläuft.

4 Prüfmethode und Versuchsauswertung

4.1 Compact-Tension-Probe mit Chevron-Kerbe

4.1.1 Geometrie der Probe

In Kapitel 3 wurden die Größen eingeführt, die zur Beschreibung des Bruchverhaltens von Werkstoffen verwendet werden können. Diese können zwar im Prinzip an jedem beliebigen Bauteil bestimmt werden, jedoch ist es experimentell und theoretisch wesentlich einfacher, standardisierte Prüfkörper zu benutzen. Sie lassen sich leicht definiert belasten und man kann die Ergebnisse der einzelnen Materialien ohne großen Aufwand miteinander vergleichen.

Es wurden zu diesem Zweck die verschiedensten Probenkörper und Prüfnormen ausgearbeitet. Besonders weit verbreitet ist die Compact-Tension-Probe (CT-Probe) und deren Abwandlungen. Für polymere Werkstoffe existiert eine Prüfnorm [ISO/DIS 13586], die eine Probenform vorsieht, die ähnlich zu der hier verwendeten ist. CT-Proben wurden auch schon in früheren Arbeiten zur Untersuchung von Polymeren benutzt [z. B. Morgan u. Ward, 1977; Maier et al., 1994].

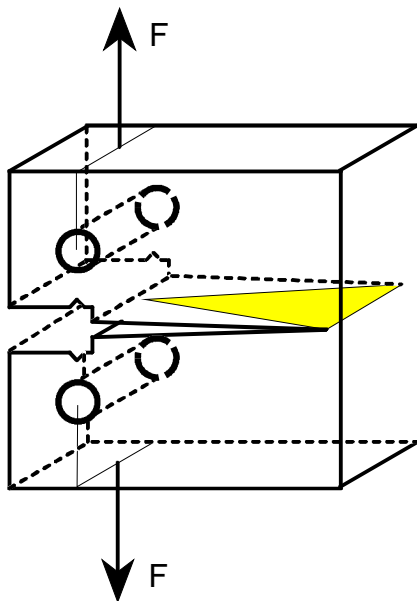


Abbildung 4.1: Im Experiment verwendete CT-Probe mit Chevron-Kerbe. Die dreieckige Bruchfläche ist grau hervorgehoben.

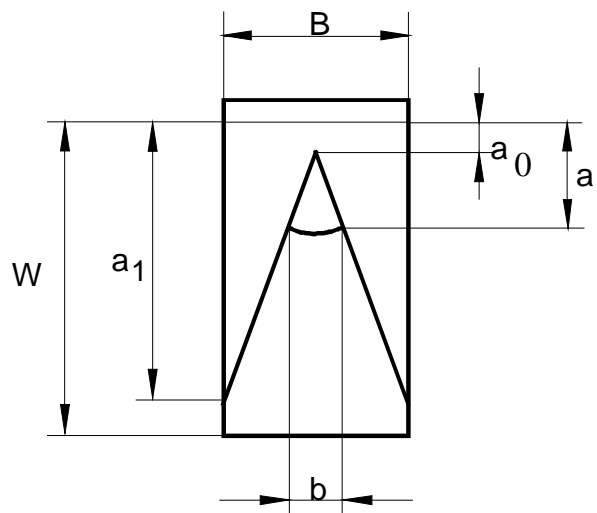


Abbildung 4.2: Bruchfläche der Chevron-Probe mit Definition der geometrischen Größen. b bezeichnet die Breite der Rissfront.

Tabelle 3: Abmessungen der Chevron-Probe. Zur Definition der Größen siehe Abbildung 4.2.

	B	W	a_0	a_1
Abmessung [mm]	21,0	35,0	3,4	32,2

Nakayama verwendete als erster beidseitig gekerbte Proben („chevron notched specimen“), die eine dreieckförmige Bruchfläche aufweisen [Nakayama, 1965]. Durch diese Form wird ein Ristopp innerhalb der Probe begünstigt, und so liegt beim zweiten Belasten ein material-spezifischer Anri vor. Eine detaillierte Diskussion der Eigenschaften solcher Proben findet sich bei Munz et al. [Munz et al., 1980], allerdings im Hinblick auf die Materialprüfung von Keramik.

Abbildung 4.1 und Abbildung 4.2 zeigen die Chevron-Probe, die in der vorliegenden Arbeit verwendet wurde. Schon in früheren Arbeiten auf dem Gebiet der Bruchmechanik von Polymeren am Institut für Materialforschung II wurden diese oder sehr ähnliche Proben eingesetzt [Kneifel, 1979; Saatkamp, 1991a und 1991b; Christoph, 1996].

Zur Bestimmung der Riöffnung (crack mouth opening displacement, CMOD) dient ein Wegaufnehmer aus Berylliumbronze mit aufgeklebten Dehnmestreifen (siehe Abbildung 4.3). Der Wegaufnehmer ist tiefentemperaturtauglich bis 77 K und kann Riöffnungen bis zu 2 mm messen.

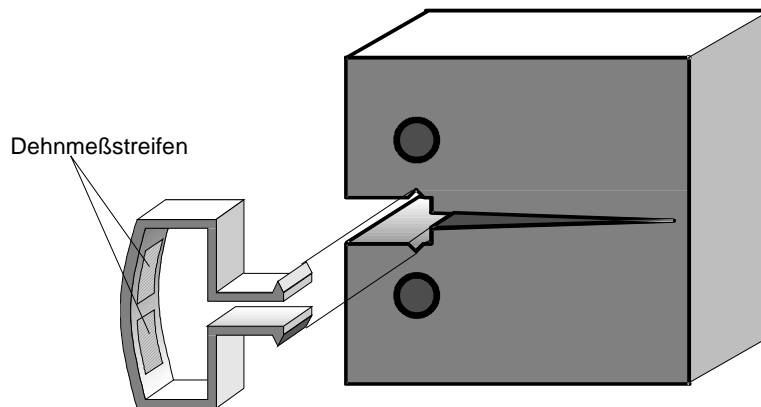


Abbildung 4.3: CMOD-Aufnehmer für Chevron-Proben.

4.1.2 Ristopp-Verhalten bei Chevron-Proben

Jeder Rifortschritt verbraucht Energie, die im wesentlichen proportional zur gebildeten Bruchfläche ist. Bei Chevron-Proben ist die Bruchfläche dreieckförmig. Dies hat zur Folge, daß die Bruchfläche dA pro Rifortschritt da mit der Rilänge a zunimmt, also $dA / da > 0$ gilt. Dadurch wird ein Ristopp innerhalb der Probe begünstigt.

Die Breite der Rifront b hängt bei dieser Probe von der Rilänge a ab. Ist die Bruchfront gerade, so gilt nach dem Strahlensatz

$$b = B \frac{a - a_0}{a_1 - a_0} \quad (4.1)$$

Die Zunahme der Bruchfläche $dA = b \cdot da$ bei Verlängerung des Risses um da ergibt dann

$$\frac{dA}{da} = B \frac{a - a_0}{a_1 - a_0} > 0. \quad (4.2)$$

Die Versuche in dieser Arbeit wurden immer weggesteuert durchgeführt. Nimmt man vereinfachend an, daß die Rißöffnung δ während des instabilen Rißfortschritts konstant bleibt, so läßt sich die elastische Energie U_{el} als Funktion der relativen Rißlänge α ausdrücken. F kann über die Compliance-Beziehung $F = \delta / C$ ersetzt werden und so ergibt sich schließlich für die Änderung der elastischen Energie mit der Rißfläche (siehe Abschnitt 2.3.3)

$$\frac{dU_{el}(\alpha)}{dA} = \frac{1}{2} \frac{\delta^2 E^*}{W} \frac{\alpha_1 - \alpha_0}{\alpha - \alpha_0} \cdot \frac{d}{d\alpha} \frac{1}{\lambda(\alpha)} = -\frac{1}{2} \frac{F^2}{E^* W B^2} \frac{\alpha_1 - \alpha_0}{\alpha - \alpha_0} \cdot \frac{d\lambda(\alpha)}{d\alpha} \quad (4.3)$$

Statt der Compliance C wurde hier wieder die in Kapitel 2 eingeführte dimensionslose Compliance verwendet.

Mit der λ -Funktion aus Gleichung (4.9) sind alle Größen bekannt. Als Beispiel wurde eine PMMA-Chevron-Probe mit einer relativen Anfangsrißlänge von 0,15, einem E-Modul von 7,84 GPa und einer Rißöffnung bei Beginn des instabilen Rißfortschritts von 60 μm berechnet. Es ergibt sich der in Abbildung 4.4 gezeigte Verlauf.

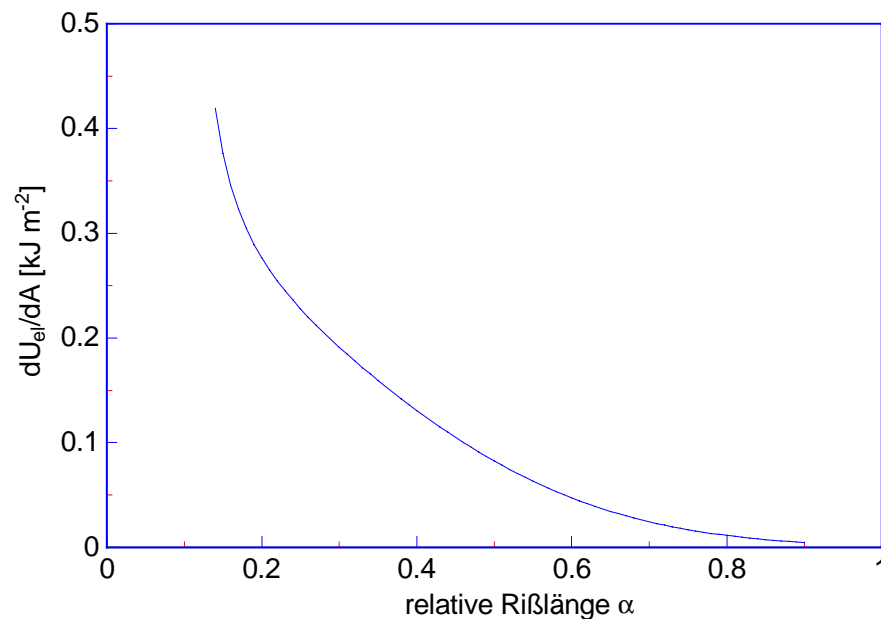


Abbildung 4.4: Änderung der elastischen Energie einer Chevron-Probe als Funktion der relativen Rißlänge bei instabilem Rißfortschritt. Nähere Erläuterungen siehe Text.

Die Energiefreisetzungsrate G_I nimmt also sehr rasch ab. Betrachtet man die Bruchenergie R in erster Näherung als konstant so wird klar, daß ein Rißstopp durch diesen Verlauf von G_I begünstigt wird. Dies heißt jedoch nicht, daß der instabil laufende Riß innerhalb der Probe stoppen *muß*. Ob ein Rißstopp tatsächlich auftritt, hängt vom Verhältnis der auftretenden Energieformen ab, die in Abschnitt 2.3.1 genannt sind.

4.1.3 Bestimmung von K_{Ic} mit der Chevron-Probe

Belastet man eine Chevron-Probe in einem weggesteuerten Versuch und trägt die gemessene Kraft gegen die Riößffnung auf, so ergibt sich abhängig davon, ob stabiles oder instabiles Riößwachstum auftritt, ein unterschiedliches Bild. In Abbildung 4.5 sind beide Fälle schematisch dargestellt. Die Auswertung erfolgt jedoch in beiden Fällen ganz ähnlich.

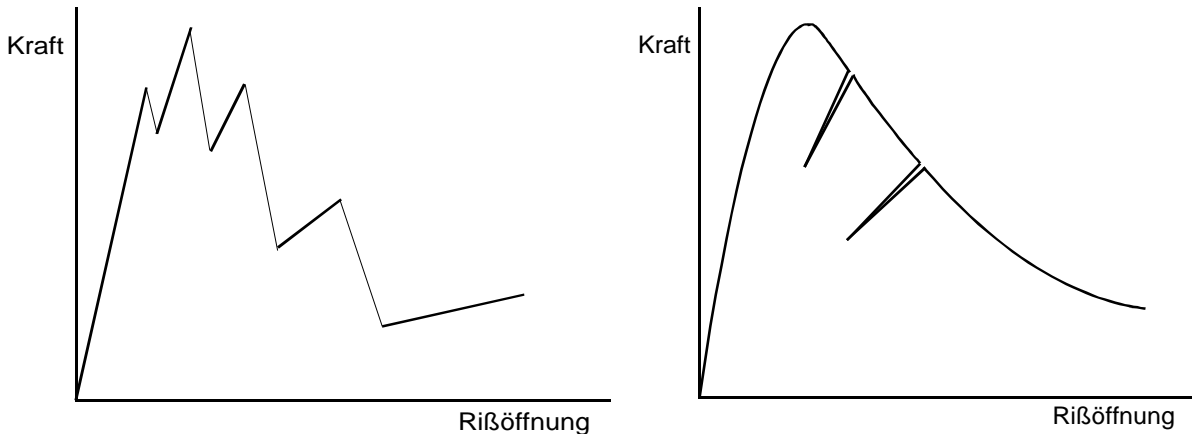


Abbildung 4.5: Schematisches Kraft-Riößffnungsdiagramm für Chevron-Proben bei instabiler (links) und stabiler Riößausbreitung (rechts).

Instabiler Riößfortschritt

Um den Spannungsintensitätsfaktor mit materialspezifischem Anriß bestimmen zu können, muß mindestens ein Riößstopp auftreten. Im Idealfall und bei rein elastischem Materialverhalten ergibt sich bei mehreren Riößstopps ein Bild wie in Abbildung 4.5 links. Zur Berechnung der Riößzähigkeit ist es notwendig, die in Kapitel 2 eingeführte Geometriefunktion Y^* zu kennen. Sie lautet allgemein

$$Y^*(\alpha) = \sqrt{\frac{B W}{2} \frac{d\lambda(\alpha)}{dA}}. \quad (4.4)$$

Mit dA aus Gleichung (4.2) ergibt sich

$$Y^*(\alpha) = \sqrt{\frac{1}{2} \frac{\alpha_1 - \alpha_0}{\alpha - \alpha_0} \frac{d\lambda(\alpha)}{d\alpha}}. \quad (4.5)$$

Es wurden die reduzierten Riößlängen $\alpha = a / W$ verwendet, und λ ist wieder die dimensionslose Compliance. Bis auf die Riößlänge sind damit alle Größen der Gleichung (4.5) bekannt und K_{Ic} kann aus

$$K_{Ic} = \frac{F_i}{B\sqrt{W}} Y^*(\alpha_i) \quad (4.6)$$

berechnet werden. F_i ist dabei die Kraft und α_i die Riößlänge zu Beginn des instabilen Riößfortschritts. Die Riößlänge wird direkt auf der Bruchfläche nach Ende des Experiments ausgemessen.

Stabiler Rißfortschritt

In diesem Fall ergibt sich eine stetige Kraft-Riößnungs-Kurve, wie sie in Abbildung 4.5 rechts gezeichnet ist. Sie ist die Einhüllende der F - δ -Kurve bei instabilem Rißfortschritt und wird durch dieselben Gleichungen beschrieben. K_{Ic} kann hier aber auf zwei Arten bestimmt werden:

- Die F - δ -Kurve durchläuft ein Maximum bei einer bestimmten Rißlänge. Setzt man diese in Gleichung (4.6) ein, so ergibt sich direkt K_{Ic} . Dieses Vorgehen hat den Vorteil, daß keine Rißlänge experimentell bestimmt werden muß.
- Die Probe wird – wie in Abbildung 4.5 angedeutet – mehrfach ent- und wieder belastet. Bei den meisten Polymeren hinterläßt dies eine deutlich sichtbare Markierung auf der Bruchfläche, so daß die zugehörige Rißlänge leicht darauf ausgemessen werden kann. Als Kraft muß in diesem Fall das Maximum der Belastungskurve genommen werden, also die Kraft, an der die Kurve beim Belasten wieder abknickt. Die Berechnung von K_{Ic} erfolgt wie beim instabilen Rißfortschritt mit Gleichung (4.6).

4.1.4 Bestimmung von \bar{G}_{Ic} mit der Chevron-Probe

Neben dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} ist die kritische Energiefreisetzungsrate eine wichtige Kenngröße bei Bruchprozessen. Bei instabilem Rißfortschritt kann die Kraft und die Riößnung der Probe nicht während des laufenden Risses gemessen werden, sondern nur im Moment der Rißinitiierung und nach erfolgtem Rißstopp. Es ist deshalb nur möglich, die *mittlere* kritische Energiefreisetzungsrate \bar{G}_{Ic} zu messen.

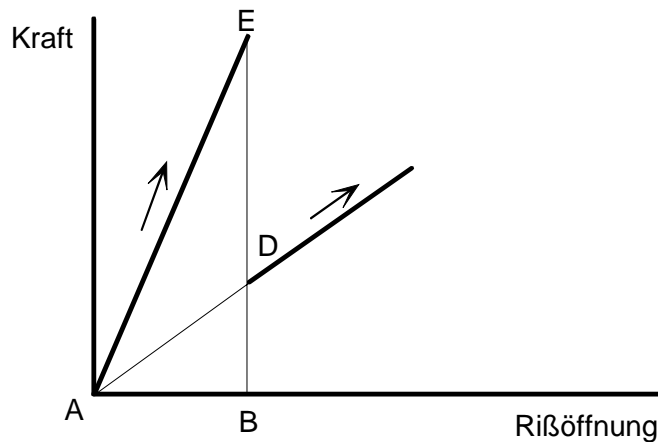


Abbildung 4.6: Kraft-Riößnungs-Diagramm beim Belasten und anschließendem instabilen Rißfortschritt einer Chevron-Probe bei unendlich steifer Prüfmaschine.

Abbildung 4.6 zeigt die idealisierte F - δ -Kurve eines instabilen Rißfortschritts. Der Riß beginnt in Punkt E instabil zu laufen und die Kraft nimmt ab. Da der Versuch weggesteuert stattfindet, bleibt die Riößnung konstant. Nach erfolgtem Rißstopp ist die Kraft auf den Wert des Punktes D gefallen. Die Energiebilanz ist in diesem Fall einfach die Differenz der in der Probe gespeicherten elastischen Energie zu Beginn (U_i) und am Ende (U_e) des instabilen Rißfortschritts. U_i entspricht der Dreiecksfläche ABE, U_e der Fläche ABD:

$$\Delta U = U_e - U_i = \text{ABD} - \text{ABE}.$$

Die mittlere kritische Energiefreisetzungsrate ergibt sich dann als der Quotient aus der elastischen Energiedifferenz und der gebildeten Bruchfläche ΔA . ΔU ist negativ, da die Energie der Probe entzogen wird, was durch das Vorzeichen berücksichtigt wird:

$$\bar{G}_{Ic} = -\frac{\Delta U}{\Delta A}. \quad (4.7)$$

Diese Betrachtung ist aber nur dann richtig, falls die Prüfmaschine bei der Belastung keine elastische Energie aufnimmt. Eine Kunststoffprobe ist zwar erheblich weicher als Stahl, die auftretenden Kräfte von z. T. mehr als 4 kN sind jedoch recht hoch und führen dazu, daß die Prüfmaschine einen nicht unerheblichen Betrag an elastischer Energie speichert. Ein Teil dieser Energie wird während des instabilen Rißfortschritts freigesetzt und vergrößert die Rißöffnung. Das Kraft-Rißöffnungs-Diagramm sieht dann so aus, wie es Abbildung 4.7 zeigt.

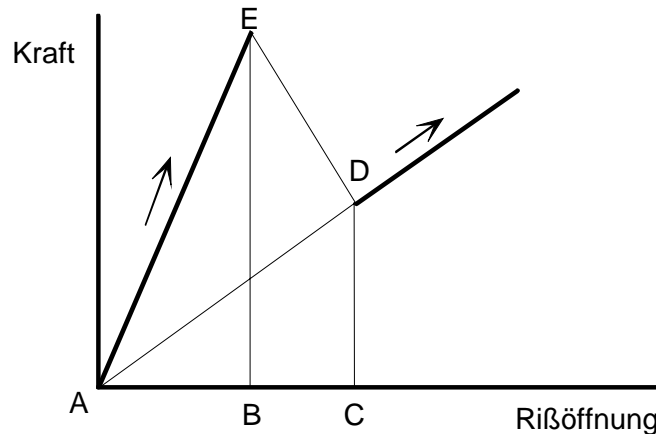


Abbildung 4.7: Schematisches Kraft-Rißöffnungs-Diagramm einer Chevron-Probe.

Die Belastung beginnt im Punkt A und verläuft linear elastisch bis zum Punkt E, wo instabiler Rißfortschritt einsetzt. Im Punkt D stoppt der Riß wieder und die Probe kann weiter belastet werden. Anfangs- und Endpunkt des Rißfortschritts (E und D) weisen eine unterschiedliche Rißöffnung auf, was die direkte Konsequenz der endlichen Maschinensteifigkeit ist.

Breitet sich der Riß in der Probe aus, so ändert sich das Verhältnis von Proben- zu Maschinensteifigkeit. Die Maschine leistet an der Probe die Arbeit U_M , die der Trapezfläche EBCD entspricht. Hat der Riß wieder gestoppt, ist in der Probe noch die elastische Energie U_e gespeichert, was in obiger Zeichnung proportional zum Flächeninhalt des Dreiecks ACD ist. Die Energiebilanz sieht dann folgendermaßen aus

$$\Delta U = U_e - (U_M + U_i) = ACD - (ABE + EBCD) \quad (4.8)$$

ΔU ist die dem Riß bei der Rißausbreitung zur Verfügung stehende Energie. Sie entspricht betragsmäßig der Dreiecksfläche ADE.

Bei dieser Betrachtung bleibt eine Unsicherheit: Es ist nichts darüber bekannt, wie sich Kraft und Rißöffnung auf dem Weg von E nach D verhalten. Die Arbeit U_M , die die Maschine an der Probe leistet, steht nur dann zur Verfügung, wenn sie *während* des instabilen Rißfortschritts geleistet wird und nicht erst dann, wenn der Riß bereits wieder gestoppt hat. Mit dem vorliegenden Versuchsaufbau läßt sich dies leider nicht klären. Die so berechnete Energiefreisetzungsrates nach Gleichung (4.7) ist also eine obere Abschätzung. Der Anteil der Maschinenarbeit U_M , die freigesetzt wird während der Riß instabil durch die Probe läuft, ist nicht bekannt, kann aber nicht höher liegen als die Arbeit, die der Vierecksfläche EBCD entspricht.

4.1.5 Compliance-Funktion der Chevron-Probe

Die Nachgiebigkeitsfunktion (Compliance) der Chevron-Probe wurde im Rahmen dieser Arbeit experimentell bestimmt. Abbildung 4.8 zeigt die dimensionslose Compliance als Funktion der relativen Rißlänge einiger PA12 und PMMA-Proben. Die Rißlänge wurde dabei immer auf der Bruchfläche ausgemessen.

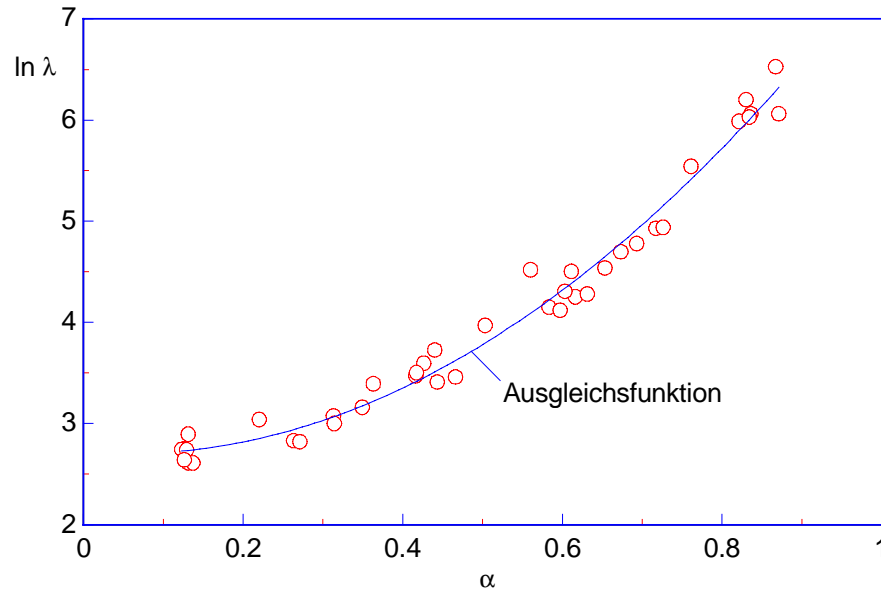


Abbildung 4.8: Logarithmus der dimensionslosen Compliance λ gegen die relative Rißlänge α bei Chevron-Proben (Meßwerte von PA12- und PMMA-Proben). Die mit „Ausgleichsfunktion“ beschriftete Kurve ist ein berechneter Fit.

Es läßt sich ein Polynom zweiten Grades an die $\ln \lambda$ -Meßwerte anfitzen. Im weiteren wurden alle Auswertungen mit der Funktion

$$\lambda(\alpha) = \exp(2,718 - 0,5913\alpha + 5,430\alpha^2) \quad (4.9)$$

durchgeführt. Diese Näherung basiert allein auf experimentellen Daten. Sie gilt für sehr große Rißlängen (größer als $a/W = 0,85$) nicht mehr.

Wie man an dem Verlauf der Compliance sieht ist sie eine mit der Rißlänge streng monoton steigende Funktion. Es bietet sich also die Möglichkeit, bei einem Versuch die Rißlänge aus der Compliance zu berechnen und nicht erst nach dem Versuch auf der Bruchfläche auszumessen. Dies stößt bei sehr kleinen Rißlängen allerdings auf Schwierigkeiten: Die Parabel verläuft dort sehr flach, so daß bereits ein kleiner Fehler in der Compliance zu einem großen Fehler bei der Bestimmung der Rißlänge führt. Es kann sogar sein, daß die λ -Funktion einen Compliance-Wert gar nicht annimmt und sich somit keine Rißlänge berechnen läßt. Wenn möglich ist eine auf der Bruchfläche ausgemessene Rißlänge einer berechneten immer vorzuziehen.

Der Materialkennwert K_{Ic} wurde bei einer relativen Anfangsrißlänge von etwa 0,4 bis 0,6 ermittelt. Dies stimmt mit der Prüfnorm ISO/DIS 13586 überein und sollte verlässliche Materialkennwerte liefern. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung mit den Materialkennwerten, die aus den Flügelproben gewonnen wurden (siehe Kapitel 5). Dies ist ein weiteres Indiz für die Richtigkeit der Compliance-Funktion (4.9).

4.2 Die Flügelprobe

4.2.1 Geometrie der Flügelprobe

Für die Messung der Rißgeschwindigkeit mit Hilfe einer leitfähigen Schicht (siehe Abschnitt 4.5) sind die Chevron-Proben nicht geeignet. Es wurde deshalb für diese Arbeit eine neue Probe entwickelt, die in der Abbildung 4.9 zu sehen ist.

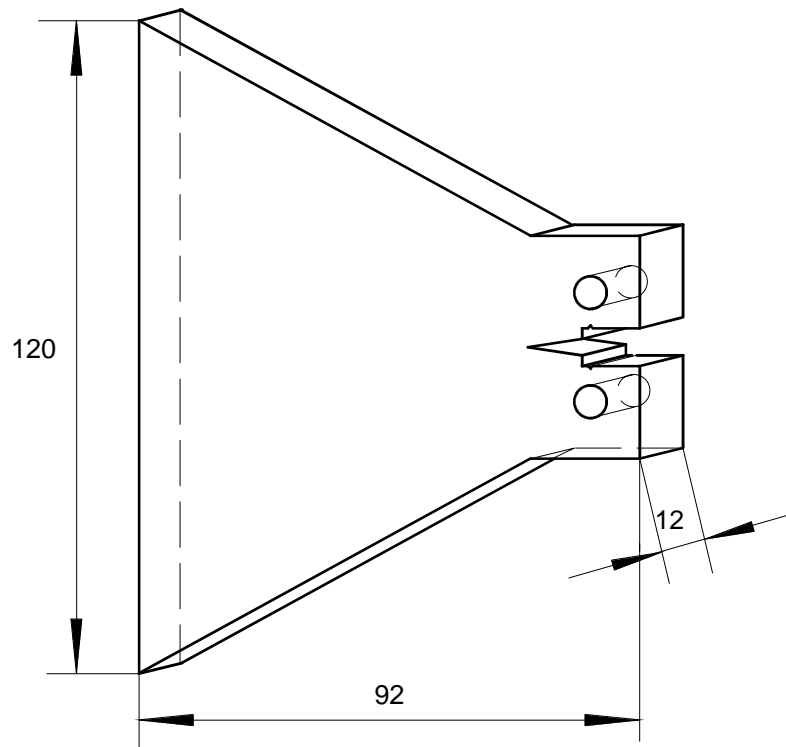


Abbildung 4.9: Flügelprobe mit äußeren Abmessungen (alle Größen in mm).

Proben dieser Art wurden schon in früheren Arbeiten verwendet [Gallagher, 1971; Schijve u. Koenig, 1977; Beres et al., 1997]. Wie später noch gezeigt wird haben sie die Eigenschaft, daß der K_I -Faktor in einem gewissen Rißlängenbereich konstant ist, wenn sich die anliegende Kraft nicht ändert. Sie werden deshalb auch konstant- K -Proben genannt.

Die hier verwendete Probe hat, abgesehen von der Breite, den gleichen Kopf wie die Chevron-Probe (siehe Abbildung 4.1). Sie läßt sich deshalb ohne Probleme in die vorhandene Apparatur einbauen und es können dieselben Weg- und Kraftaufnehmer benutzt werden.

Es war das Ziel, die Geschwindigkeitscharakteristik beim Rißstopp zu beobachten. Durch die flügelartige Form erhält man eine ähnliche Begünstigung des Rißstopp-Verhaltens, wie es bei den Chevron-Proben durch die dreieckförmige Kerbe erreicht wird.

4.2.2 Berechnung der Compliance mit Finiten Elementen

Da noch keine Erfahrungen mit dieser Probenform vorlagen, wurde zur Bestimmung der Compliance-Rißlängen-Funktion eine FE-Rechnung durchgeführt. Abbildung 4.10 zeigt das dafür erstellte Netz. Da die Probe spiegelsymmetrisch aufgebaut ist, braucht nur eine Hälfte modelliert zu werden. Der ebene Dehnungszustand (EDZ) ist für Flügelproben der verwendeten Dicke eine zulässige Näherung und so ist es ausreichend, mit einem zweidimensionalen Modell zu rechnen.

Die Rechnung wurde linear-elastisch durchgeführt und plastische Verformungen vernachlässigt. Da es hier nicht darum geht, das genaue Verhalten des Materials an der Rißspitze zu untersuchen, ist daraus kein nennenswerter Fehler zu erwarten.

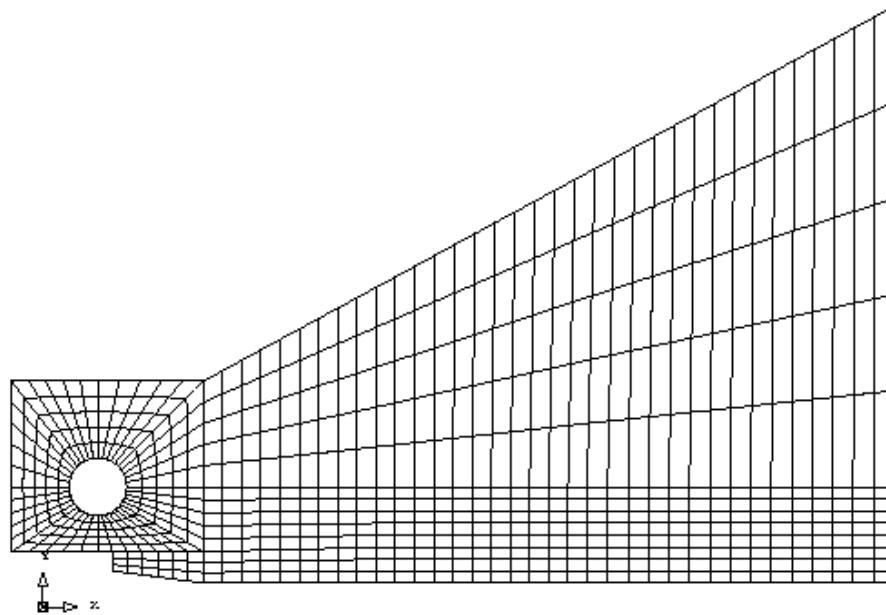


Abbildung 4.10: Für die FE-Berechnung der Compliance verwendetes Netz.

Wie in Abbildung 4.3 für die Chevron-Probe gezeigt, wird die Rißöffnung nicht direkt an den Kraftangriffspunkten gemessen, sondern in Verlängerung der Krafrichtung an einer Nut. Um dem in der FE-Rechnung zu entsprechen wird die Verschiebung des Knotenpunktes als Rißöffnung angenommen, der sich in direkter Verlängerung der Lastrichtung am Rand der Kerbe befindet.

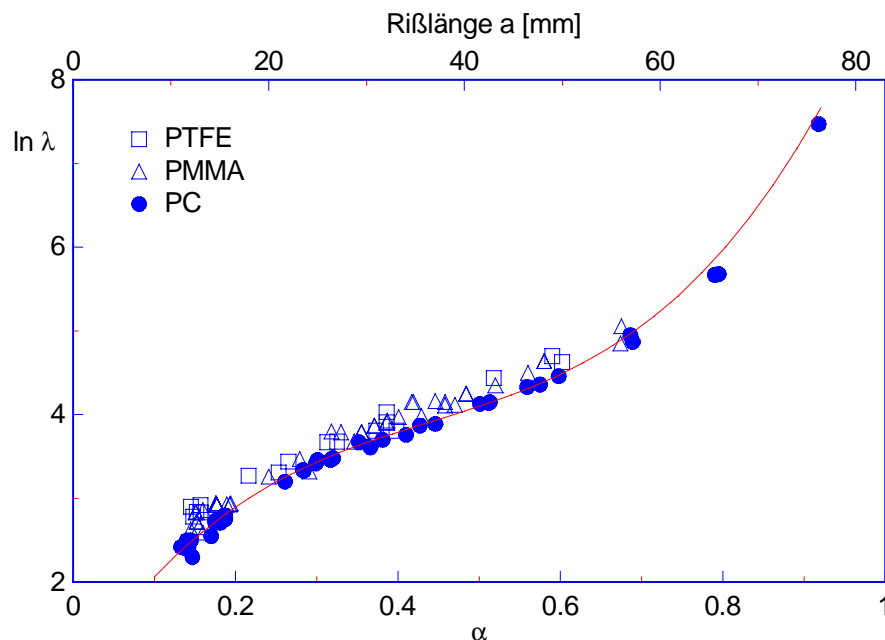


Abbildung 4.11: Berechnete Compliance-Werte aus der FE-Rechnung für eine Flügelprobe (durchgezogene Linie) und gemessene Werte von λ an verschiedenen Polymeren.

Abbildung 4.11 zeigt die berechnete Compliance-Funktion in Abhängigkeit von der Rißlänge zusammen mit den Meßwerten von verschiedenen Proben. Es ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Rechnung und Experiment.

Der logarithmische Verlauf der Compliance kann durch ein Polynom dritten Grades angenähert werden, mit dem auch die Versuche ausgewertet wurden. Es ergibt sich

$$\lambda(\alpha) = \exp(0,7984 + 15,19\alpha - 27,61\alpha^2 + 20,87\alpha^3). \quad (4.10)$$

Um den Spannungsintensitätsfaktor und die Energiefreisetzungsrate zu berechnen geht man analog zu den Chevron-Proben vor, wobei natürlich jetzt die Compliance-Funktion der Gleichung (4.10) verwendet werden muß und die Y^* -Funktion der Gleichung (2.33).

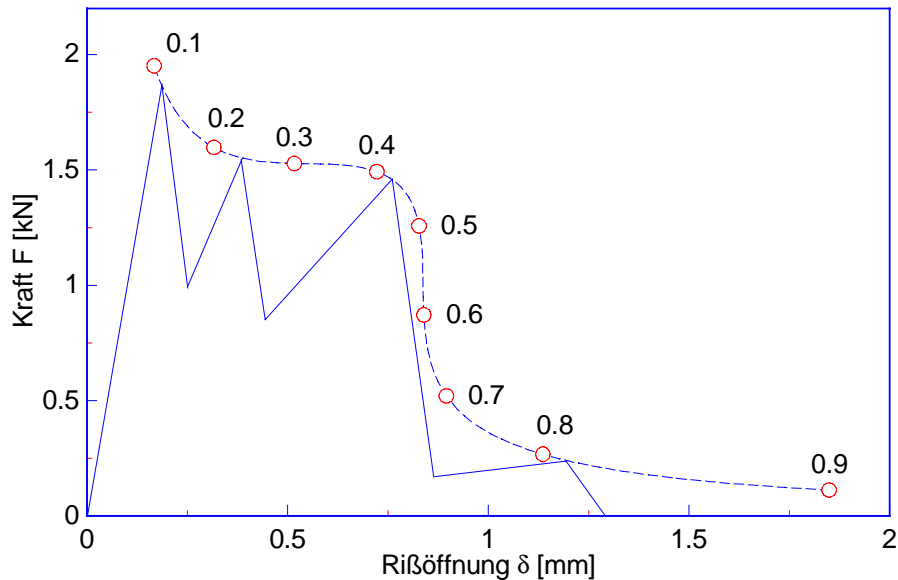


Abbildung 4.12: Berechnetes F - δ -Diagramm für eine Flügelprobe (am Beispiel von PC bei 77 K). Die gestrichelte Kurve gibt den Verlauf von Kraft und Rißöffnung bei stabiler, die durchgezogene bei instabiler Rißausbreitung an. Die Zahlen an den runden Symbolen geben die relative Rißlänge an.

Mit der bekannten Compliance λ kann man, wie bei den Chevron-Proben in Abbildung 4.5, den Verlauf von Kraft und Rißöffnung bei stabiler Rißausbreitung angeben. (siehe Abbildung 4.12). Im Gegensatz zur Chevron-Probe zeigt sich hier kein Maximum im F - δ -Verlauf. Bei stabiler Rißausbreitung gibt die gestrichelte Kurve den Verlauf von Kraft und Rißöffnung an, bei instabiler Rißausbreitung die durchgezogene Kurve. Die Endpunkte der Belastungsgeraden müssen bei konstanten K_{Ic} -Faktor auf der gestrichelten Kurve liegen.

4.2.3 Der konstante K -Faktor

Wie bereits oben erwähnt ist die Flügelprobe auch dafür bekannt, daß der K_I -Faktor bei konstanter Kraft in einem bestimmten Bereich unabhängig von der Rißlänge ist. Um den kritischen Spannungsintensitätsfaktor zu bestimmen ist dieses Verhalten insofern von Vorteil, als sich ein Fehler bei der Bestimmung der Rißlänge kaum auf den K_{Ic} -Wert auswirkt.

Um dies für die vorliegende Probe nachzuprüfen wurde der K_I -Faktor bei konstanter Belastungskraft für verschiedene Rißlängen mit der Methode der Finiten Elemente berechnet. Abbildung 4.13 zeigt das verwendete Netz. Es ist weitgehend identisch mit dem für die Compliance-Berechnung, jedoch ist es im Bereich der Rißspitze stark verfeinert, um den genauen Verlauf der Spannung in y -Richtung zu erhalten.

Zur Bestimmung des K_I -Wertes nutzt man aus, daß zwischen der Spannung in y -Richtung σ_y , dem Spannungsintensitätsfaktor K_I und dem Abstand von der Rißspitze r in der Rißebeine der Zusammenhang

$$\sigma_y(r) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \quad (4.11)$$

besteht (siehe Kapitel 2). Die Rispitze liegt hier bei $r = 0$. Logarithmieren der Gleichung fhrt auf

$$\ln(\sigma_y) = \ln(K_I) - \frac{\ln(2\pi r)}{2}. \quad (4.12)$$

Trgt man $\ln(\sigma_y)$ aus der FE-Rechnung gegen $\ln(2\pi r)/2$ auf, so erhlt man im Bereich der Rispitze eine Gerade mit der Steigung -1. Der Spannungsintensittsfaktor bzw. dessen Logarithmus kann dann einfach als y-Achsenabschnitt abgelesen werden.

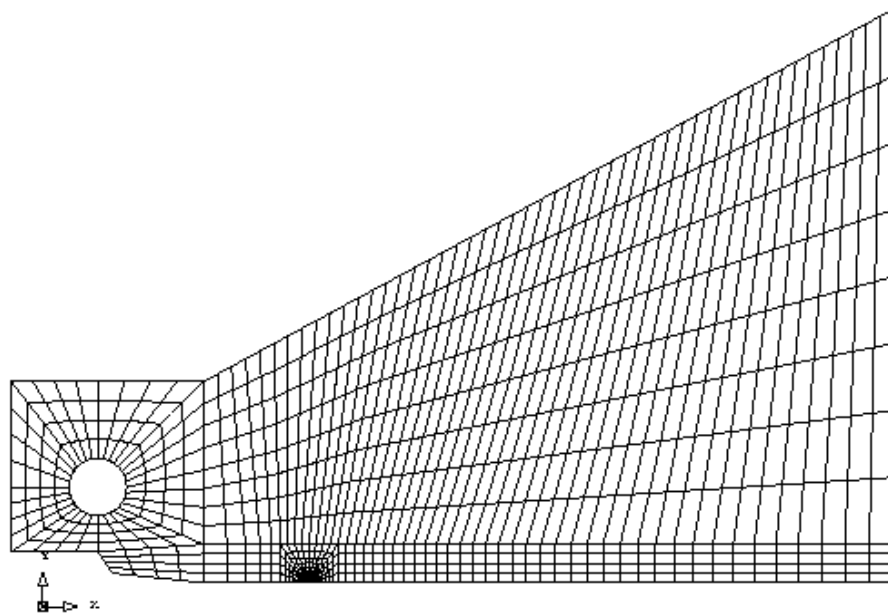


Abbildung 4.13: Netz der FE-Rechnung zur Bestimmung des K_I -Wertes.

Abbildung 4.14 zeigt das Ergebnis einer solchen Rechnung. Die Werte bei sehr kleinem Abstand von der Rispitze weichen ebenso wie die in groem Abstand vom linearen Verlauf ab. Dies ist auch zu erwarten: Sehr nahe an der Rispitze macht sich die endliche Gre der Elemente bemerkbar und es kommt zu Fehlern aufgrund der hohen Spannungsgradienten. Befindet man sich weit von der Rispitze entfernt versagt die zur Herleitung der Gleichung (4.11) gemachten Nherungen.

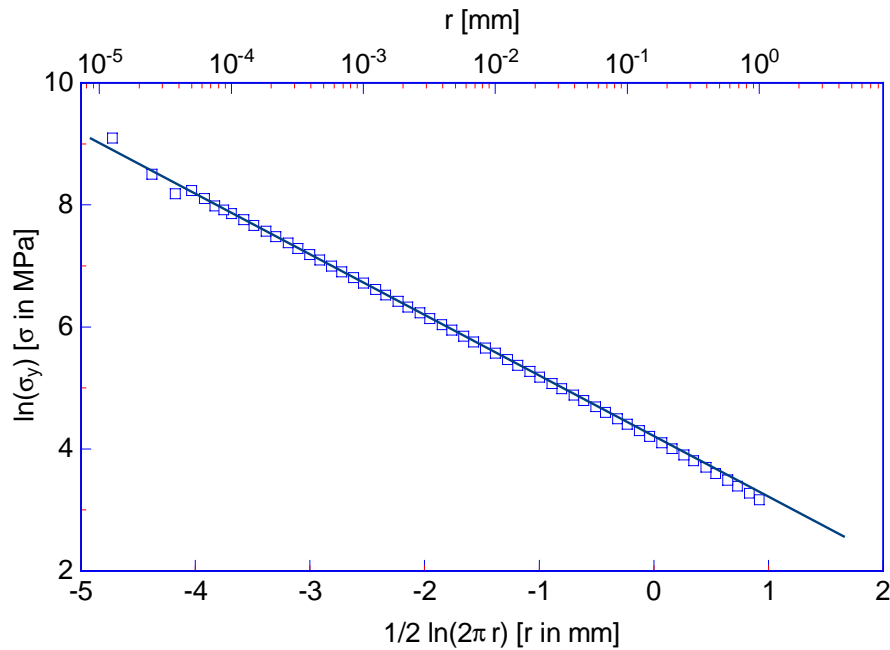


Abbildung 4.14: Verlauf der Spannung σ_y als Funktion des Radius. Die eingezeichnete Gerade ist der Fit an die berechneten Punkte. Die Rißlänge betrug 22 mm ($\alpha = 0,27$) und die anliegende Kraft 840 N.

Es wurden K_I -Werte für verschiedene Rißlängen zwischen 15 und 52 mm berechnet, wobei die anliegende Kraft mit $F = 840$ N stets dieselbe war. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.15 dargestellt. Wie schon bei der Berechnung der Compliance war der E-Modul 3 GPa und die Poissonzahl 0,35.

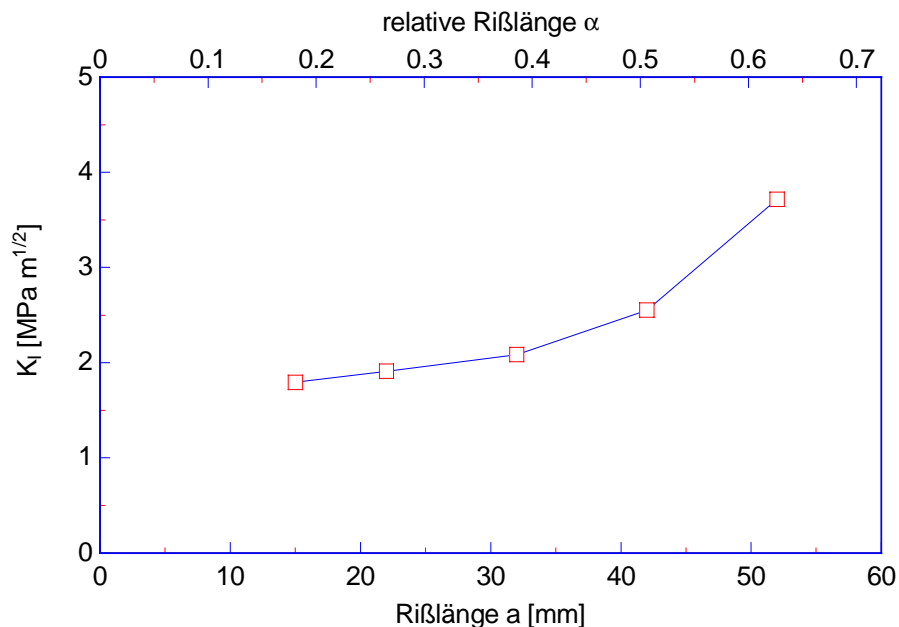


Abbildung 4.15: Spannungsintensitätsfaktor als Funktion der Rißlänge in Flügelproben bei konstanter Kraft.

Es zeigt sich, daß der Spannungsintensitätsfaktor auch im relativen Rißlängenbereich unterhalb von $\alpha = 0,5$ nicht ganz konstant ist. K_I steigt allerdings nur sehr langsam an, so daß ein Fehler bei der Bestimmung von α nur einen kleinen Einfluß auf die Berechnung des K_{Ic} -Wertes hat.

Die Berechnung der Spannungen mit einem FE-Programm bietet auch die Möglichkeit, die Spannungen im Bauteil genau zu analysieren. Abbildung 4.16 zeigt die Spannung in y -Richtung einer Flügelprobe bei Belastung.

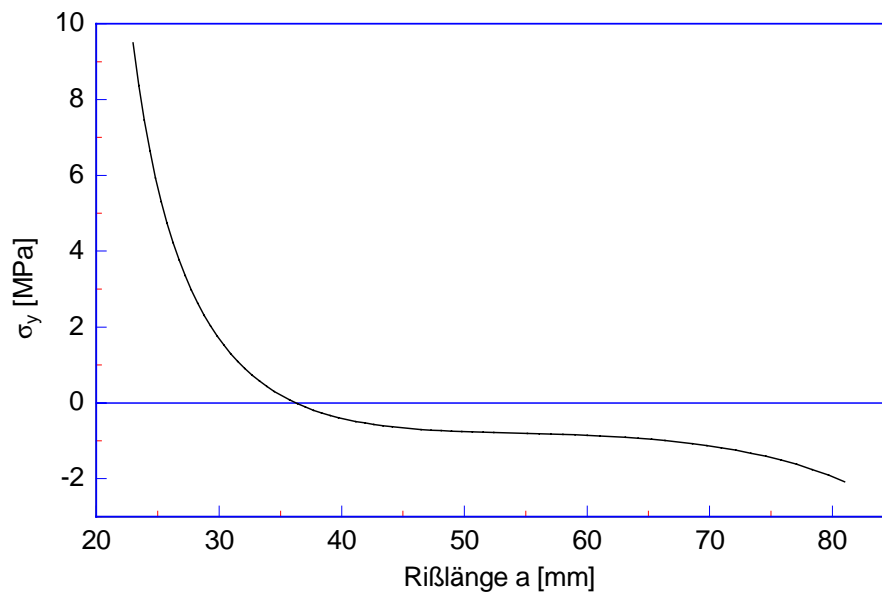


Abbildung 4.16: Spannung σ_y in der Rißebeine einer Flügelprobe bei Belastung. Die Rißspitze befindet sich bei $a = 20$ mm ($\alpha = 0,24$).

Wie zu erwarten zeigt sich eine Spannungssingularität an der Rißspitze. Bei einem Abstand von etwa 16 mm von der Rißspitze wird die Spannung negativ; es findet also ein Übergang von Zug- zu Druckspannung statt.

4.3 Die Prüfmaschine

Alle Versuche dieser Arbeit wurden an einer Zugprüfmaschine durchgeführt, die eigens für Versuche mit geringen Kräften konstruiert wurde, wie sie bei polymeren Werkstoffen auftreten. Das Außergewöhnliche an dieser Prüfmaschine ist, daß sie bei Temperaturen zwischen 4 K und Raumtemperatur arbeitet und sowohl als Bad- wie auch als Verdampferkryostat betrieben werden kann.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ausschließlich flüssiger Stickstoff als Kühlmittel eingesetzt und meist im Verdampferbetrieb gearbeitet. Als Kontaktgas diente dabei Helium mit einem Druck von 1 bar, das das Abkühlen des Kryostaten beschleunigt. Soll der Versuch im Vakuum stattfinden, so kann vor dem Versuch das Kontaktgas abgepumpt werden.

Abbildung 4.17 zeigt den schematischen Aufbau der Prüfmaschine. Die Kraft wird über eine Zugstange aufgebracht, die am oberen Ende in das Antriebsrad eingeschraubt ist. Dieses ruht auf einem Kugellager und wird über einen Riemen von einem Schrittmotor angetrieben. Bei jeder Umdrehung des Rades hebt sich die Zugstange um die Ganghöhe des Gewindes von 1,5 mm.

4.4 Messung der mechanischen Dämpfung

Die in dieser Arbeit vorgestellten Dämpfungsmessungen wurden mit einem Torsionspendel durchgeführt. In Abbildung 4.18 ist der Aufbau schematisch dargestellt. Eine streifenförmige Polymerprobe mit den Abmessungen $1 \times 10 \times 100 \text{ mm}^3$ wird an beiden Enden in einer Einspannung fixiert, wobei sich an der unteren eine Schwungsscheibe befindet. Der ganze Aufbau kann in einem Kryostaten versenkt werden, um Messungen bei jeder Temperatur zwischen 4 K und Raumtemperatur zu ermöglichen.

Zur Messung wird die Schwungsscheibe um einen kleinen Winkel ausgelenkt und anschließend losgelassen. Das gesamte System, bestehend aus Schwungsscheibe, Probe und Einspannung, schwingt dann in der Eigenfrequenz, die hauptsächlich durch das Trägheitsmoment der Schwungsscheibe und die Steifigkeit der Probe gegeben ist. Auf der unteren Einspannung ist ein kleiner Spiegel befestigt, auf den ein Lichtstrahl gerichtet ist und dessen Ablenkung mit einer Diodenzeile registriert wird. Damit lässt sich die Schwingungsfrequenz und die zeitliche Änderung der Schwingungsamplitude messen.

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 nach DIN EN ISO 6721-1

$$\tan \delta \approx \frac{1}{\pi} \ln \frac{x_n}{x_{n+1}} . \quad (4.13)$$

Bei bekannten Abmessungen der Probe folgt der G-Modul unmittelbar aus der Eigenfrequenz des Systems. Für die genaue Formel siehe DIN EN ISO 6721-2.

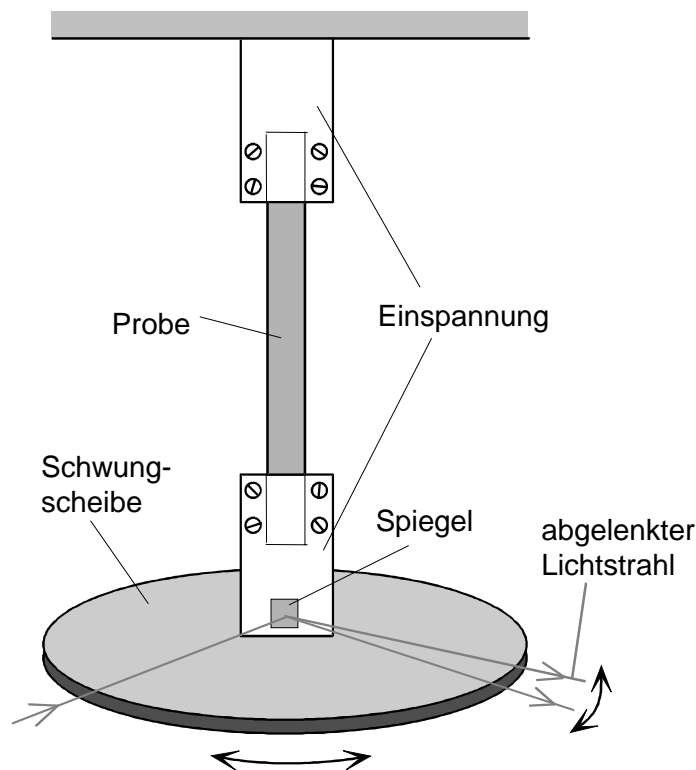


Abbildung 4.18: Schematischer Aufbau des verwendeten Torsionspendels. Die Abmessung der Probe beträgt $1 \times 10 \times 100 \text{ mm}^3$; die anderen Komponenten sind in der Abbildung in etwa maßstäblich dazu gezeichnet.

4.5 Messung der Rißgeschwindigkeit

4.5.1 Messung der Rißgeschwindigkeit mit einer Metallschicht

Auf die Flügelprobe wird eine leitfähige Metallschicht aufgedampft, die so dünn ist, daß sie das Bruchverhalten des Probenkörpers nicht beeinflusst. Durch den fortschreitenden Riß wird die Metallschicht zerteilt und deren Widerstand ändert sich. Mißt man den Widerstand mit hoher Zeitauflösung, so kann man daraus die Rißlänge und schließlich die Rißgeschwindigkeit als Funktion der Zeit berechnen.

Die Meßgenauigkeit ist bei diesem Verfahren sehr gut und nur durch die Auflösung der Widerstandsmessung und das Rausch-Signal-Verhältnis begrenzt. Durchführung und Auswertung des Versuchs sind jedoch relativ aufwendig.

Beschichtung der Proben

Die Proben wurden einseitig poliert und gereinigt. Anschließend wurde durch die Firma MAT in Dresden eine homogene Aluminiumschicht aufgedampft, die eine Dicke von etwa 40 bis 50 nm aufwies. Die Kontaktierung der Al-Schicht erfolgte mit abisolierten Kupferdrähten und etwas Leitsilber, wie Abbildung 4.19 skizziert. Der Widerstand der intakten Probe betrug etwa 4 bis 15 Ω bei PC, PMMA und PTFE, abhängig von der jeweiligen Schichtdicke des Aluminiums.

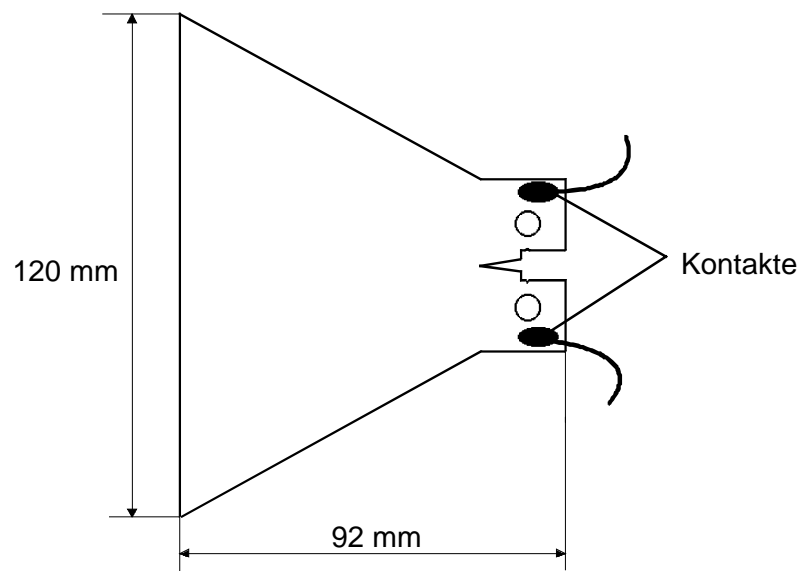


Abbildung 4.19: Lage der Kontakte an der Flügelprobe. Die Metallschicht bedeckt eine Seite der Probe vollständig.

Bei PA12 ergab sich ein deutlich höherer Widerstand von etwa 100 Ω und darüber. Die Ursache hierfür dürfte in der größeren Rauigkeit der Oberfläche liegen: PA12 ist bei Raumtemperatur recht weich und läßt sich nur schlecht polieren. Ist die Dicke der aufgedampften Aluminiumschicht in der Größenordnung der Oberflächenrauigkeiten, so ergibt sich keine einfach zusammenhängende Metallschicht sondern eine, die von vielen mikrofeinen Rissen durchzogen ist und deren Widerstand entsprechend höher liegt.

Trotz der relativ großen thermischen Ausdehnung von Polymeren haftet die Aluminiumschicht auf allen untersuchten Proben im gesamten Temperaturbereich von 77 K bis Raumtemperatur ohne Probleme.

4.5.2 Kalibrierung

Die Beschichtung macht eine Kalibrierung der Widerstands-Rißlängen-Funktion notwendig. Hierzu wurde bei mehreren Proben die Al-Schicht mit einer Rasierklinge definiert durchtrennt und jeweils Rißlänge und Widerstand gemessen. Abbildung 4.20 zeigt eine solche Kalibrierung.

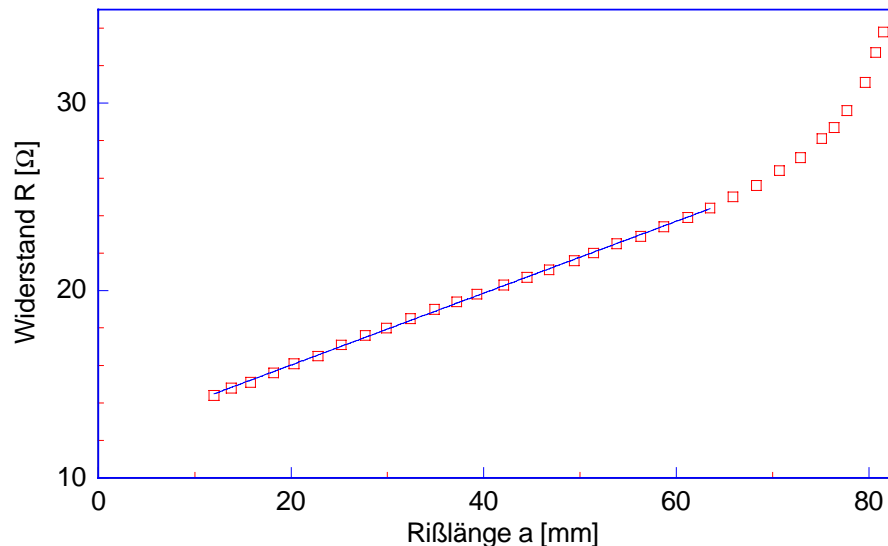


Abbildung 4.20: Kalibrierung Widerstand Rißlänge für eine PMMA-Probe. Die Gerade ist angefitet.

Wie man sieht ist der Zusammenhang Widerstand-Rißlänge bis $a = 60$ mm in guter Näherung linear. Der genaue Verlauf des Anstiegs hängt von der jeweiligen Probe und der genauen Form der Kontaktierung ab.

Für die Auswertung der Messungen kann man jedoch nicht einfach eine einmal gemessene Kalibrierkurve für alle Proben verwenden. Weder der Absolutwert des Widerstands noch die genaue Form der Widerstands-Rißlängen-Beziehung ist immer gleich. Da es bei den Versuchen meist zu einem oder mehreren Rißstopps kommt, hat man außer dem Anfangswert noch weitere Eichpunkte zu Verfügung. Diesen Umstand kann man bei der Auswertung nutzen. Durch Anpassen der obigen Kurve an die Rißstopppunkte erhält man schließlich die gültige Kalibrierung.

4.5.3 Beschaltung der Probe

Abbildung 4.21 zeigt die Beschaltung, mit der der Widerstand der Aluminiumschicht in eine Spannung umgesetzt wird. Die beiden konstant-Spannungsgeber K1 und K2 werden durch Batterien gespeist. Alle Versuche, statt dessen netzbetriebene Spannungsquellen zu verwenden, sind an zu großen Störungen gescheitert.

Am Schaltplan fällt auf, daß es zwei Spannungsquellen gibt. Dies ist notwendig, da das Aufzeichnungsfenster $\Delta U = 2 \cdot U_{\text{mess}}$ des Transientenrekorders immer von $-U_{\text{mess}}$ bis $+U_{\text{mess}}$ geht, wobei sich U_{mess} nur in festen Stufen einstellen läßt, z. B. 100 mV, 200 mV oder 500 mV. Um die volle Auflösung des Transientenrekorders nutzen zu können, erzeugt der zweite Spannungsgeber K2 einen entsprechenden negativen Spannungsoffset.

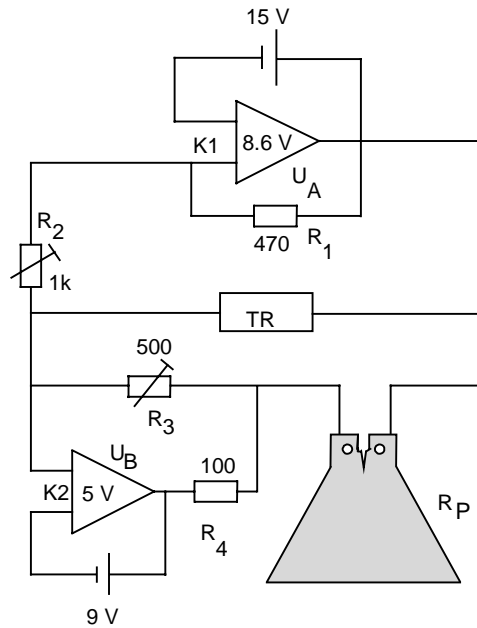


Abbildung 4.21: Schaltung zur Konvertierung des Probenwiderstandes in eine Spannung. TR steht für Transientenrekorder. Alle Widerstände sind in Ω angegeben.

Der Transientenrekorder zeichnet Spannungssignale digital mit einer Auflösung von 12 Bit und einer maximalen Rate von 30 MHz auf. Bei einer Speichertiefe von 512 kB steht somit ein Zeitfenster von $512 \cdot 1024 / 3 \cdot 10^7 \text{ s} \approx 17500 \mu\text{s}$ zur Verfügung. Dies ist für die Messung des instabilen Reißfortschritts völlig ausreichend, da sich der Prozeß in höchstens 300 bis 400 μs abspielt.

Unter der Voraussetzung, daß der Transientenrekorder einen unendlichen Eingangswiderstand hat, läßt sich obige Schaltung berechnen. Der genaue Rechenweg ist im Anhang gegeben. Es ergibt sich für die Spannung U_{TR} , die der Transientenrekorder aufzeichnet:

$$U_{\text{TR}} = \frac{-R_2 R_3 U_B + R_3 R_4 U_A + R_3 R_P U_A + R_4 R_P U_A}{R_2 R_3 + R_3 R_4 + R_3 R_P + R_2 R_4 + R_4 R_P} \quad (4.1)$$

Der Probenwiderstand ist mit R_P bezeichnet, die übrigen Widerstände wie in der Abbildung 4.21 eingezeichnet. Bei einem Wert von $R_P = 4 \Omega$ sind $R_2 = 200 \Omega$ und $R_3 = 35 \Omega$ brauchbare Einstellungen. Gleichung (4.1) geht dann über in

$$U_{\text{TR}} = \frac{-7350 \Omega + 1066,5 R_P}{30500 \Omega + 135 R_P} \frac{\text{V}}{\Omega}$$

In Abbildung 4.22 ist die Spannung nach dieser Gleichung dargestellt. Es ergibt sich fast eine exakte Gerade, so daß für die Auswertung immer ein linearer Zusammenhang zwischen Spannung und Widerstand angenommen werden kann.

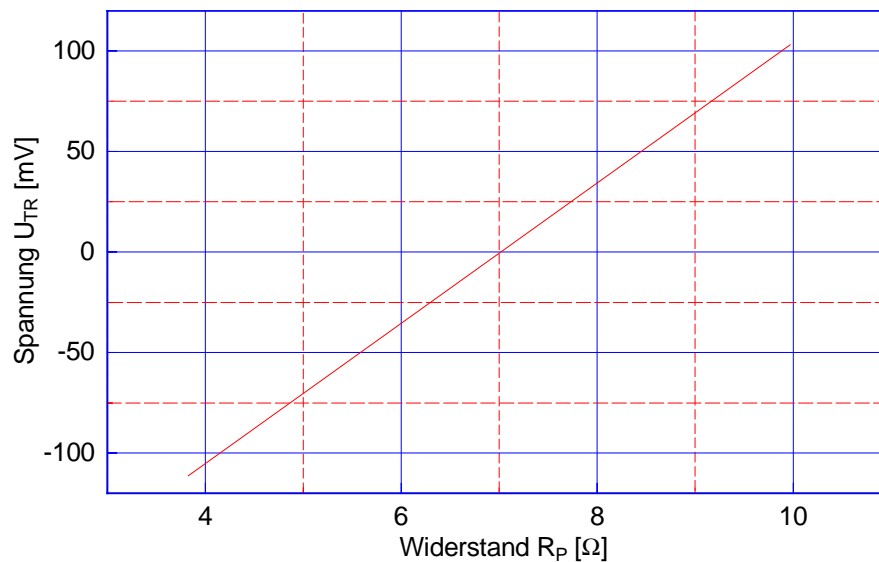


Abbildung 4.22: Spannung am Transientenrekorder U_{TR} als Funktion des Probenwiderstandes in einem typischen Bereich.

4.5.4 Einfluß der Leitungskapazität

Als nächstes muß untersucht werden, ob die Spannung am Transientenrekorder ausreichend schnell der Widerstandsänderung folgen kann. Dazu ist in der Abbildung 4.23 ein vereinfachtes Schaltbild wiedergegeben. Es entspricht dem in Abbildung 4.21 gezeigten unter Vernachlässigung der Gegenspannung und der Vorwiderstände.

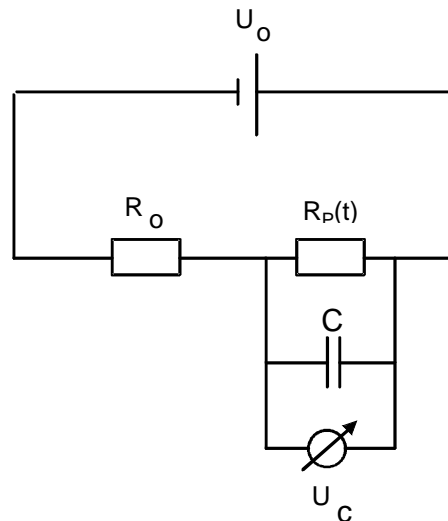


Abbildung 4.23: Ersatzschaltplan zur Berechnung des Einflusses der Leitungskapazität.

Die Kapazität des Koaxialkabels zum Transientenrekorder ist durch den Kondensator C dargestellt. Mit diesen Vereinfachungen läßt sich die Spannung $U_C(t)$ am Kondensator als Funktion des Widerstandes $R_p(t)$ berechnen. Die Herleitung ist in Anhang B dargestellt. Das Ergebnis ist folgende Gleichung:

$$\frac{dU_C(t)}{dt} = \frac{U_0}{R_0 C} - \frac{R_0 + R_p(t)}{R_p(t) R_0 C} U_C(t).$$

Zur numerischen Lösung dieser Differentialgleichung wurde ein PASCAL-Programm geschrieben. Der zeitliche Verlauf des Widerstands wird dabei vorgegeben.

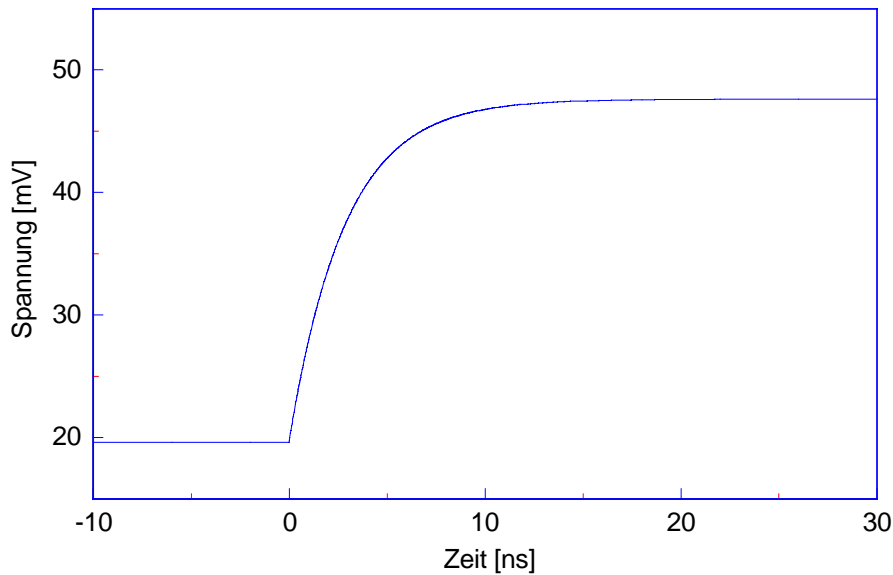


Abbildung 4.24: Simulation der Spannungsantwort am Transientenrekorder bei instantanem Widerstandsanstieg.

Der extremste Fall der auftreten kann ist eine instantane Änderung des Probenwiderstands. Im realen Experiment kann dies natürlich nicht geschehen, es zeigt sich aber so am deutlichsten, wie schnell die Schaltung reagiert. In Abbildung 4.24 ist das Ergebnis der Rechnung gezeigt. Es wurde dabei eine Spannung von $U_0 = 1$ V, ein Vorwiderstand von $R_0 = 200 \Omega$ und eine Kapazität von 300 pF angenommen, was einem 3 m langen Koaxialkabel entspricht. Der Probenwiderstand wurde zum Zeitpunkt $t = 0$ ns von 4 auf 10Ω heraufgesetzt.

Die Zeit, in der die Spannung am Transientenrekorder auf die Änderung des Probenwiderstands reagiert, beträgt etwa 15 ns. Die Reaktionszeit der Schaltung ist demnach für das Experiment ohne Belang, da die Zeit zwischen zwei Messungen des Transientenrekorders mit 33 ns deutlich höher ist. Außerdem dauert ein kompletter instabiler Reißfortschritt im Experiment etwa 50 bis 300 μ s und ist damit so groß, daß die Schaltung und damit auch der Transientenrekorder ohne meßbare Verzögerung folgen können.

4.5.5 Die Digitalisierung

Der Transientenrekorder zeichnet die Spannung mit einer Auflösung von 12 Bit auf, d. h., daß maximal $2^{12} = 4096$ Spannungsstufen ΔU unterschieden werden. Dies hat zwei Folgen: Zum einen eine gewisse Glättung, da jetzt alle Spannungen zwischen U und $U + \Delta U$ nicht mehr unterschieden werden. Zum anderen entsprechen aber die dadurch vorhandenen Spannungsstufen dem Hinzufügen von hochfrequentem Rauschen.

Weiter kommt hinzu, daß das Signal mit einer endlichen Abtastrate aufgezeichnet wird. Auf der einen Seite wünscht man sich eine möglichst hohe Rate, um den Verlauf der Spannung genau verfolgen zu können. Auf der anderen Seite führt eine hohe Aufzeichnungsrate dazu, daß die Kanten steiler werden. Als weiterer Fehler addiert sich das Eigenrauschen des Transientenrekorders.

Jede Glättung stellt einen Kompromiß dar: Auf der einen Seite will man den Einfluß des störenden Rauschens so weit wie möglich unterdrücken, auf der anderen Seite soll das Signal selbst nicht verfälscht werden. Beide Forderungen kann man gleichzeitig natürlich nicht op-

timal erfüllen. Die Versuche wurden deshalb in dieser Arbeit folgendermaßen ausgewertet, nachdem die Spannung in Rißlänge umgerechnet worden war:

- Die Zahl der Meßwerte wird um einen Faktor vier reduziert, indem der Mittelwert aus jeweils vier benachbarten Punkten gebildet wird. Dadurch reduziert sich das hochfrequente Rauschen, das hauptsächlich vom Transientenrekorder selbst stammt.
- An den jetzt entstandenen Datensatz wird eine Spline-Funktion angepaßt, die über eine mehr oder weniger große Anzahl von Datenpunkten mittelt.
- Die Spline-Funktion wird anschließend differenziert, und als das Ergebnis erhält man die Rißgeschwindigkeit als Funktion der Zeit.

Wie bereits erwähnt war das Rauschen bei den Versuchen nicht immer gleich. Folglich mußten die Parameter der Spline-Funktion an den jeweiligen Rauschpegel angeglichen werden.

Im nachfolgenden Beispiel ist die Simulation einer Versuchsauswertung gezeigt, um zu demonstrieren, welchen Einfluß das Glätten auf den ursprünglichen Verlauf der Rißgeschwindigkeit hat. Außerdem kann man so besser sehen, was die Messung zu leisten imstande ist und was nicht.

In Abbildung 4.25 ist der Idealfall einer Messung gezeigt, d. h., kein Rauschen und beliebig genaue Spannungswerte. Es wurde ein Spannungssignal stückweise aus analytischen Funktionen zusammengesetzt. Die Spannung beginnt bei $t = 0 \mu\text{s}$ zu steigen und geht bei $t = 10 \mu\text{s}$ in eine Gerade über. An diesen beiden Stellen ist die Ableitung unstetig. Darauf folgen zwei Bereiche mit linearer Steigung und schließlich flacht die Kurve ab, bis sie bei $t = 90 \mu\text{s}$ konstant wird.

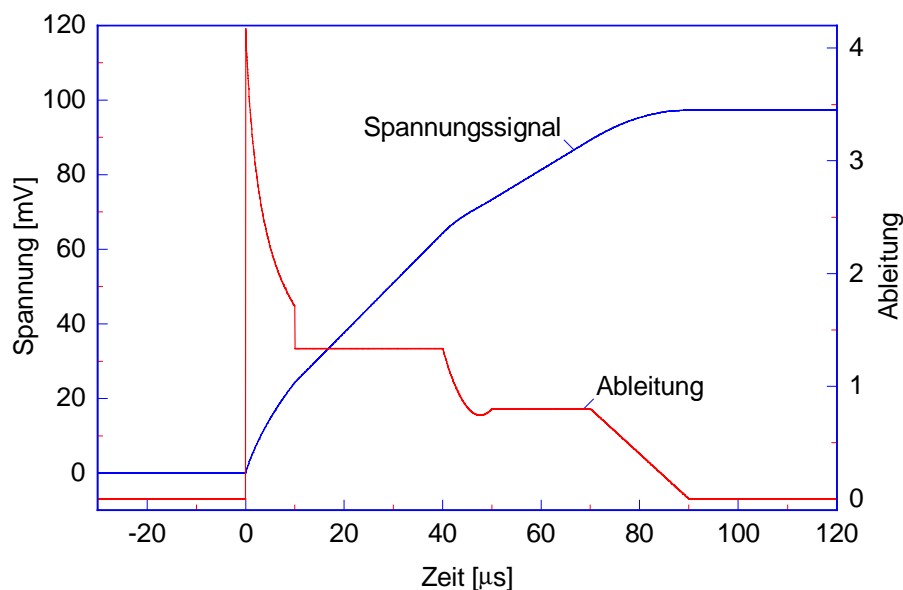


Abbildung 4.25: Idealfall einer Messung (Spannungssignal) und dessen Ableitung. Die Einheit der Ableitung ist für diese Betrachtung ohne Belang.

Dieser Verlauf der Spannung entspricht etwa dem beim ersten instabilen Rißfortschritt in einer Polycarbonat-Flügelprobe. Abbildung 4.25 zeigt sowohl den eben beschriebenen Spannungsverlauf als auch dessen Ableitung.

Um eine reale Messung zu simulieren wurde dieses generierte Spannungssignal digitalisiert mit einer Auflösung von 12 Bit / 200 mV und einer Frequenz von 30 MHz. Zusätzlich wurde Rauschen addiert, das einer Rißgeschwindigkeitsmessung entnommen wurde.

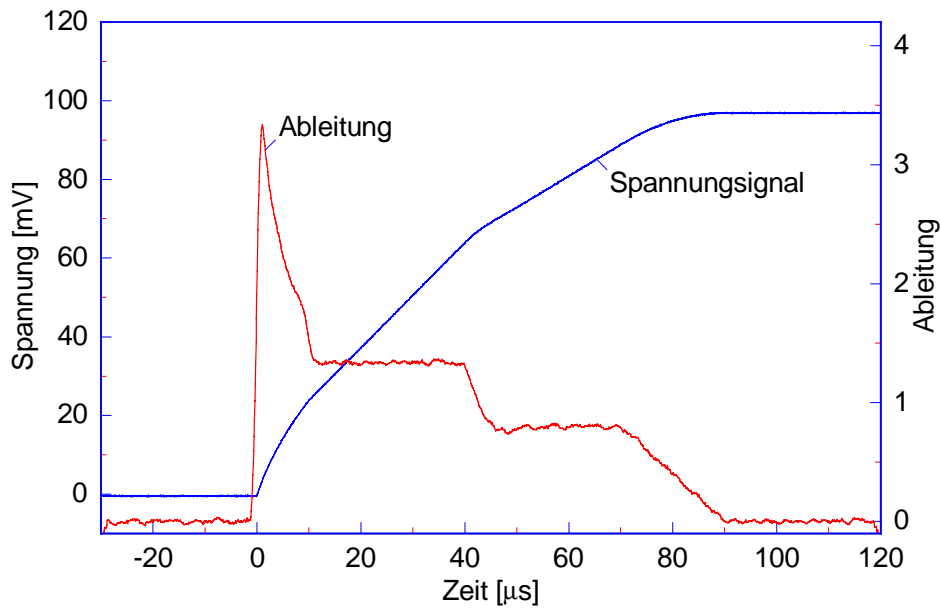


Abbildung 4.26: Digitalisiertes und mit Rauschen versehenes Spannungssignal und dessen gelättete Ableitung.

Abbildung 4.26 zeigt das Ergebnis der Auswertung. Es ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit der Vorgabe in Abbildung 4.25. Die Ableitung zu Beginn des Spannungsanstiegs ist allerdings weniger steil als bei der Vorgabe und das Maximum ist nicht wie ursprünglich spitz, sondern abgerundet. Auch die Stufe bei $t = 10 \mu\text{s}$ ist gerundet und zeigt nicht mehr die plötzliche Änderung. Sehr kleine Schwankungen der Ableitung, wie das kleine Minimum bei $t \approx 45 \mu\text{s}$, verschwinden durch die Glättung ganz oder können nur noch erahnt werden.

Es läßt sich festhalten, daß das gewählte Meß- und Auswerteverfahren in der Lage ist, die Rißlänge als Funktion der Zeit mit ausreichender Genauigkeit zu messen und daß sich die Geschwindigkeit daraus berechnen läßt. Erwartungsgemäß werden plötzliche Änderungen der Rißgeschwindigkeit, die hohen Frequenzen entsprechen, nur geglättet wiedergegeben.

5 Ergebnisse der bruchmechanischen Messungen

Es sind im folgenden Messungen an Chevron- und Flügelproben dargestellt. Alle Versuche wurden, wenn nicht anders angegeben, in Helium-Atmosphäre bei einem Druck von 0,1 MPa durchgeführt.

5.1 Versuche an PMMA

5.1.1 K_{Ic} und \bar{G}_{Ic} bei 77 K

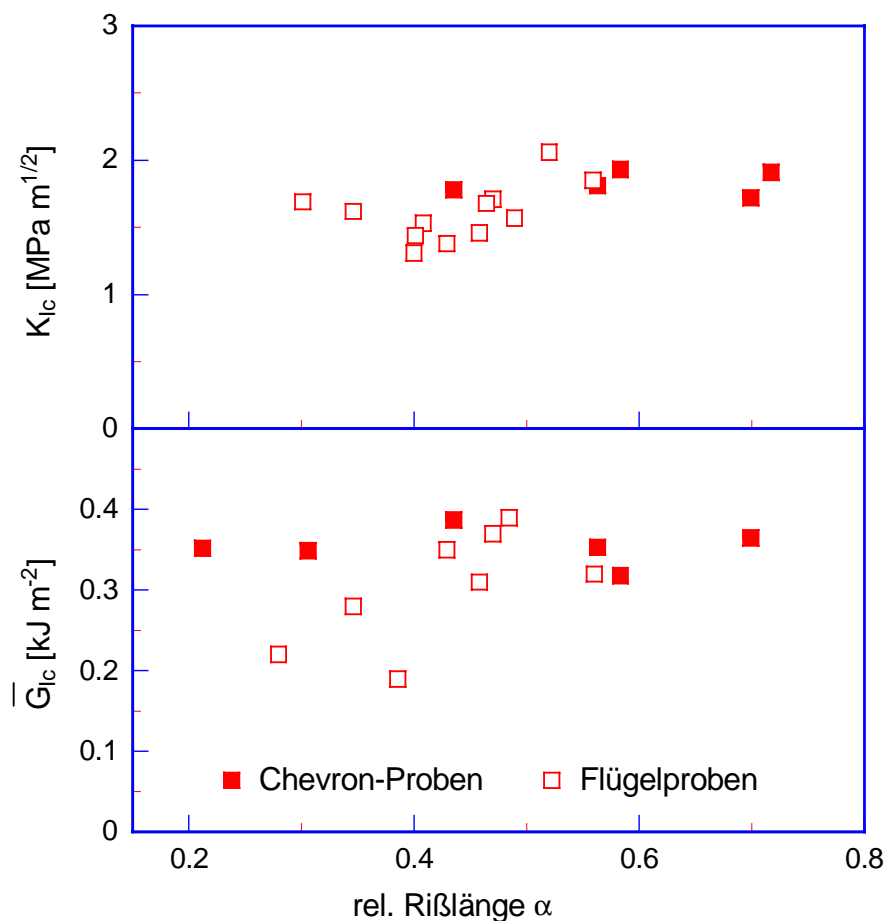


Abbildung 5.1: Kritischer Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} und die kritische Energiefreisetzungsrate \bar{G}_{Ic} von PMMA bei 77 K. Die Werte wurden an Chevron- und Flügelproben gemessen.

Abbildung 5.1 oben zeigt die Ergebnisse der Rißzähigkeitsmessungen an PMMA als Funktion der jeweiligen relativen Rißlänge α . Der K_{Ic} -Wert ist in guter Näherung konstant und weist

keine Abhängigkeit von der Rißlänge auf. Noch verbleibende Schwankungen dürften auf Streuung der Materialeigenschaften zurückzuführen sein.

Bildet man den Mittelwert aus den gemessenen K_{Ic} -Werten der Chevron-Proben ergibt sich $1,83 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ bei einer einfachen Standardabweichung von $0,08 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Die Messungen an Flügelproben weisen eine größere Schwankung auf. Aufgrund der Geometrie sind Rißstopps bei relativen Rißlängen zwischen 0,6 und 0,9 recht selten, so daß dort keine Meßwerte vorliegen. Berücksichtigt man nur Messungen mit α kleiner als 0,5, so ergibt sich ein Mittelwert von $1,54 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ mit einer einfachen Standardabweichung von $0,13 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Die Rißzähigkeit zeigt hier also etwas niedrigere Werte als bei Chevron-Proben.

Abbildung 5.1 unten zeigt die mittlere kritische Energiefreisetzungsrate als Funktion der Anfangsrißlänge des jeweiligen instabilen Rißfortschritts. Bei den Chevron-Proben zeigt sich eine erstaunlich kleine Streuung der Meßwerte. Sie sind unabhängig von der initialen Rißlänge, und der Mittelwert beträgt $0,35 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}$ bei einer einfachen Standardabweichung von $0,02 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}$. Bei den Flügelproben ergibt sich erstaunlicherweise kein von der Rißlänge unabhängiger Wert, vielmehr streuen sie in einem weiten Bereich von 0,2 bis $0,4 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}$.

5.1.2 Temperaturabhängigkeit von K_{Ic} und \bar{G}_{Ic}

K_{Ic} ist als Werkstoffparameter natürlich abhängig von den äußeren Bedingungen, wobei die Temperatur von besonderer Bedeutung ist. Abbildung 5.2 zeigt den Verlauf des kritischen Spannungsintensitätsfaktors im Temperaturbereich von 77 bis 300 K.

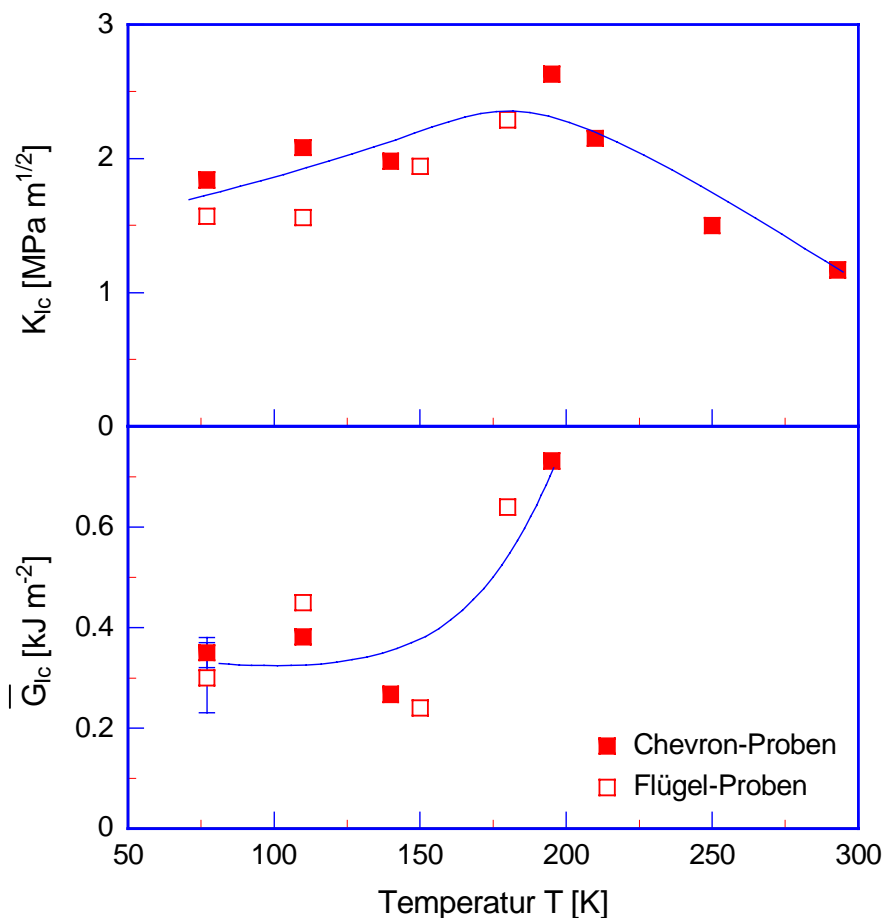


Abbildung 5.2: K_{Ic} und \bar{G}_{Ic} von PMMA als Funktion der Temperatur. Messung an Chevron- und Flügelproben. Die eingezeichnete Linien sollen den Verlauf verdeutlichen.

Bei Chevron-Proben steigt der K_{Ic} -Wert ausgehend von 77 K zunächst an und erreicht bei einer Temperatur von ca. 150 bis 200 K ein breites Maximum. Zu höheren Temperaturen hin fallen die Werte wieder ab, bis sie bei Raumtemperatur einen Wert von etwa $1,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ annehmen. Die Werte der Flügelproben folgen in ihrem Verlauf etwa denen der Chevron-Proben. In der Literatur sind für Raumtemperatur-Werte von $1,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [Morgan u. Ward, 1977] bis $1,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [Kerkhof, 1976] angegeben, was sich mit den hier gezeigten Messungen deckt.

PMMA zeigt bei Chevron-Proben bis zu einer Temperatur von etwa 200 K instabilen, bei Temperaturen darüber stabilen Rißfortschritt. Da die Intention der bruchmechanischen Messungen an Flügelproben war, die Werte mit den instabilen Rißausbreitungsgeschwindigkeiten zu vergleichen, wurden keine bruchmechanischen Kennwerte an Flügelproben bei stabilem Rißfortschritt ermittelt.

In Abbildung 5.2 ist auch die Abhängigkeit der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrate von der Temperatur aufgetragen. Hierbei wurden ausschließlich Werte berücksichtigt, die aus instabilen Rißfortschritten gewonnen wurden. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung zwischen beiden Probenformen.

Die Irwin-Beziehung $K_{Ic}^2 = E^* \cdot G_{Ic}$ ist nur für G_{Ic} erfüllt und im allgemeinen nicht für \overline{G}_{Ic} . Abbildung 5.3 zeigt den Wert des Quotienten $K_{Ic}^2 / (E^* \overline{G}_{Ic})$ als Funktion der Temperatur. Falls mehrere Messungen vorlagen, wurden die Mittelwerte von K_{Ic} und \overline{G}_{Ic} in den Quotienten eingesetzt. Wie man sehen kann, ergibt sich in guter Näherung der Erwartungswert 1, obwohl mit der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrate gerechnet wurde.

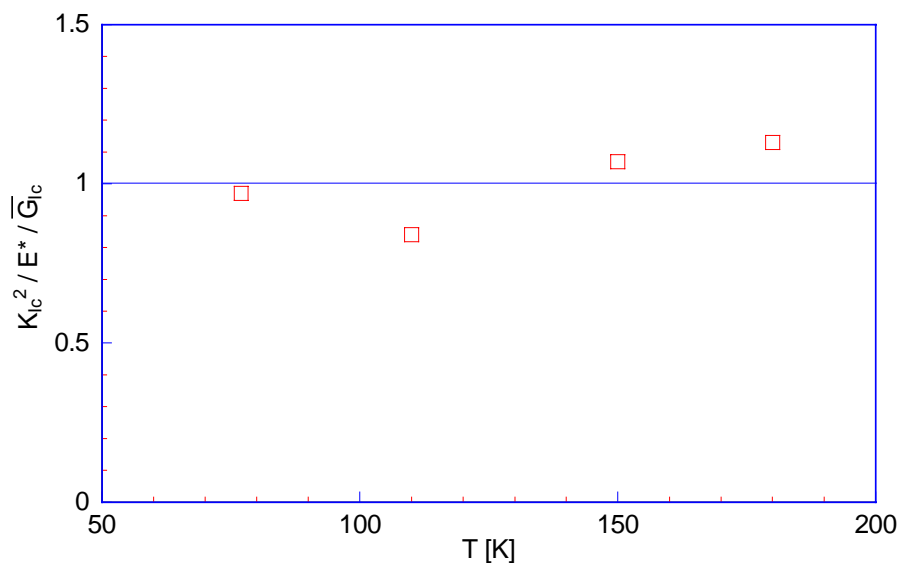


Abbildung 5.3: Quotient aus der Irwin-Beziehung als Funktion der Temperatur. Messung an PMMA-Flügelproben.

5.1.3 Einfluß der Rißöffnungsgeschwindigkeit

Neben dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} , der sich aus der Kraft F_i zu Beginn des instabilen Rißfortschritts ergibt (siehe Kapitel 4), kann auch ein Arrestwert ermittelt werden. Er berechnet sich nach derselben Gleichung wie K_{Ic} , statt der Maximalkraft zu Beginn des instabilen Rißfortschritts F_i aus Gleichung (4.6) wird aber jetzt die Kraft F_{stopp} in die Formel eingesetzt, die nach dem Stopp des Risses an der Probe anliegt. Es gilt also:

$$K_{Ia} = \frac{F_{\text{stopp}}}{B\sqrt{W}} Y^*(\alpha_{\text{stopp}})$$

Die Differenz zwischen K_{Ic} und K_{Ia} ist ein Hinweis darauf, ob mehr oder weniger starke Orientierungen an der Rispitze vorliegen. Unterscheiden sich beide Werte stark, so kann man davon ausgehen, da grere plastische Verformungen an der Rispitze beim Belasten stattfinden und die Moleklketten entsprechend stark orientiert sind. Beim Stopp des Risses steht hingegen viel weniger Zeit zur Verfgung und Orientierungseffekte knnen nicht oder in weit geringerem Mae auftreten.

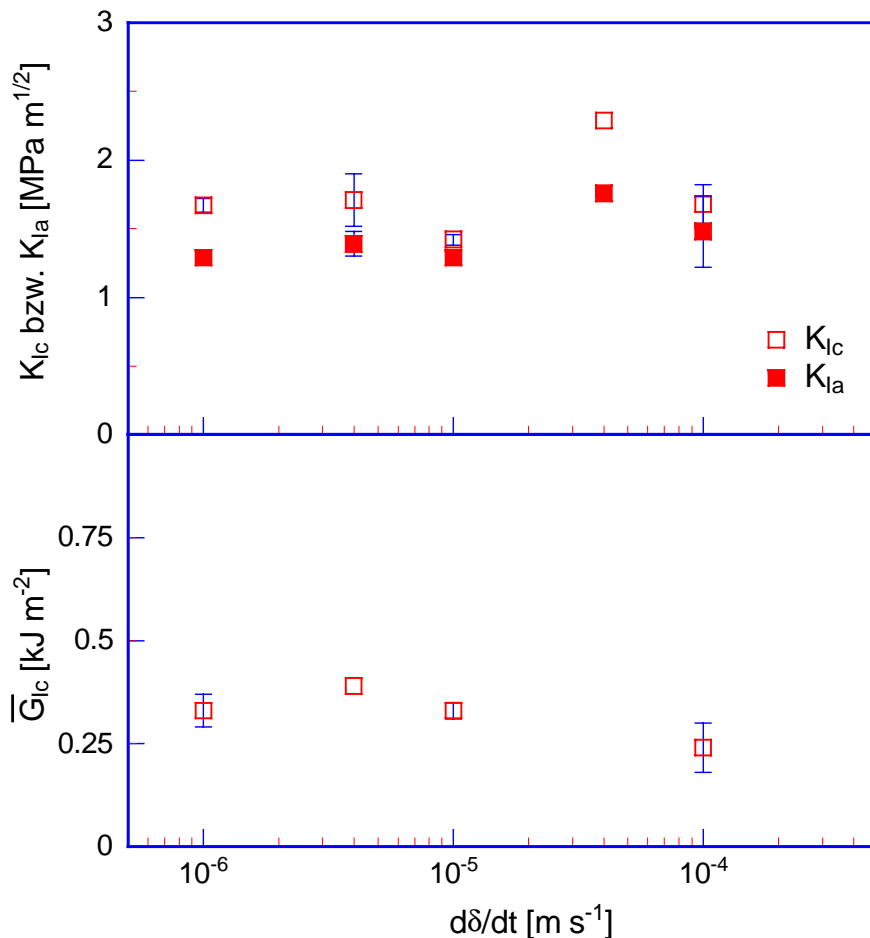


Abbildung 5.4: Rizhigkeit K_{Ic} , Arrestwert K_{Ia} und \bar{G}_{Ic} von PMMA als Funktion der Riffnungsgeschwindigkeit. Sofern mehrere Messungen vorlagen ist die einfache Standardabweichung als Fehlerbalken angegeben. Messung bei 77 K an Flgelproben.

In Abbildung 5.4 oben ist der K_{Ic} - und der K_{Ia} -Wert von PMMA bei 77 K in Abhngigkeit von der Riffnungsgeschwindigkeit abgetragen. Es zeigt sich fr beide Werte keine signifikante Abhngigkeit von $d\delta/dt$. Darber hinaus fllt sofort auf, da sich K_{Ic} und K_{Ia} nur wenig unterscheiden. Sowohl die mangelnde Abhngigkeit der Werte von der Riffnungsgeschwindigkeit als auch deren geringe relative Differenz deuten darauf hin, da Orientierungseffekte an der Rispitze fr PMMA keine groe Rolle zu spielen scheinen. Die mittlere Energiefreisetzungsrate \bar{G}_{Ic} in Abbildung 5.4 unten zeigt ebenso wie die Rizhigkeit keine signifikante Abhngigkeit von der Riffnungsgeschwindigkeit.

5.2 Versuche an PC

Bereits von Christoph und Saatkamp wurde das Bruchverhalten von Polycarbonat bei tiefen Temperaturen mit Hilfe von Chevron-Proben ausführlich untersucht [Christoph, 1996; Saatkamp, 1991a,b]. In der vorliegenden Arbeit ist deshalb darauf verzichtet worden, nochmals Messungen an Chevron-Proben durchzuführen.

Bei PC erfolgt der Übergang von instabiler zu stabiler Riausbreitung schon bei einer Temperatur von etwa 140 K, so da es wenig Sinn macht, in dem kleinen Temperaturintervall von 77 bis 140 K die Temperaturabhngigkeit zu untersuchen. Im folgenden sind deshalb nur die Ergebnisse an Flgelproben bei 77 K gezeigt.

5.2.1 K_{Ic} und \bar{G}_{Ic} bei 77 K

Die Abbildung 5.5 zeigt den kritischen Spannungsintensittsfaktor von Polycarbonat in Abhngigkeit von der relativen Rilnge α . Bei relativen Rilngen von weniger als 0,5 ist der Wert in guter Nherung unabhngig von der Rilnge. Es ergibt sich ein Mittelwert von $3,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Ab einer relativen Rilnge von $\alpha = 0,6$ steigt K_{Ic} stark an. Dies ist mglicherweise eine Folge der Probengeometrie, da die Compliance-Funktion λ hier nicht mehr mit ausreichender Genauigkeit bekannt ist.

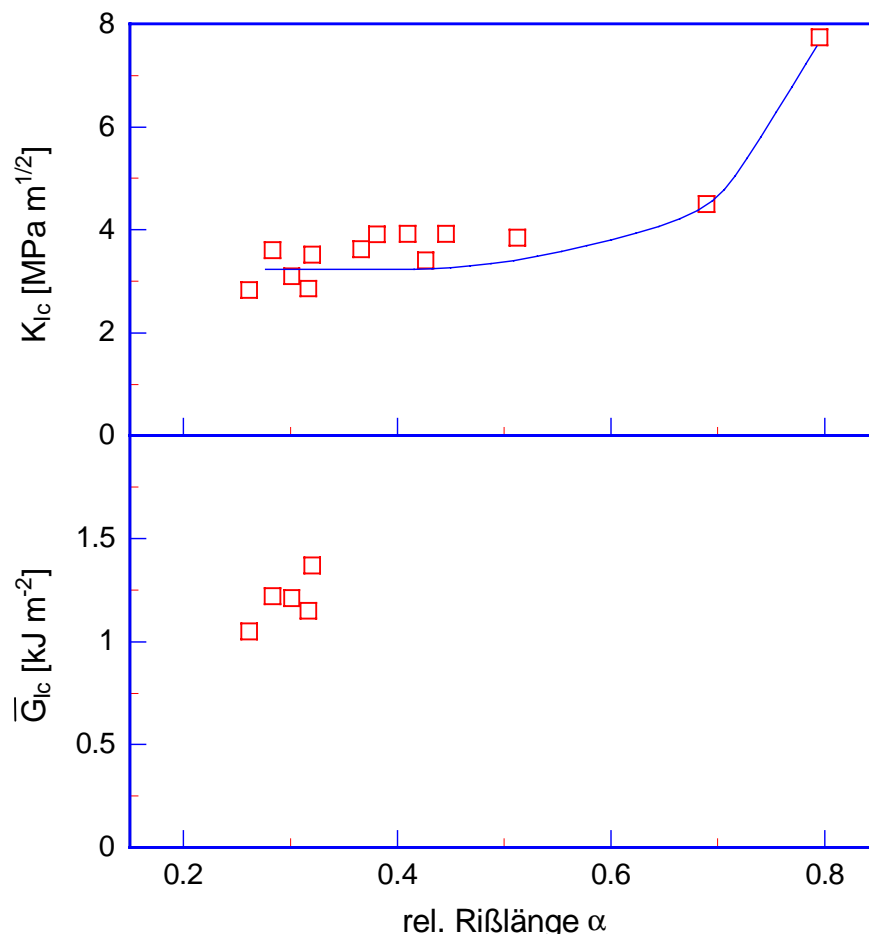


Abbildung 5.5: Kritischer Spannungsintensittsfaktor und \bar{G}_{Ic} von PC als Funktion der Rilnge. Messung an Flgelproben bei 77 K. Alle Riffnungsgeschwindigkeiten waren grer als $5 \cdot 10^{-6} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$.

Um die mittlere kritische Energiefreisetzungsrate bestimmen zu knnen, mu der Ri mindestens zweimal innerhalb der Probe stoppen. Dies trat im Versuch nur dann auf, wenn der erste

Rißstopp bei einer relativen Rilänge von etwa 0,3 stattfand. In Abbildung 5.5 sind deshalb nur wenige \overline{G}_{Ic} -Werte eingezeichnet. Der Mittelwert betrgt $1,2 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}$ bei einer einfachen Standardabweichung von $0,1 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}$.

5.2.2 Einflu der Riffnungsgeschwindigkeit

In Abbildung 5.5 sind nur Werte bercksichtigt, die bei einer Riffnungsgeschwindigkeit grer als $5\cdot 10^{-6} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ gemessen wurden, denn im Gegensatz zu PMMA ist bei PC der kritische Spannungsintensittsfaktor auch von der Riffnungsgeschwindigkeit $d\delta/dt$ abhngig. Der Einflu der Riffnungsgeschwindigkeit auf die Rizhigkeit von PC ist in Abbildung 5.6 aufgetragen. Es zeigt sich, da fr Riffnungsgeschwindigkeiten kleiner als etwa $5\cdot 10^{-6} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ der K_{Ic} -Wert etwa 4,5 bis $5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ betrgt. Zieht man die Probe schneller auseinander sinkt der kritische Spannungsintensittsfaktor stufenartig auf etwa $3,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, der dann bis zum Ende des Mebereichs konstant bleibt. Ein hnlicher stufenfrmiger Verlauf wurde auch schon frher beobachtet [Christoph, 1996].

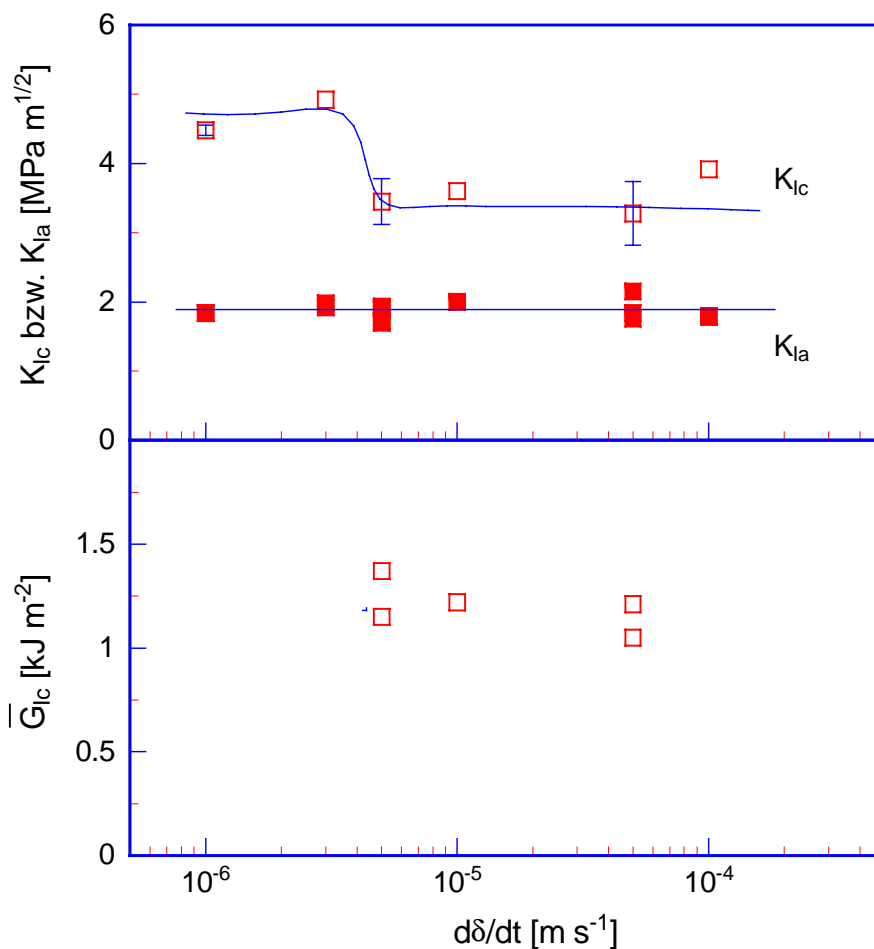


Abbildung 5.6: K_{Ic} , K_{Ia} und \overline{G}_{Ic} als Funktion der Riffnungsgeschwindigkeit bei PC. Bei mehreren Mewerten fr ein $d\delta/dt$ ist der statistische Fehler angegeben (einfache Standardabweichung). Alle Messungen an Flgelproben bei 77 K in He-Atmosphäre.

Die Abhngigkeit des kritischen Spannungsintensittsfaktors von der Riffnungsgeschwindigkeit lt sich relativ einfach erklren: Zieht man die Probe relativ langsam auseinander bleibt den Polymerketten viel Zeit, sich in Lastrichtung auszurichten. Dadurch erhht sich der Riwiderstand der plastischen Zone und damit auch K_{Ic} .

Wenn diese Erklrung stimmt, so sollte der Arrestwert des Spannungsintensittsfaktors K_{Ia} , also der K_I -Wert beim Stopp des instabilen Rifortschritts, *nicht* von der Riffnungsgeschwindigkeit abhngen. In Abbildung 5.6 ist der K_{Ia} -Wert zum Vergleich mit eingezeichnet.

Wie erwartet zeigt sich keinerlei Abhängigkeit des Arrestwertes K_{Ia} von der Rißöffnungsgeschwindigkeit. Im Gegensatz zu PMMA zeigt sich aber ein großer Unterschied zwischen K_{Ic} und K_{Ia} , vor allem bei Rißöffnungsgeschwindigkeiten kleiner als $5 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Auch dies deutet auf Orientierungen an der Rißspitze hin.

Im unteren Diagramm der Abbildung 5.6 sind die Werte der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrate dargestellt. Sie zeigen keine eindeutige Tendenz, und da keine Werte bei einer Rißöffnungsgeschwindigkeit von weniger als $5 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ vorliegen, läßt sich nicht sagen, ob der bei K_{Ic} beobachtete stufenförmige Verlauf auch bei \bar{G}_{Ic} auftritt.

5.3 Versuche an PA12

Abbildung 5.7 zeigt die Auswirkung von verschiedenen Rißöffnungsgeschwindigkeiten auf den kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} und auf den Arrestwert K_{Ia} bei $T = 77 \text{ K}$.

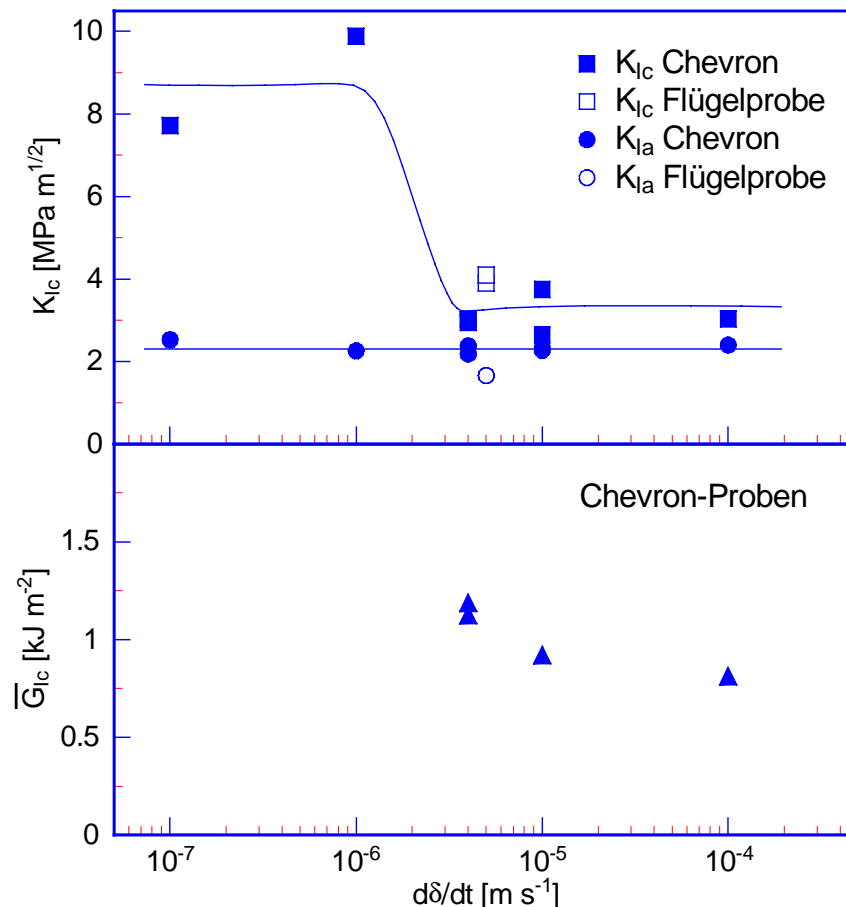


Abbildung 5.7: K_{Ic} , K_{Ia} und \bar{G}_{Ic} bei verschiedenen Rißöffnungsgeschwindigkeiten in PA12. Messung bei 77 K in He-Atmosphäre.

Ähnlich wie bei PC zeigt sich eine Stufe im Verlauf des kritischen Spannungsintensitätsfaktors. Unterhalb einer Abzugsgeschwindigkeit von etwa $2 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ steigt K_{Ic} drastisch. Der Arrestwert ist hingegen unabhängig von der Abzugsgeschwindigkeit, was die starke Orientierung der Polymerketten im Bereich der Rißspitze verdeutlicht, insbesondere bei kleiner Abzugsgeschwindigkeit.

Die Messungen bei 77 K an Flügelproben waren sehr schwierig. Häufig zerriß die Probe bei der Initialbelastung bereits vollständig, so daß kein Materialkennwert bestimmt werden

konnte. Beim Belasten mit Anriß zerbrach die Probe auch häufig in drei Teile. Nur bei zwei Proben konnte eine bruchmechanische Auswertung erfolgen. Die beiden Werte sind ebenfalls in Abbildung 5.7 eingezeichnet.

Wie schon früher erwähnt ist es zur Ermittlung von \overline{G}_{Ic} notwendig, daß der Riß mindestens zweimal innerhalb der Probe stoppt. Dies war bei Flügelproben nie der Fall und bei Chevron-Proben selten; bei sehr niedrigen Abzugsgeschwindigkeiten kam es gar nicht vor. In Abbildung 5.7 sind deshalb nur vier Werte der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrate als Funktion der Rißöffnungsgeschwindigkeit eingezeichnet. Aufgrund der geringen Anzahl der Meßwerte zeigt sich keine eindeutige Tendenz.

5.4 Versuche an PTFE

Im Gegensatz zu PMMA oder PA12 verläuft der Riß in PTFE immer sehr genau in der Mitte der Probe, so daß Messungen von K_{Ic} problemlos möglich sind. Da die Bruchfläche von PTFE eine recht homogene Struktur aufweist, sind die Arrestlinien nur schwer zu erkennen und somit ist auch die Messung der Rißlänge mit einem relativ großen Fehler behaftet.

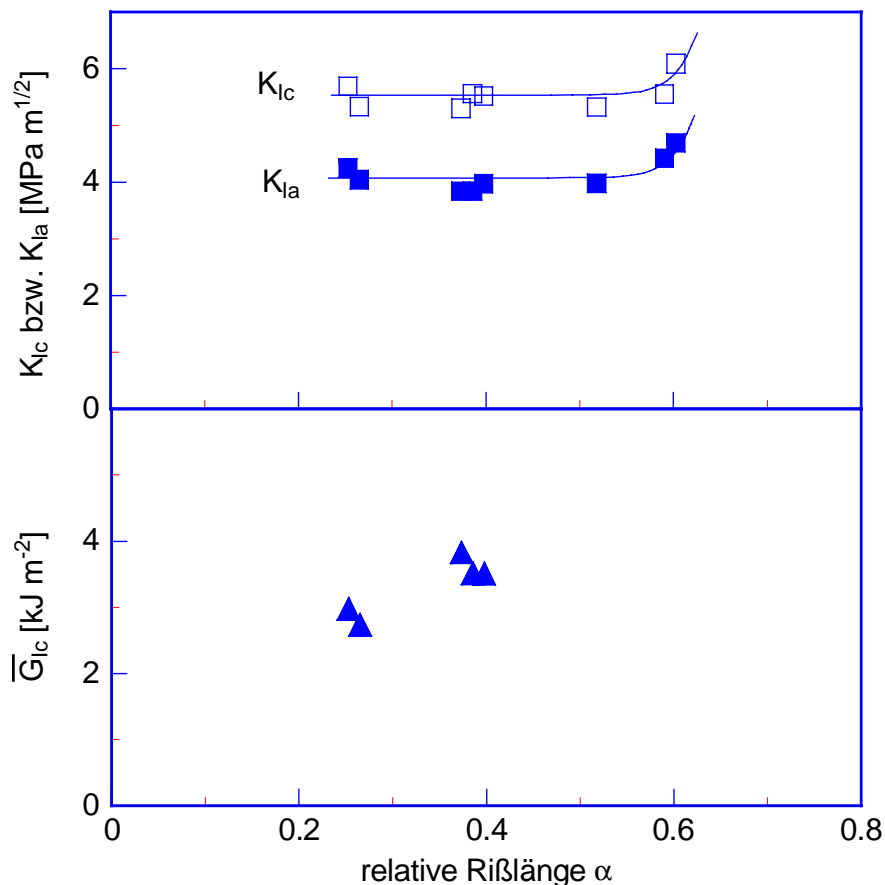


Abbildung 5.8: K_{Ic} , K_{Ia} und \overline{G}_{Ic} von PTFE. Messungen an Flügelproben bei 77 K in He-Atmosphäre.

Die gemessenen K_{Ic} -Werte sind in Abbildung 5.8 dargestellt. Bis zu einer relativen Rißlänge von etwa 0,5 bleibt K_{Ic} in guter Näherung konstant, dann beginnen die Werte zu steigen. Bildet man den Mittelwert aller Messungen mit einer Rißlänge kleiner als 0,55 ergibt sich $5,5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ bei einer einfachen Standardabweichung von $0,14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$.

Neben der Rizhigkeit K_{Ic} ist in Abbildung 5.8 auch der Arrestwert K_{Ia} abgetragen. Es zeigen sich – wie bei K_{Ic} – nur sehr geringe Schwankungen um dem Mittelwert von $4,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (Standardabweichung $0,15 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). Weiter fllt auf, da das Verhltnis von K_{Ic} zu K_{Ia} praktisch konstant 1,35 betrgt.

In Abbildung 5.8 unten sind die Mewerte der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrate als Funktion der jeweiligen Anfangsrilnge gezeigt. Die Werte streuen wesentlich strker als die der Rizhigkeit. Der mittlere Wert betrgt $3,3 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}$ mit einer einfachen Standardabweichung von $0,4 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}$. Dies ist ein deutlich hherer Wert als bei allen anderen vorgestellten Polymeren.

5.5 Vergleich der verschiedenen Polymere

Um das Verhalten der untersuchten Polymere besser miteinander vergleichen zu knnen ist in Abbildung 5.9 nochmals der schematische Verlauf von K_{Ic} bei nderung der Riffnungsgeschwindigkeit gezeigt. Man sieht, da zwei der Polymere, PA12 und PC, deutliche auf unterschiedliche Zuggeschwindigkeiten reagieren, whrend PMMA keinen mebaren Einflu zeigt.

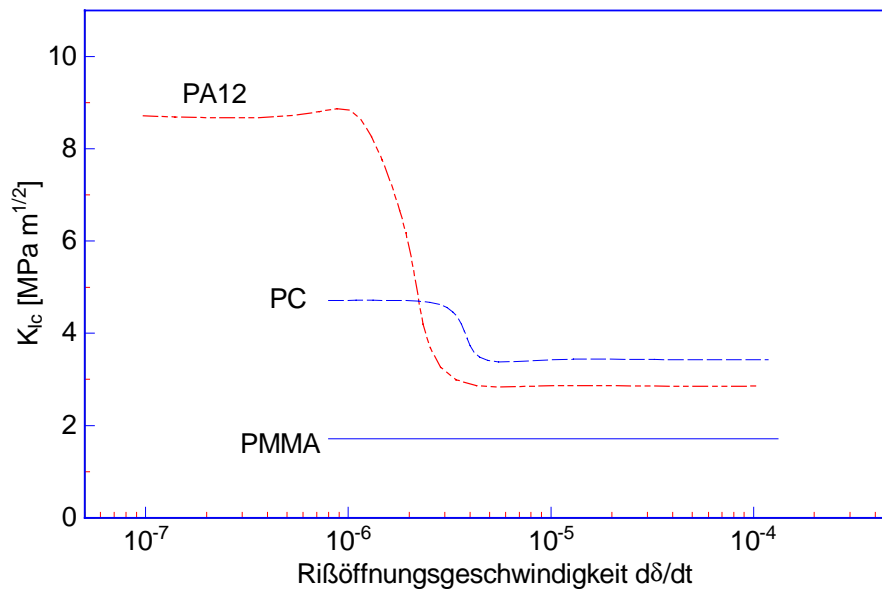


Abbildung 5.9: Schematischer Verlauf der Rizhigkeit als Funktion der Riffnungsgeschwindigkeit bei 77 K.

In der folgenden Tabelle sind die K_{Ic} -Werte bei 77 K aufgelistet zusammen mit den Arrestwerten K_{Ia} und den jeweiligen statistischen Fehlern. Bei PMMA, wo eine relativ gute Statistik vorliegt, ist die bereinstimmung zwischen Flgel- und Chevron-Proben angesichts der starken Streuung der Mewerte zufriedenstellend. Beim anderen glasartigen Polymer PC ergab sich bei frheren Messungen an Chevron-Proben ein K_{Ic} -Wert von etwa $3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und damit ebenfalls eine bereinstimmung zwischen beiden Probenformen [Christoph, 1996]. Dies ist ein weiteres Indiz dafr, da die gemachten Nherungen, insbesondere die Annahme des ebenen Dehnungszustands, bei den Flgelproben zulssig sind und sich damit Materialkennwerte ermitteln lassen.

Tabelle 4: Rißzähigkeit und Arrestwert der untersuchten Polymere bei 77 K. Für PC und PA12 sind die Werte bei hohen Rißöffnungsgeschwindigkeiten gegeben. Ist kein Fehler verzeichnet, so war eine statistische Auswertung nicht möglich.

[MPa·m ^{1/2}]	K_{Ic} (Chevron)		K_{Ic} (Flügelproben)		K_{Ia} (Chevron)		K_{Ia} (Flügelproben)	
PMMA	1,83	± 0,08	1,54	± 0,13	1,46	± 0,1	1,32	± 0,07
PC	–	–	3,51	± 0,39	–	–	1,87	± 0,11
PA12	3,09	± 0,4	4,0	–	2,34	± 0,1	1,66	–
PTFE	–	–	5,45	± 0,14	–	–	3,99	± 0,15

Aus den gemessenen Werten der Rißzähigkeit und der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrate läßt sich ebenfalls der Quotient der Irwin-Beziehung berechnen. In Tabelle 2 sind die Werte für Flügel- und Chevron-Proben bei 77 K zusammengestellt. Da \overline{G}_{Ic} nie über G_{Ic} liegen kann, sollten sich für $K_{Ic}^2 / (E^* \cdot \overline{G}_{Ic})$ Werte ergeben, etwas größer als 1 sind, was auch gefunden wurde.

Tabelle 5: „Irwin-Quotient“ bei 77 K. Die Fehler geben die einfache Standardabweichung an.

	$K_{Ic}^2 / (E^* \cdot \overline{G}_{Ic})$	
	Flügelproben	Chevron-Proben
PMMA	1,02 ± 0,30	1,07 ± 0,17
PC	1,72 ± 0,25	~ 1,1 ^[1]
PA12	–	1,35 ± 0,31
PTFE	1,25 ± 0,14	~ 1,2 ^[1]

^[1] Werte aus [Christoph, 1996]

6 Anomalien beim Bruchverhalten von PMMA

6.1 Unterkritisches Rißwachstum und überhöhte Compliance

Einige Polymere, wie Polycarbonat, verhalten sich beim Rißfortschrittsexperiment in sehr guter Näherung linear elastisch. Das bedeutet, daß die Belastungskurven immer Ursprungsgeraden sind, deren Steigung ausschließlich von der Rißlänge abhängt. Bei PMMA ergeben sich aber z. T. deutliche Abweichungen von diesem Verlauf. Die Belastungskurven nach dem ersten Anriß sind bei tiefen Temperaturen fast immer zu flach, die Compliance C also zu groß. Abbildung 6.1 zeigt ein Beispiel.

Die wahrscheinlichste Erklärung für dieses Verhalten ist, daß neben den deutlich sichtbaren instabilen Rißfortschritten noch ein stabiler Rißfortschritt überlagert ist. Mit dem Einsatz eines Transientenrekorders, der Kraft und Rißöffnung mit geringem Rauschen und mit einer hohen Frequenz aufzeichnet, konnte die Ursache für den seltsamen Verlauf der Belastungskurven gefunden werden. Es zeigte sich, daß kein stabiler Rißfortschritt, sondern viele, sehr kleine, instabile Rißfortschritte auftreten, die die Steigung der Belastungsgeraden vermindern.

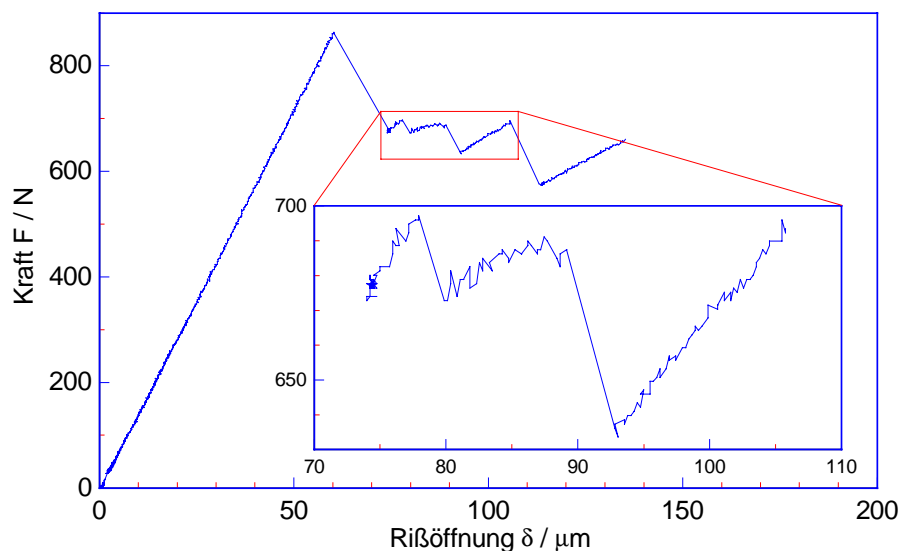


Abbildung 6.1: Kraft-Rißöffnungs-Diagramm einer PMMA-Probe bei 77 K. Man sieht deutlich, daß die Belastungskurve gleich nach dem ersten instabilen Rißfortschritt weit davon entfernt ist, eine Ursprungsgerade zu sein. Im Einschub ist der umrandete Bereich noch einmal vergrößert dargestellt.

In Abbildung 6.2 ist ein Teil des schon in Abbildung 6.1 gezeigten Experiments dargestellt, wobei diesmal die Daten des Transientenrekorders verwendet wurden. Es zeigt sich zweifelsfrei, daß die Ursache für die zu große Compliance kleine Kraftabfälle sind, also kleine instabile Rißfortschritte. Diese sind aber nur im Kraftsignal deutlich zu sehen. Im Rißöffnungssignal ist aufgrund der geringeren Empfindlichkeit nur bei relativ großen Rißfortschritten ein entsprechender Sprung zu finden.

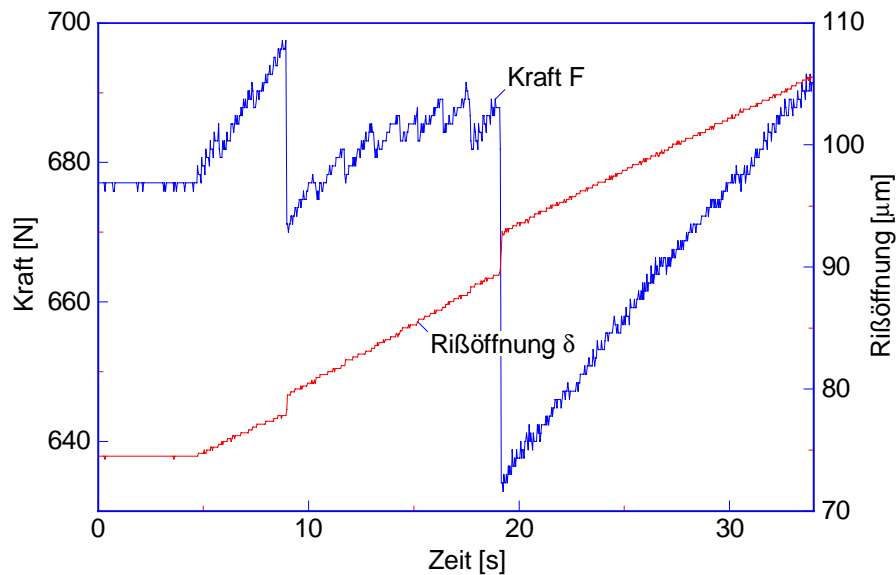


Abbildung 6.2: Kraft und Rißöffnung als Funktion der Zeit. Es ist der in Abbildung 6.1 gezeichnete Ausschnitt dargestellt. Die kleinen Stufen im Verlauf der Kurven rühren von der digitalen Datenaufzeichnung her.

Bei einem Rißfortschritt auf der ganzen Bruchfront und Gültigkeit der LEBM müßten alle „Zackenspitzen“ des Kraft-Rißöffnungs-Verlaufs auf der Kurve liegen, die sich bei stabilem Rißfortschritt ergibt. Dies ist bei den kleinen Rißfortschritten nicht der Fall. Die Ursache liegt wohl darin, daß der Riß nicht auf der ganzen Bruchfront fortschreitet, sondern nur in einem kleinen Bereich. Addiert man alle kleinen Kraftabfälle, so kommt man auf eine Compliance, die recht genau der Erwartung einer Ursprungsgeraden entspricht. Solche unterkritischen Rißfortschritte wurden auch schon bei Versuchen an CT-Proben aus Epoxyd-Harz beobachtet [Chudnowsky et al., 1992].

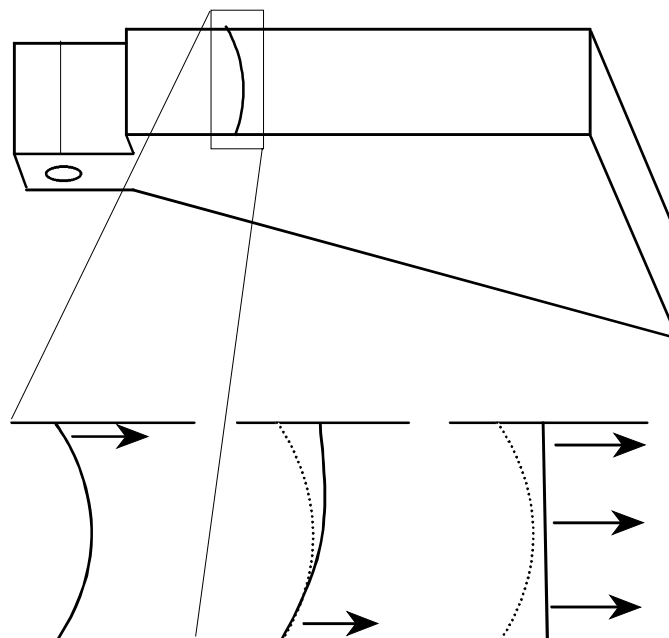


Abbildung 6.3: Illustration der kleinen instabilen Rißfortschritte beim Belasten nach Rißstopp in PMMA. Das obere Bild zeigt die Bruchfläche einer Flügelprobe mit Arrestlinie. Die unteren drei Bilder stellen links noch einmal die Arrestlinie dar, und die beiden folgenden Bilder sind Momentaufnahmen der Arrestlinie nach zwei „kleinen“ Rißfortschritten.

Nähere Analysen der Bruchflächen und Untersuchungen an innerhalb der Probe gestoppten Rissen zeigten, daß die Bruchfront häufig nicht eine gerade Linie ist, sondern daß der Ri mit einem in 'D'-frmigen Profil stoppt. In Abbildung 6.3 ist dieser Vorgang illustriert.



Abbildung 6.4: REM-Aufnahme einer Bruchfläche PMMA bei 20-facher Vergrößerung. Ein Abschnitt des schwarz-weißen Balkens entspricht 1 mm. Rechts ist deutlich die 'D'-frmige Arrestlinie zu sehen.

Entlang der 'D'-frmigen Bruchfront ergibt sich offensichtlich eine Spannung, die dazu fhrt, daß der Ri bei Belastung zuerst an den Ecken des 'D' fortschreitet. Je nach Abzugsgeschwindigkeit und Temperatur erfolgt dies stabil oder in kleinen instabilen Schritten, bis eine durchgngig gerade Bruchfront erreicht ist. Dieses Verhalten tritt sowohl bei Flgel- als auch bei Chevron-Proben auf. Da der K_{Ic} -Wert nicht mit der Methode erfat werden kann, die fr Rifortschritte auf der gesamten Bruchfront gilt, liegen die „Zackenspitzen“ nicht auf der erwarteten Kurve. Abbildung 6.4 zeigt eine Aufnahme mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) einer Arrestlinie auf der Bruchfläche einer PMMA-Flgelprobe, die bei 77 K geprft wurde.

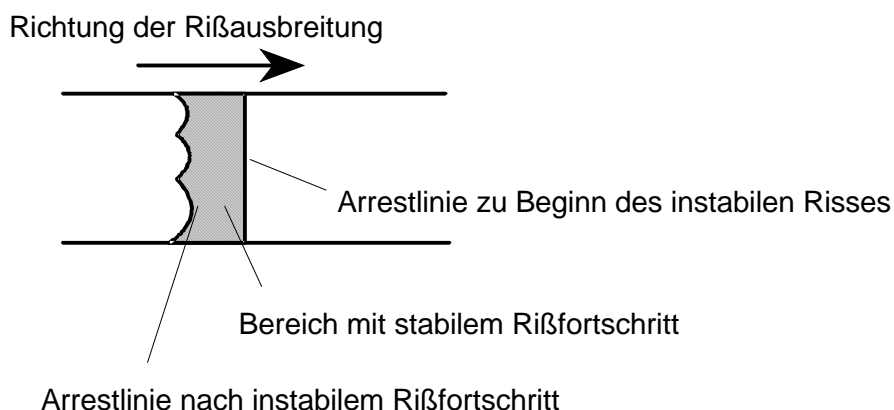


Abbildung 6.5: Illustration der Mischung von stabilem und instabilem Ri in PMMA auf der Bruchfläche einer Flgelprobe.

Die Arrestlinien knnen auch mehrere 'D's beinhalten, wie die Skizze in Abbildung 6.5 zeigt. Auch kann sich statt vieler kleiner Rifortschritte ein stabiler Rifortschritt dem Ristopp anschließen. Man erhlt dann eine Bruchflchencharakteristik, wie sie ebenfalls in Abbildung

6.5 dargestellt ist. Dem stabilen Rifortschritt folgt nach einer gewissen Ristrecke meist wieder ein instabiler Ri. Ein Beispiel dafr ist die Messung bei 210 K, die in Abschnitt 6.2.2 (Abbildung 6.10) gezeigt ist.

Die in diesem Abschnitt gezeigte Anomalie von PMMA beim Belasten tritt jedoch nicht immer auf. Bei Messungen, die bei frheren Untersuchungen gemacht worden sind [Christoph, 1996], wurden solche Effekte nur selten beobachtet. Auch in der vorliegenden Versuchsreihe waren die Anomalien nicht immer gleich ausgeprgt oder fehlten ganz.

In einigen Arbeiten [z. B. Shen et al., 1985] wurde gezeigt, da der Wassergehalt von PMMA Einflu auf die mechanischen Eigenschaften, auf die Struktur der Bruchflche und auf die Zugfestigkeit hat. Messungen der mechanischen Dmpfung bei verschiedenen Polymeren haben darber hinaus gezeigt, da der Wassergehalt einen groen Einflu auf das Dmpfungsverhalten haben kann [Baschek et al., 1999]. Es war deshalb naheliegend zu untersuchen, ob vielleicht der unterschiedliche Wassergehalt der PMMA-Proben die Ursache fr die beobachteten Phnomene ist.

6.2 Der Einflu von Wasser auf das Bruchverhalten von PMMA

6.2.1 Charakterisierung der PMMA-Proben

Fr die Experimente standen 21 PMMA-Proben mit Chevron-Kerbe zur Verfgung, die aus einer Charge hergestellt wurden.

- 7 Proben wurden im Vakuumofen bei 80 °C getrocknet;
- 7 Proben wurden in ca. 75 °C warmem Wasser gelagert;
- 7 Proben wurden bei Raumklima gelagert (Luftumgebung, etwa 20 °C).

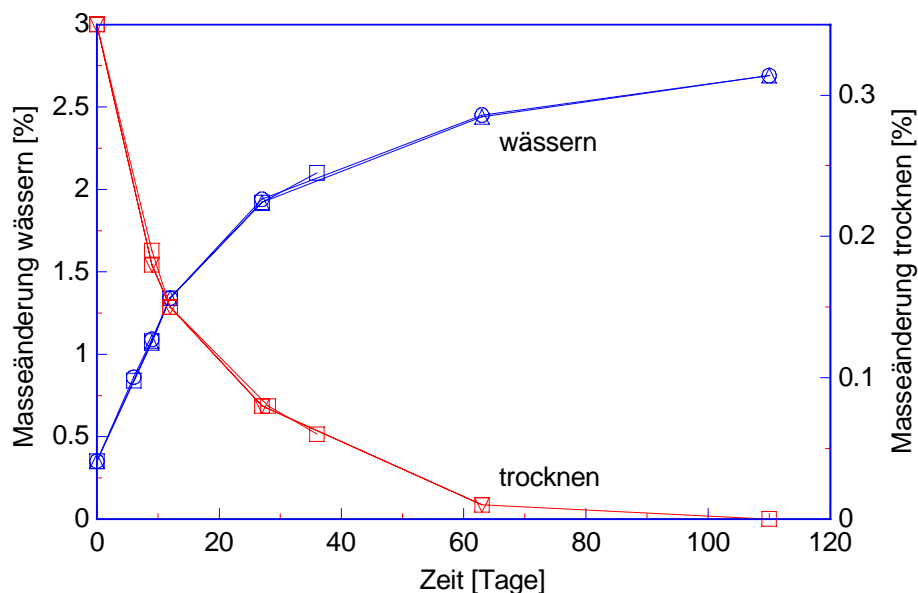


Abbildung 6.6: Die obige Abbildung zeigt die Gewichtsnderung von jeweils drei PMMA-Chevron-Proben beim Trocknen bzw. Wssern.

Das Gewicht der Proben wurde bei den getrockneten und gewsserten Proben ber einen Zeitraum von bis zu 14 Wochen regelmig ermittelt. Aus dem zeitlichen Verlauf des Gewichts lt sich sagen, ob der Wassergehalt den Sttigungswert erreicht hat oder nicht. Aufgrund

früherer Messung erwarten wir, daß die Eigenschaftsänderungen bereits vor der Sättigung deutlich auftreten, so daß es nicht notwendig ist, bis zur absoluten Sättigung der Proben zu warten. Es ist auch nicht Ziel dieser Messungen, den Einfluß des Wassers genau zu quantifizieren.

Setzt man den Wassergehalt der 110 Tage getrockneten Proben zu 0 % an, war der Wassergehalt der Proben bei Raumklima etwa 0,35 %. Wie in Abbildung 6.6 zu sehen ist der Wassergehalt der Proben nach 110 Tagen bei allen gemessenen Proben in guter Genauigkeit 2,7 %. Damit ist wahrscheinlich der Sättigungswert erreicht.

Es war uns mit den gegebenen Einrichtungen nicht möglich, den Wassergehalt auf einem Niveau zu stabilisieren. Die Proben hatten deshalb zum Zeitpunkt der Experimente verschiedene Wassergehalte. Gewässerte Proben wiesen einen Wasseranteil zwischen 1,8 und 2,7 %, die getrockneten Proben einen Gehalt zwischen 0 und 0,1 % auf.

Es wurden Messungen bei 77, 110, 140, 210, 250 und 293 K durchgeführt. Da die Anzahl der Proben recht beschränkt war, konnte meist nur eine Probe je Temperatur und Konditionierung gemessen werden. Die eingestellte Abzugsgeschwindigkeit war immer $10^{-6} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1} = 1 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$.

6.2.2 Bruchverhalten

Der Einfluß des Wassergehalts ist stark von der Temperatur abhängig. Im folgenden werden die Ergebnisse deshalb zuerst nach Temperatur geordnet diskutiert.

Meßtemperatur 77 K

In Abbildung 6.7 sind Messungen an drei Chevron-Proben mit unterschiedlichem Wassergehalt dargestellt. Man sieht schon augenscheinlich einen großen Unterschied. Während der Riß die gewässerte und die bei Raumklima gelagerte Probe in wenigen, instabilen Rißfortschritten zerteilte, ist bei der getrockneten ein sehr sprödes Verhalten zu beobachten. Sie zerriß in Duzenden von sehr kleinen, instabilen Rißfortschritten, die schon fast an ein stabiles Rißwachstum erinnern.

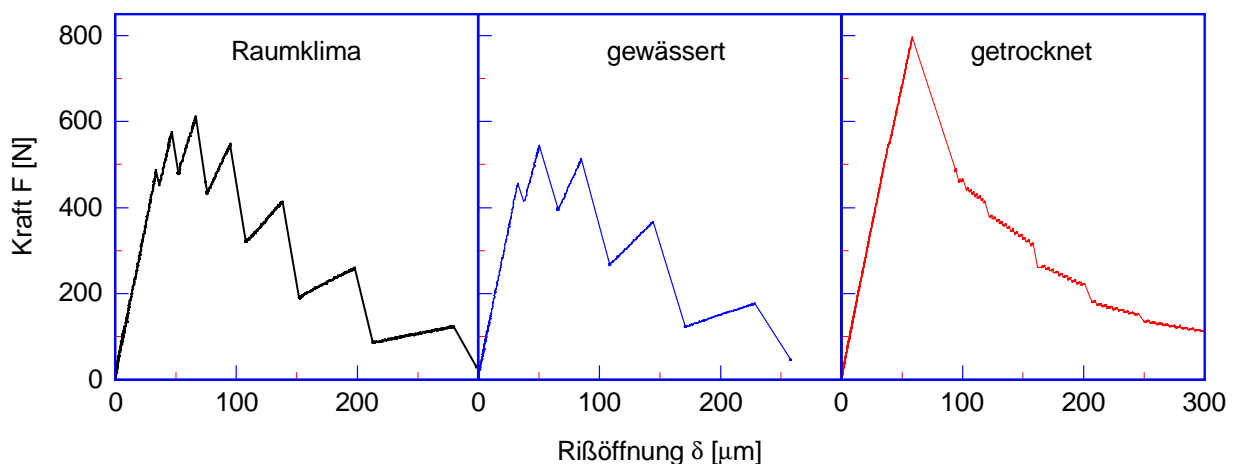


Abbildung 6.7: Vergleich der Kraft-Rißöffnungs-Kurven bei 77 K von drei PMMA-Proben mit unterschiedlichem Wassergehalt.

Meßtemperatur 110 K

Es wurden bei dieser Temperatur ebenfalls drei Messungen durchgeführt, je eine mit einer gewässerten, getrockneten und bei Raumklima gelagerten Probe. Die getrocknete Probe zeigt weiterhin die Tendenz, mit sehr vielen kleinen Rißfortschritten zu zerreißen. Aber auch bei

den beiden anderen Konditionierungen ergibt sich jetzt ein Bild, das dem der getrockneten ähnlich sieht.

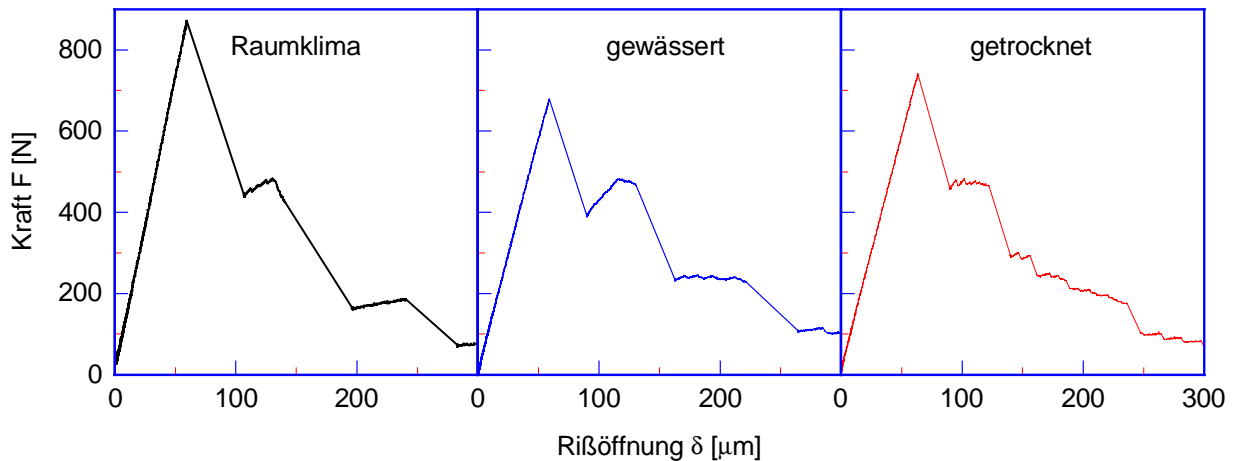


Abbildung 6.8: Vergleich der Kraft-Rißöffnungs-Kurven bei 110 K von drei PMMA-Proben mit unterschiedlichem Wassergehalt. Die nicht identischen Anfangssteigungen sind eine Folge verschiedener Anfangsrißlängen.

Bei der gewässerten und der bei Raumklima gelagerten Probe zeigten sich außerdem eindeutig stabile Anteile des Rißfortschritts. Ob die getrocknete Probe ebenfalls stabilen Rißfortschritt zeigte oder ob nur sehr viele sehr kleine instabile Rißfortschritte auftraten, läßt sich nicht mit Bestimmtheit sagen.

Meßtemperatur 140 K

Die Kraft-Verlängerungs-Diagramme der unterschiedlichen Konditionierungen gleichen sich auch hier stark. Es ist qualitativ kein Unterschied zu erkennen. Alle Proben rissen unabhängig von der Konditionierung instabil in relativ großen Schritten, wobei sich stabile Anteile bei der Wiederbelastung überlagerten.

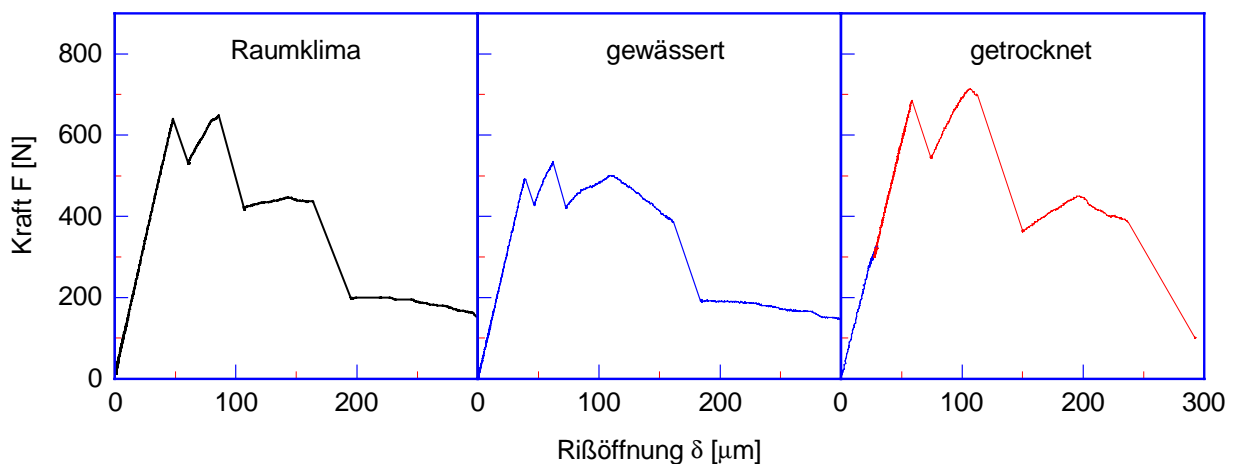


Abbildung 6.9: Vergleich der Kraft-Rißöffnungs-Kurven bei 140 K von drei PMMA-Proben mit unterschiedlichem Wassergehalt.

Meßtemperatur 210 K

Bei allen drei Konditionierung zeigt sich deutlich stabiles Rißwachstum, bei der gewässerten und der bei Raumklima gelagerten Probe allerdings erst nach dem Initialriß. Die getrocknete Probe zerriß durchgängig stabil ohne das kleinste Anzeichen eines instabilen Rißfortschritts. Die Rißzähigkeit wurde bei der Raumklima-Probe und der gewässerten Probe beim instabilen Rißfortschritt ermittelt, der sich dem stabilen anschließt.

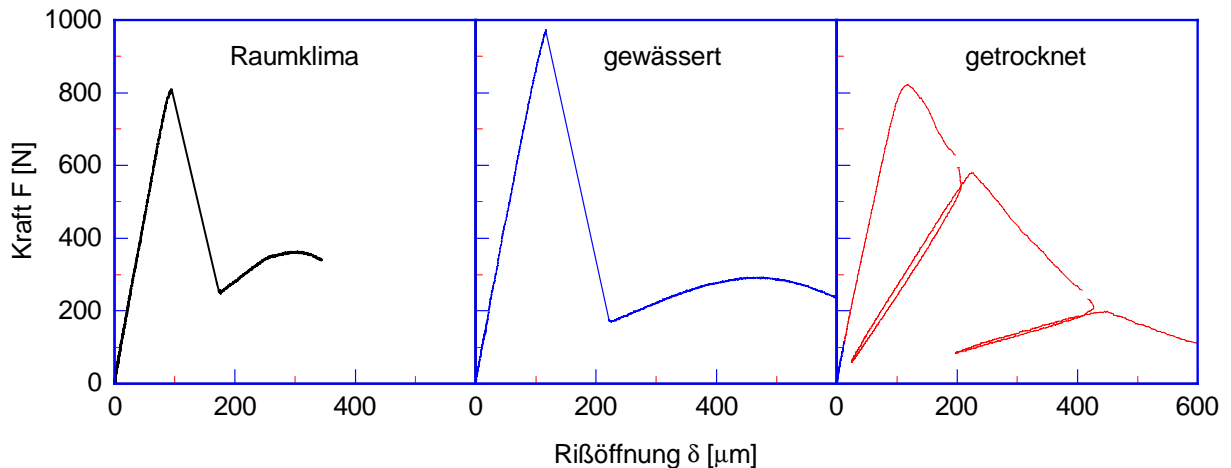


Abbildung 6.10: Vergleich der Kraft-Rißöffnungs-Kurven bei 210 K von drei PMMA-Proben mit unterschiedlichem Wassergehalt.

Meßtemperatur 250 K

Bei dieser Temperatur reißt sowohl die gewässerte als auch die Raumklima-Probe vollständig stabil. Der K_{Ic} -Wert ist bei der gewässerten Probe mit etwa $1,9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ etwas niedriger als bei Konditionierung im Raumklima, wo er etwa $2,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ beträgt.

Meßtemperatur 293 K (Raumtemperatur)

Im Gegensatz zu allen anderen Messungen, die in Helium-Atmosphäre statt fanden, wurden diese Experimente in Luftumgebung durchgeführt. Alle drei Proben mit den verschiedenen Konditionierungen zerrissen stabil. Das einzig auffällige war der recht abrupte Übergang von der initialen Belastungsgeraden zum Kraftabfall nach Überschreiten des Kraftmaximums.

Der K_{Ic} -Wert konnte bei allen drei Proben ermittelt werden. Er betrug für die gewässerte und die bei Raumklima gelagerte Probe etwa $1,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ und für die getrocknete $1,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

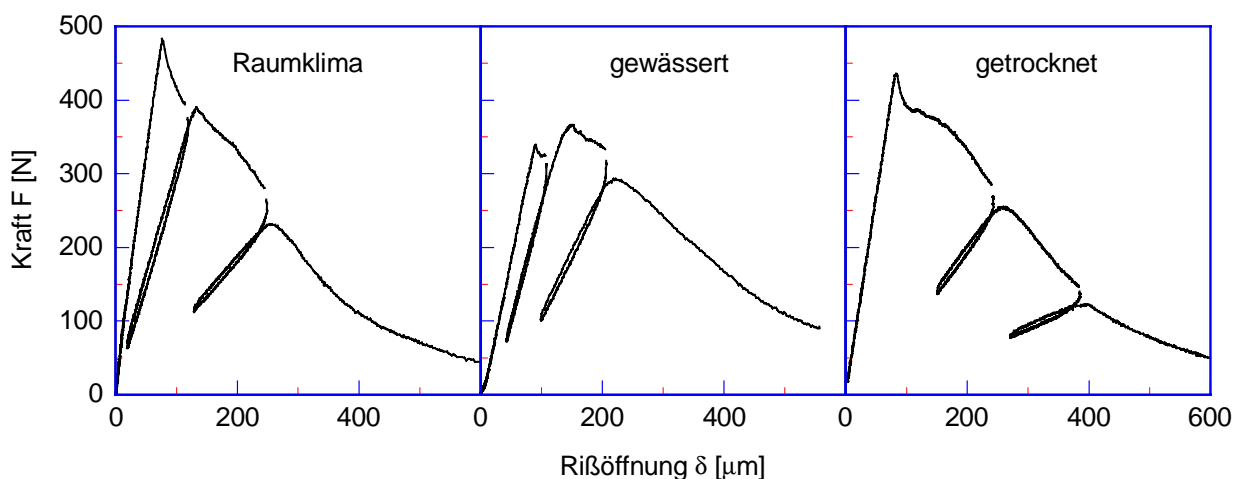


Abbildung 6.11: Vergleich der Kraft-Rißöffnungs-Kurven bei Raumtemperatur (293 K) von drei PMMA-Proben mit unterschiedlichem Wassergehalt.

In Tabelle 6 sind noch einmal alle Werte aufgelistet und in Abbildung 6.12 graphisch aufbereitet.

Tabelle 6: K_{Ic} -Werte der PMMA-Chevron-Proben bei verschiedenen Temperaturen und Konditionierungen. Kursiv gedruckte Zahlen sind K_{Ic} -Werte, die bei stabilem Rißfortschritt ermittelt wurden.

K_{Ic} [MPa·m ^{1/2}]	gewässert	Raumklima	getrocknet
77 K	1,8	1,8	1,7
110 K	1,6	2,1	1,8
140 K	2,1	2,0	1,4
190 K	–	2,6	–
210 K	2,3	2,1	2,2
250 K	–	1,5	1,3
293 K	1,2	1,2	1,0

‘–’ zeigt an, daß bei diesen Proben der K_{Ic} -Wert nicht ermittelt werden konnte.

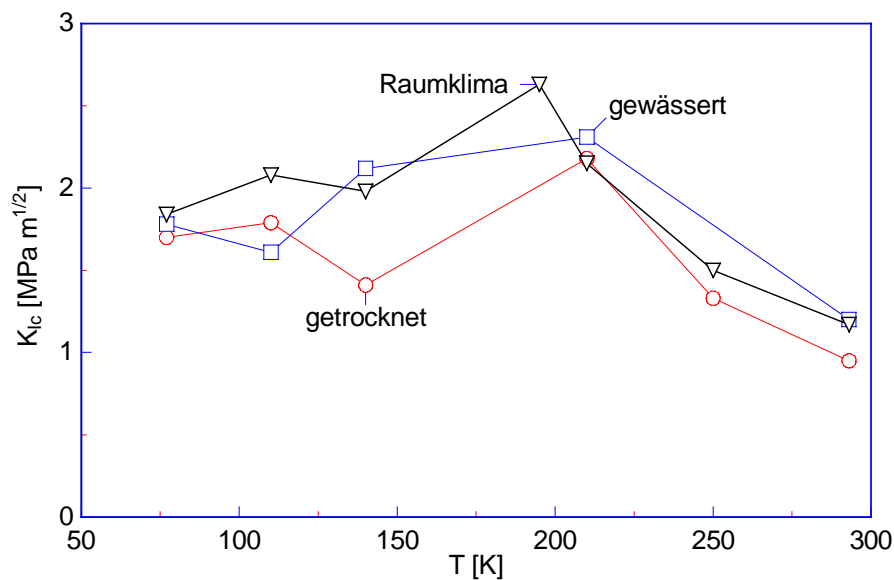


Abbildung 6.12: K_{Ic} -Werte von PMMA als Funktion der Temperatur für verschiedene Konditionierungen. Alle Messungen an Chevron-Proben.

Die Messungen haben gezeigt, daß Wasser einen großen Einfluß auf das Bruchverhalten von PMMA hat. Bei bestimmten Temperaturen unterscheiden sich die Kraft-Verlängerungs-Diagramme massiv und auch der Übergang von instabiler zu stabiler Rißausbreitung wird vom Wassergehalt beeinflusst. Es ist bemerkenswert, daß sich dieses unterschiedliche Verhalten kaum im K_{Ic} -Wert niederschlägt. Bei 110 K und 140 K unterscheiden sich die Werte der unterschiedlichen Konditionierungen lediglich stärker, ohne jedoch eine eindeutige Tendenz zu zeigen.

6.2.3 Korrelation von Bruch- und Dämpfungsverhalten

Um den Einfluß des Wassergehalts auf das Bruchverhalten verstehen zu können, ist ein Blick auf die mechanische Dämpfung und die Moduln sinnvoll. Dazu wurden Messungen an einem Torsionspendel durchgeführt. Da die Proben für diesen Versuch sehr dünn sind ($1 \times 10 \times 100 \text{ mm}^3$) und bei der Messung nicht geschädigt werden, konnte dieselbe Probe sowohl im Raumklima-Zustand als auch im getrockneten und gewässerten Zustand untersucht werden. Abbildung 6.13 zeigt das Ergebnis der Messung im Temperaturbereich von 10 bis 300 K.

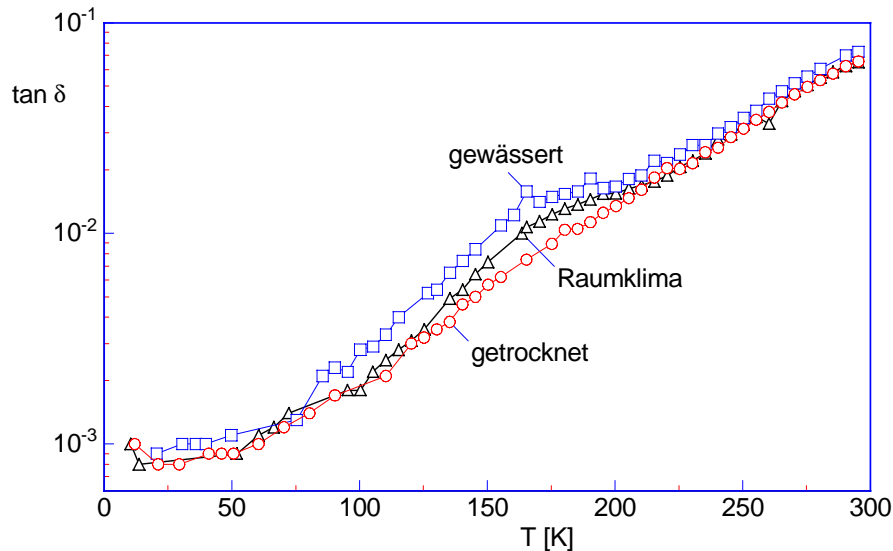


Abbildung 6.13: Mechanische Dämpfung von PMMA als Funktion der Temperatur und für drei verschiedene Wassergehalte. Messung mit Torsionspendel.

Das Wasser beeinflusst das Dämpfungsverhalten nur im Temperaturbereich von etwa 75 bis 200 K, beim Vergleich von Raumklima und getrockneter Probe sogar nur im Bereich von 120 bis 200 K. In den anderen Temperaturbereichen zeigt sich durch Wassereinlagerung keine signifikante Änderung des Dämpfungsverhaltens.

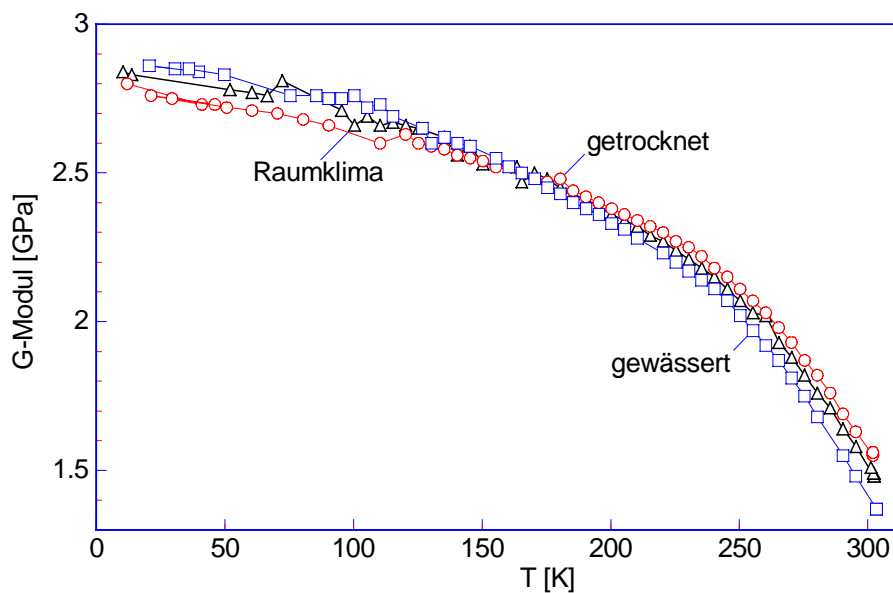


Abbildung 6.14: Realteil des G-Moduls von PMMA. Messung mit Torsionspendel bei drei verschiedenen Konditionierungen.

Ganz anders sieht das Verhalten des G-Moduls aus. Man muß hier zwischen dem Verhalten unterhalb von ca. 160 K und darüber entscheiden. Oberhalb dieser Temperatur erniedrigt das

Wasser den Wert des Moduls, bei 300 K immerhin um 0,2 GPa, was etwa 10 % entspricht. Unterschreitet man die Temperatur von 160 K kehrt sich der Einfluß des Wassers um. Der G-Modul der gewässerten Probe liegt hier über dem der Raumklima-Probe, die wiederum einen höheren Modul als die getrocknete Probe aufweist. Bei 160 K, also bei der Temperatur, bei der die Dämpfung $\tan \delta$ den größten Einfluß des Wassers zeigt, ergibt sich überhaupt kein Unterschied.

Zur Veranschaulichung wurde an den G-Modul-Verlauf der Raumklima-Probe ein Polynom angepaßt und anschließend die Differenz zum G-Modul der getrockneten bzw. gewässerten Probe errechnet. Abbildung 6.15 zeigt diese Differenz als Funktion der Temperatur.

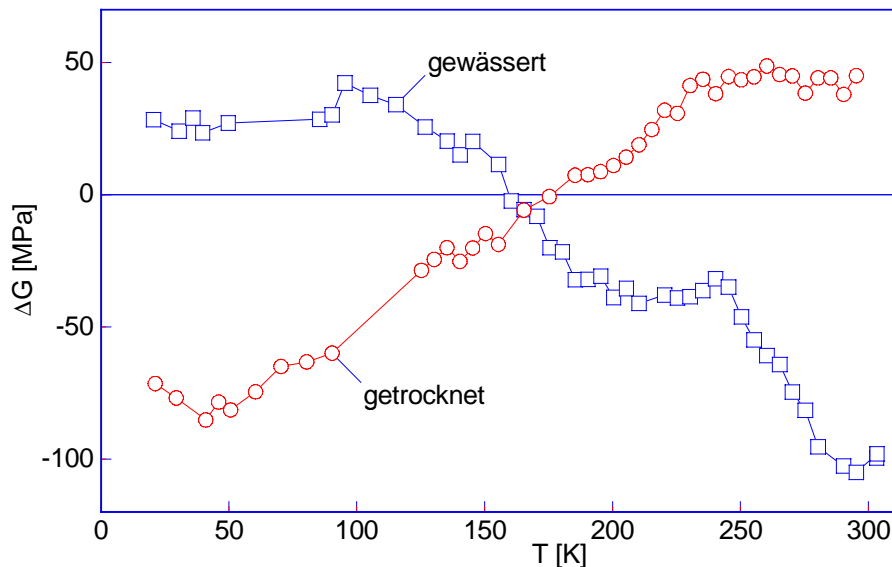


Abbildung 6.15: Differenz G-Modul von gewässert und getrockneter PMMA-Probe zur bei Raumklima gelagerten Probe ($\Delta G = G_{\text{trocken}}$ bzw. $G_{\text{naß}} - G_{\text{Raumklima}}$). Messung mit Torsionspendel.

Der K_{Ic} -Wert wird maßgeblich vom Verhalten der Moleküle an der Rißspitze bestimmt. Eine hohe mechanische Dämpfung deutet auf den Anfang einer hohen Beweglichkeit der Polymersegmente bzw. deren Seitengruppen hin. Damit sollte ein Zusammenhang zwischen mechanischer Dämpfung und der Rißzähigkeit gegeben sein.

Dies wurde aber nicht beobachtet. Beim Bruchverhalten war bei 77 K beispielsweise ein deutlicher Unterschied zwischen den Proben mit unterschiedlichem Wassergehalt zu sehen, während bei 140 K alle Probe mit derselben Charakteristik brachen. Genau das Gegenteil zeigen die Dämpfungsmessungen, die bei 77 K keinen Einfluß des Wassers zeigen, bei 140 K dagegen einen sehr deutlichen. Dies zeigt, daß die Vorgänge an der Rißspitze und damit das Bruchverhalten der CT-Proben nicht einfach aufgrund der mechanischen Dämpfung verstanden werden kann.

Das eingelagerte Wasser beeinflusst alle gemessenen Eigenschaften von PMMA, wobei die Stärke des Einflusses stark von der Temperatur abhängt. Bei der Untersuchung von Materialeigenschaften der Polymere ist der Wassergehalt also eine Größe, die nicht vernachlässigt werden darf und grundsätzlich immer gemessen werden sollte. Es ist jedoch nicht möglich, die Brucheigenschaften aus der Änderung der mechanischen Dämpfung abzuleiten und ebenso wenig umgekehrt.

7 Ergebnisse und Diskussion der Rißgeschwindigkeit

7.1 Rißgeschwindigkeit in Polycarbonat

Es konnte der instabile Rißfortschritt bei PC nur bei 77, 100 und 120 K gemessen werden. Bei höheren Temperaturen reißen die Flügelproben stabil, was nicht Gegenstand der hier gemachten Experimente war.

PC zerbrach bei den Experimenten meist mit einem, zwei oder drei Rißstopps. Bei der Initialbelastung ist der Kerbradius unbestimmt, und der kritische Spannungsintensitätsfaktor, der sich daraus berechnet, ist deshalb kein Materialkennwert. Nach einem Rißstopp ist der Zustand an der Rißspitze hingegen spezifisch für das Material. Da der Kerbradius dabei deutlich kleiner ausfällt, sind die Rißzähigkeiten, die sich aus einer Belastung nach erfolgtem Anriß ergeben, im Schnitt deutlich niedriger als beim Initialriß (siehe Abbildung 7.18). Es muß im folgenden also zwischen dem Verlauf der Rißgeschwindigkeit beim Initialriß und nach erfolgtem Anriß unterschieden werden.

7.1.1 Rißgeschwindigkeit bei 77 K

Die Rißgeschwindigkeit in PC folgte bei allen Rißfortschritten in etwa immer dem gleichen Muster: am Anfang eine sehr hohe Rißgeschwindigkeit, die innerhalb einer Rißstrecke von wenigen Millimetern wieder abfällt und dann in ein Plateau mündet. Nach einer gewissen Strecke stoppt der Riß. Abbildung 7.1 zeigt einen typischen Verlauf der Rißgeschwindigkeit nach Initialriß in Polykarbonat bei 77 K.

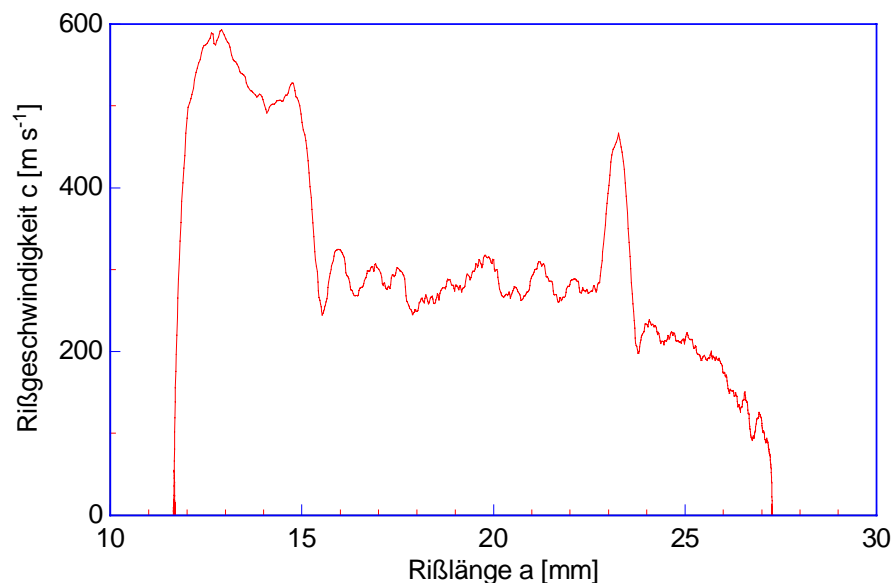


Abbildung 7.1: Verlauf der Rißlänge und der Rißgeschwindigkeit in PC nach Initialbelastung. Messung bei 77 K in Helium-Atmosphäre.

Dieser Geschwindigkeitsverlauf ist recht gut reproduzierbar. Abbildung 7.2 zeigt dieselbe Messung wie Abbildung 7.1, nur ist diesmal die Rißlänge und Rißgeschwindigkeit als Funktion der Zeit abgetragen.

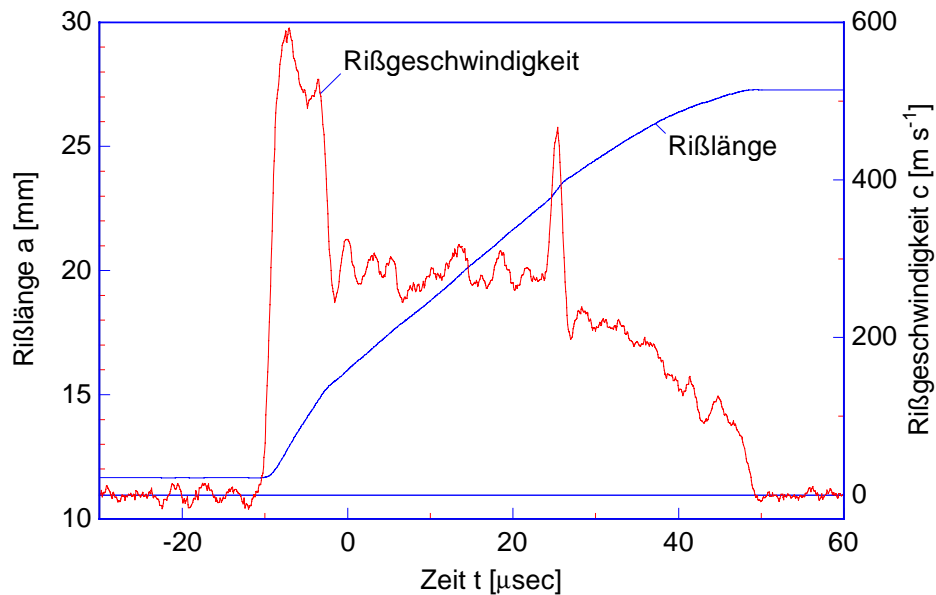


Abbildung 7.2: Rißlänge und -geschwindigkeit als Funktion der Zeit.

Der Ausschlag bei $t = 25 \mu\text{s}$ könnte auf die Überlagerung einer reflektierten Schallwelle mit der Rißfront zurückzuführen sein. An der Rißspitze werden während des Rißfortschritts ständig Schallwellen emittiert [siehe z. B. Gross et al., 1993]. Diese werden von den Rändern der Probe zurückgeworfen und können dann mit einer gewissen Verzögerung, die der Laufzeit der Welle entspricht, die Ausbreitung des Risses kurzzeitig beeinflussen.

Das jeweilige Rauschlevel läßt sich an den Fluktuationen vor und nach dem instabilen Rißfortschritt erkennen. Schwankungen der Rißgeschwindigkeit während der Rißausbreitung, die in etwa die Amplitude dieses „Nullsignals“ haben, sind somit kein experimenteller Effekt. Auf die Schwankungen der Rißgeschwindigkeit innerhalb des plateauartigen Verlaufs wird in Abschnitt 7.1.4 noch näher eingegangen.

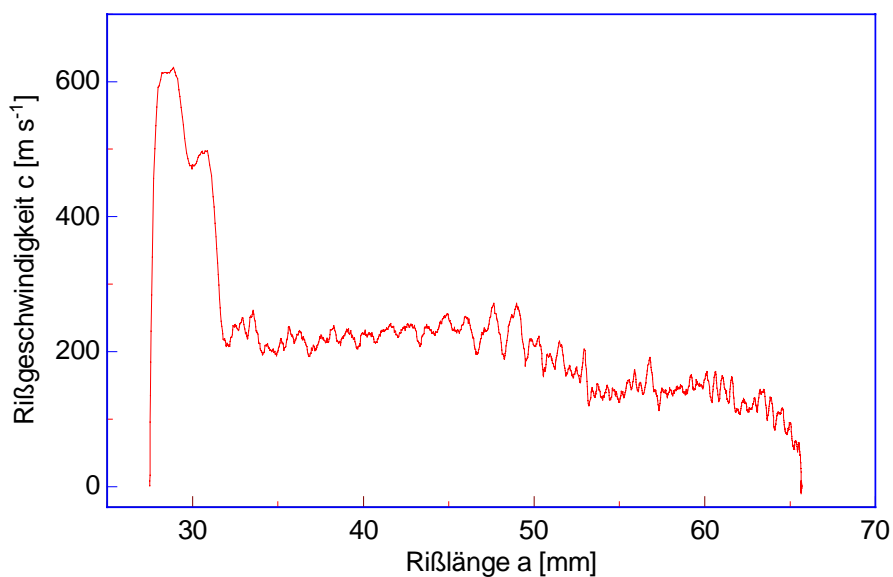


Abbildung 7.3: Rißgeschwindigkeit in PC als Funktion der Rißlänge nach Anriß. Messung bei 77 K in He-Atmosphäre.

Es stellt sich natürlich sofort die Frage, ob sich der Rißgeschwindigkeitsverlauf nach materialspezifischem Anriß von dem nach Initialbelastung unterscheidet. Abbildung 7.3 zeigen eine solche Messung bei $T = 77$ K.

Es ergibt sich qualitativ kaum ein Unterschied zum Rißgeschwindigkeits-Verlauf nach Initialbelastung, was Abbildung 7.4 nochmals verdeutlicht. Insbesondere ist die Geschwindigkeitscharakteristik zu Beginn des Rißfortschritts nahezu identisch. Im anschließenden Plateaubereich weist die mittlere Rißgeschwindigkeit beim Initialriß einen etwas höheren Wert auf als beim zweiten Rißfortschritt. Ein solcher Effekt wurde jedoch nicht immer beobachtet.

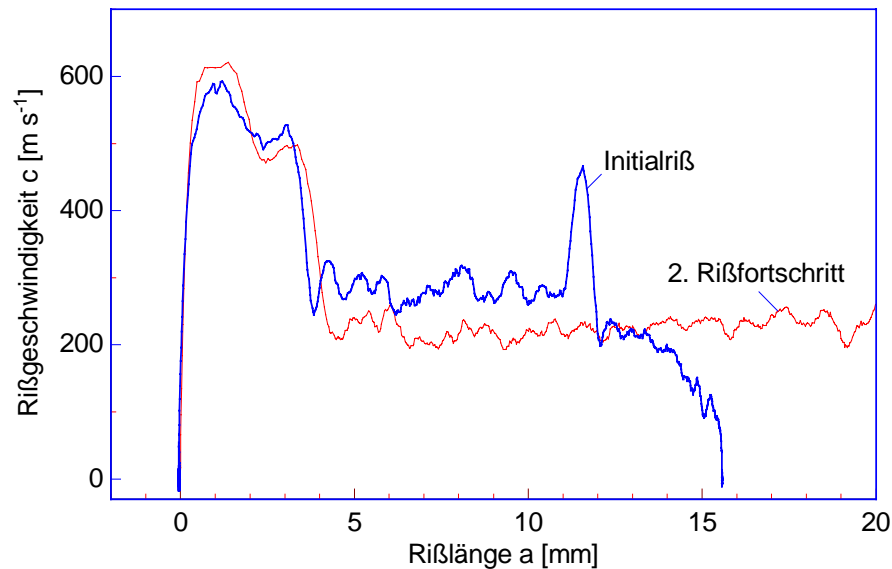


Abbildung 7.4: Vergleich der Rißgeschwindigkeit von Initialriß und zweitem Rißfortschritt. Der Rißbeginn wurde bei beiden Rissen auf $a = 0$ mm gesetzt. Messungen an PC bei 77 K in He-Atmosphäre, beide an derselben Probe.

Es zeigt sich, daß der Geschwindigkeitsverlauf weitgehend unabhängig davon ist, ob dem Rißfortschritt ein Anriß voran ging oder nicht. Dies ist auch verständlich: Bei der Belastung der Probe wird nur ein sehr kleiner Bereich vor der Rißspitze plastisch und nur in diesem können in größerem Umfang Umorientierungen der Moleküle stattfinden. Wenn dadurch die Rißgeschwindigkeit beeinflusst wird, so kann dies nur auf dem Weg des Risses durch die plastische Zone sein. Sie hat – je nach Modellrechnung – einen Durchmesser von ca. 0,1 mm bei 77 K. Nachdem der Riß die plastische Zone durchquert hat, „weiß“ er nichts mehr von seiner Vorgeschichte, und die Dynamik der Rißausbreitung wird nur noch von den elastischen Eigenschaften der Probe und den adiabatischen Prozessen an der Rißspitze beherrscht.

Ist der Kerbradius der Anfangskerbe bzw. des Anfangsrisse relativ groß, so muß eine höhere Kraft ausgeübt werden, um den kritischen Spannungsintensitätsfaktor zu erreichen. In diesem Fall ist die Energiefreisetzungsrates zu Beginn des Rißfortschritts groß, was Einfluß auf die Rißgeschwindigkeit hat, allerdings nur zu Beginn der Rißausbreitung. Auf diesen Zusammenhang wird in Abschnitt 7.1.6 noch näher eingegangen.

In Abbildung 7.5 ist das zu den beiden Rißfortschritten gehörige Kraft-Rißöffnungs-Diagramm gezeigt. Es zeigt qualitativ keinen Unterschied zu den Diagrammen, die sich bei Experimenten an Chevron-Proben ergeben.

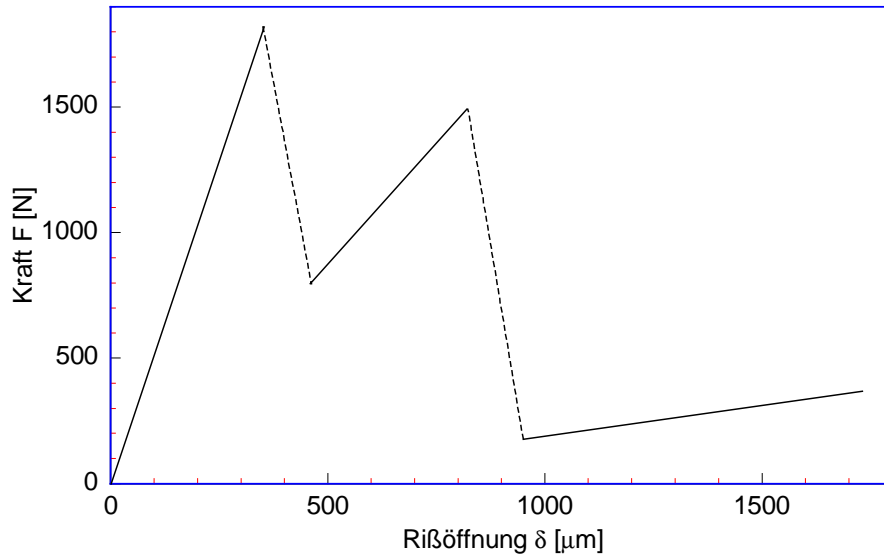


Abbildung 7.5: Kraft-Rißöffnungs-Diagramm zu den in Abbildung 7.1 bis Abbildung 7.3 gezeigten Rißgeschwindigkeitsprofilen. Messung an PC bei 77 K.

7.1.2 Beschleunigungs- und Verzögerungsverhalten

Wie an den oben gezeigten Messungen zu sehen ist die Beschleunigung des Risses zu Beginn der instabilen Rißausbreitung äußerst groß. Die endliche Steigung der $c(x)$ bzw. $c(t)$ -Kurven in den vorangegangenen Abbildungen ist durch die Auswerteprozedur bedingt. Abbildung 7.6 zeigt den gemessenen Spannungs-Zeit-Verlauf ohne jede Glättung bei Beginn der Rißausbreitung und deren Sekantenableitung über jeweils fünf Spannungswerte, d. h. die Steigung der Gerade durch den n . und $(n+5)$. Spannungswert.

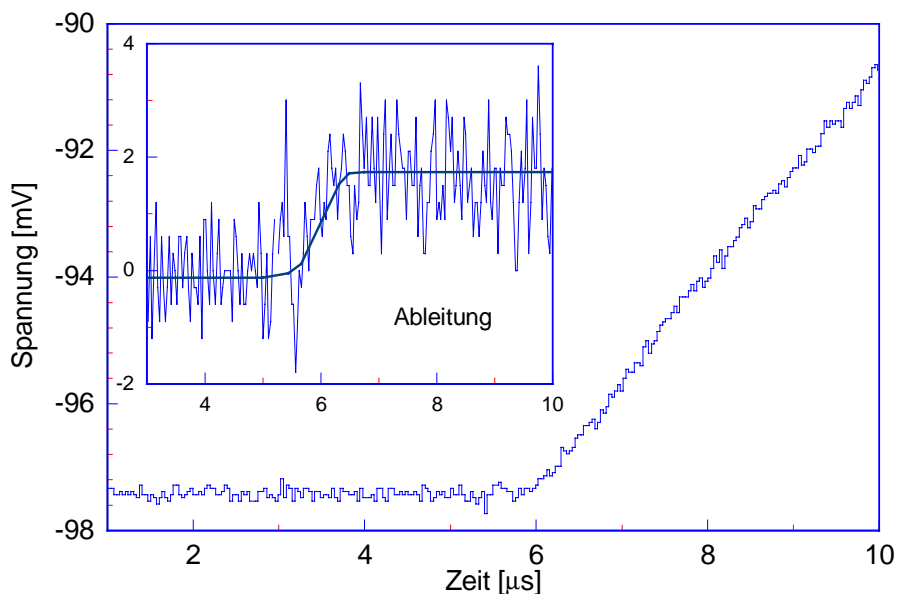


Abbildung 7.6: Spannungsverlauf bei Rißinitiation. Es sind die Originaldaten des Transientenrekorders dargestellt (großes Diagramm) und deren Sekantenableitung über fünf Werte (kleines Diagramm), jeweils als Funktion der Zeit.

Die Beschleunigungsphase ist äußerst kurz. Am Verlauf der Spannung erkennt man einen Bereich von etwa $0,5 \mu\text{s}$, innerhalb dessen die Steigung der Kurve den Endwert erreicht. Die Ableitung ist durch die Bildung der Sekantenableitung etwas geglättet, es zeigt sich aber zweifelsfrei eine Beschleunigungsphase von ca. $1 \mu\text{s}$. Aus der Ableitung der Spannung nach dieser Phase errechnet man eine Rißgeschwindigkeit von ca. $800 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, und damit ist die Beschleunigung des Risses etwa $4 \text{ bis } 8 \cdot 10^8 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$. Dies ist zwar ein sehr hoher, aber endlicher Wert. Auch Fineberg et al. beobachteten bei Raumtemperatur-Messungen an PMMA Beschleunigungen im Bereich von $10^8 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$ [Fineberg et al., 1992]. Die Geschwindigkeitszunahme ist also kontinuierlich und zeigt keinen abrupten Sprung, wenn auch die gemessenen Beschleunigungen sehr hoch sind.

Anders sieht das Verzögerungsverhalten des Risses aus (Abbildung 7.7). Hier zeigt sich bereits etwa $10 \mu\text{s}$ vor dem eigentlichen Rißstopp eine deutliche Retardierung und der letzte Sprung von etwa $100 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ auf 0 erfolgt innerhalb von etwa $5 \mu\text{s}$. Die unterschiedliche Charakteristik von Rißstopp und Rißbeginn ist auf die Prozesse zurückzuführen, die dafür verantwortlich sind: Betrachtet man die Rißausbreitung vom Verlauf des Spannungsintensitätsfaktors aus, so erfolgt die Rißinitiierung deshalb, weil der K_I -Wert die Rißzähigkeit K_{Ic} erreicht bzw. überschreitet. Der Riß stoppt hingegen deshalb, weil der K_I -Wert den Arrestwert K_{Ia} unterschreitet. Wegen des Einflusses der kinetischen Energie und anderer Energiebeiträge, die bei der Rißinitiierung keine Rolle spielen, ist dieser Übergang nicht so abrupt und es ergibt sich eine etwas längere Verzögerungsphase.

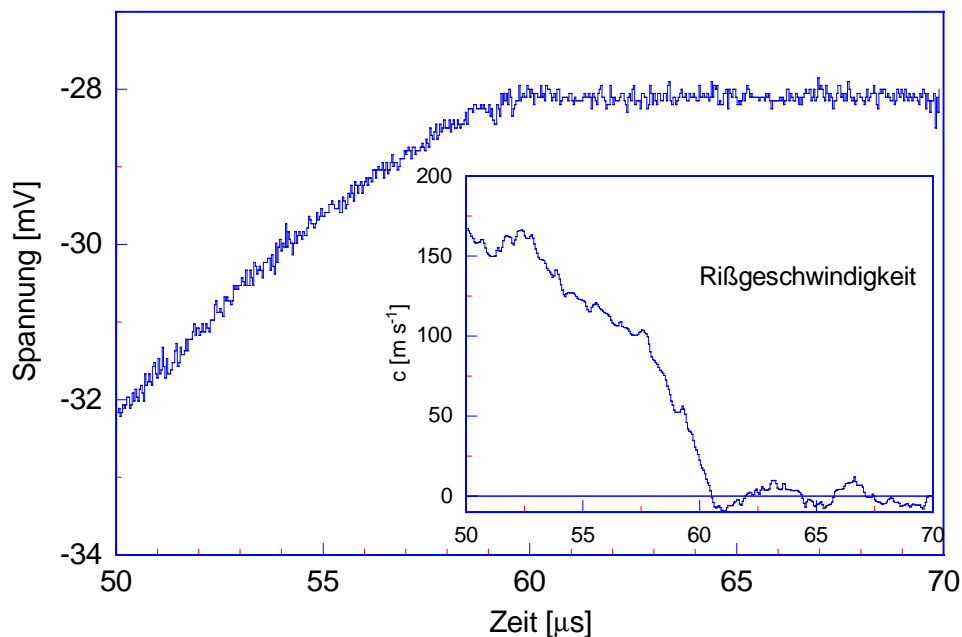


Abbildung 7.7: Spannungsverlauf bei Rißstopp (großes Diagramm) und daraus berechnete, geglättete Rißgeschwindigkeit (kleines Diagramm).

7.1.3 Rißausbreitung bei höheren Temperaturen

Bei Polycarbonat tritt bei der verwendeten Flügelprobe nur bei Temperaturen von 120 K und darunter instabile Rißausbreitung auf. Abbildung 7.8 zeigt sowohl den Initialriß als auch den zweiten Rißfortschritt bei 100 K. Die Rißausbreitung erfolgte nach derselben Charakteristik wie bei 77 K (siehe z. B. Abbildung 7.3). Die starken Schwankungen im Rißlängenbereich von 50 bis 60 mm treten auch bei niedrigeren Temperaturen auf und sind keine Folge der ge-

änderten Versuchsbedingungen. In den Abschnitten 7.1.4 und 7.1.5 wird näher darauf eingegangen.

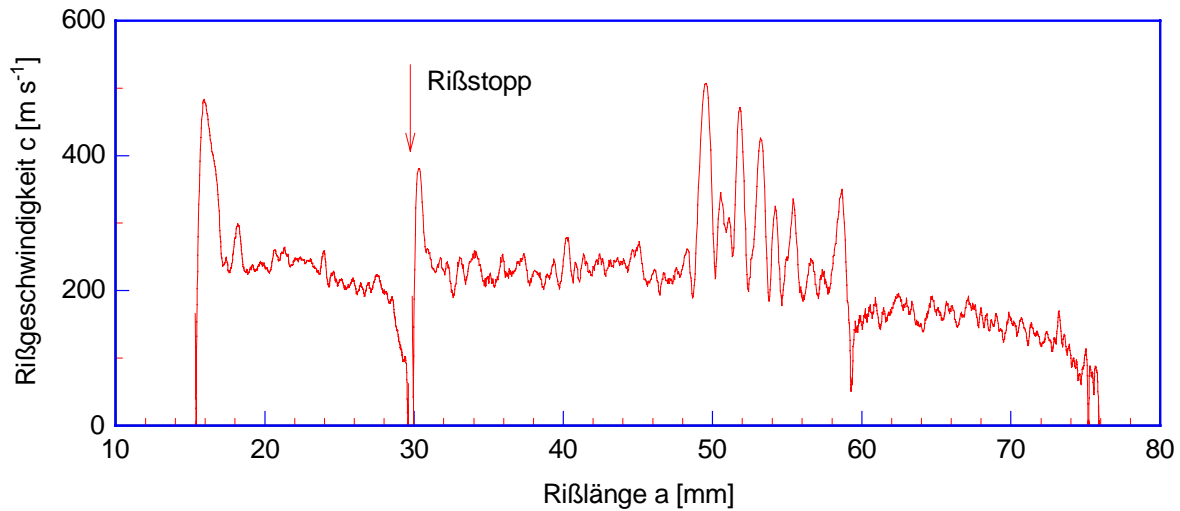


Abbildung 7.8: Rißgeschwindigkeit von PC bei 100 K. Der Riß stoppte einmal an der Stelle, die mit „Rißstopp“ bezeichnet ist.

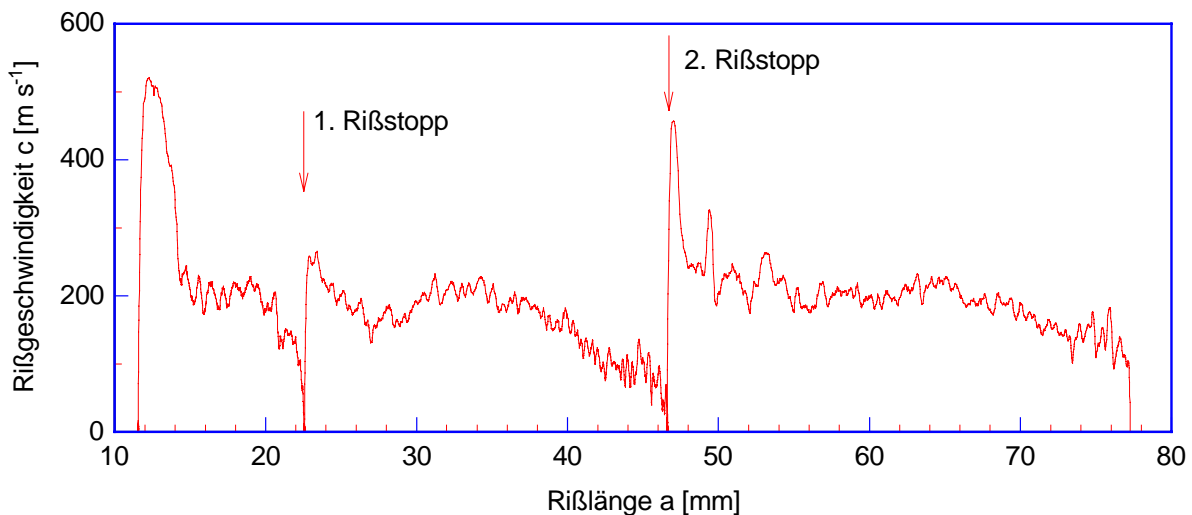


Abbildung 7.9: Rißgeschwindigkeit von PC bei 120 K. Es traten diesmal zwei Rißstopps auf.

Auch bei 120 K ergibt sich keine wesentliche Änderung (siehe Abbildung 7.9). Auffällig ist jedoch, daß keine großen Fluktuationen im Bereich der relativ konstanten Rißgeschwindigkeit auftreten, wie sie fast alle bisher gezeigten Rißfortschritte aufweisen.

7.1.4 Bruchflächencharakteristik von PC

Die Bruchfläche von PC zeigt bei tiefen Temperaturen eine ausgeprägte Struktur. Unmittelbar nach der Arrestlinie zeigt sich ein sehr rauher Bereich, der meist nach einigen Millimetern von einem relativ glatten Bereich abgelöst wird, in dem nur noch sehr feine Linien zu sehen sind, die parallel zur Bruchfront sind. Abbildung 7.10 zeigt die schematische Darstellung einer Bruchfläche, wie sie sich bei Versuchen mit Chevron-Proben ergab.

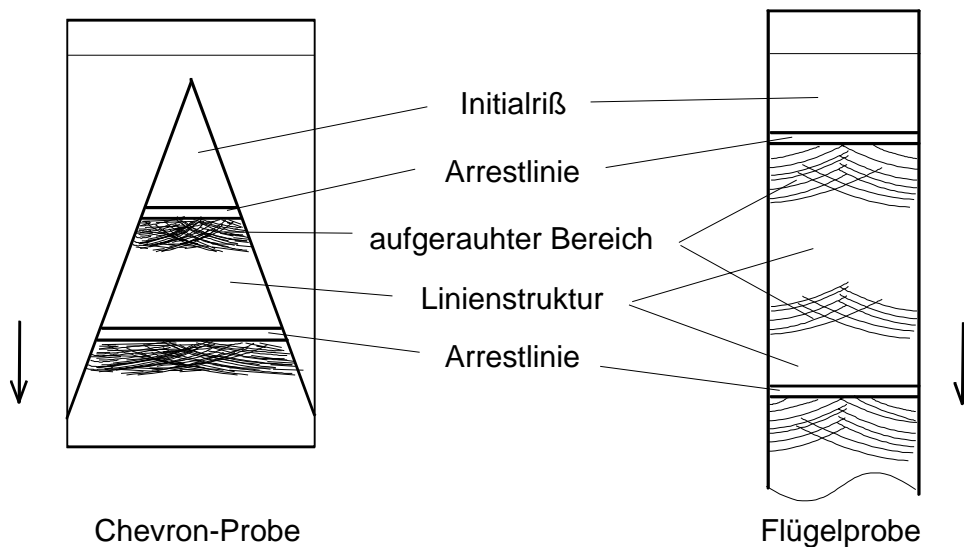


Abbildung 7.10: Schematische Darstellung der Bruchfläche von Chevron- und Flügelprobe aus PC, wie sie sich bei 77 K und He-Umgebung typischerweise bildet.

Bei der Chevron-Probe wirkt der rauhe Bereich homogen und man kann nur schwer eine übergeordnete Struktur erkennen. Ganz anders bei der Flügelprobe: Es tritt zwar auch hier ein rauher Bereich auf, es läßt sich aber klar erkennen, daß er sich aus vielen halbrunden Bögen zusammensetzt. Im Laufe des weiteren Rißfortschritts können noch weitere derartige Bereiche oder auch nur einzelne Linien auftreten. Abbildung 7.11 zeigt ein REM-Bild eines „rauen Bereichs“ und Abbildung 7.12 die Gesamtaufnahme einer PC-Bruchfläche.

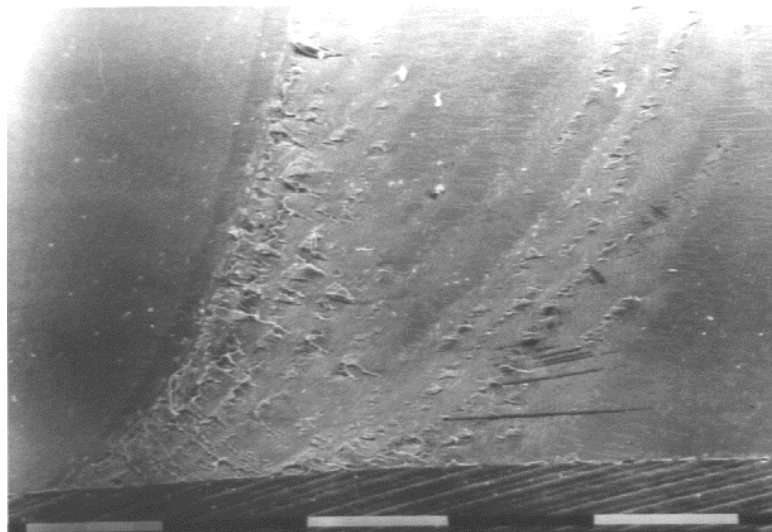


Abbildung 7.11: REM-Aufnahme einer Flügelproben-Bruchfläche im Bereich einer Arrestlinie. Der Riß lief von links nach rechts. Ein Teilstrich des schwarz-weißen Balkens entspricht 1 mm.

Als nächstes stellt sich die Frage, ob es einen Zusammenhang zwischen der Bruchgeschwindigkeit und der Oberflächenstruktur gibt. Abbildung 7.13 zeigt die gemessene Geschwindigkeit einer PC-Flügelprobe bei 77 K und direkt darunter die Aufnahme der entsprechenden Bruchfläche.

Es ergibt sich eine deutliche Korrelation zwischen der Bruchfläche und der gemessenen Bruchgeschwindigkeit. Dabei muß man beachten, daß die Rißgeschwindigkeit an der Oberfläche der Probe gemessen wird; in der Abbildung 7.13 ist es die Seite, die dem Geschwindigkeitsprofil zugewandt ist. Der Vergleich der Rißgeschwindigkeit mit der Bruchflächenstruktur muß also unmittelbar an der Probenoberfläche erfolgen.

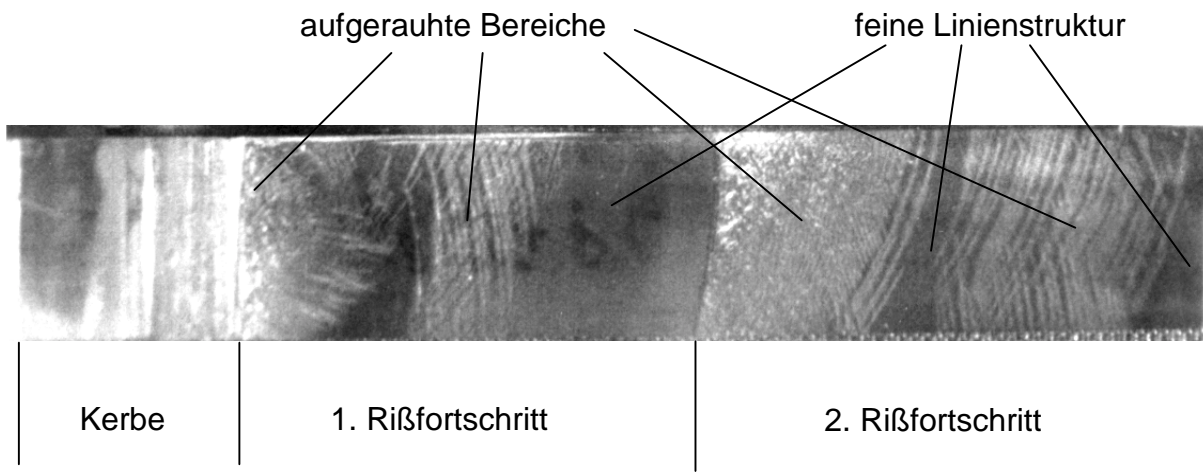


Abbildung 7.12: Aufnahme der Bruchfläche einer Flügelprobe PC (der Bruch erfolgte bei 77 K). Es ergab sich ein Rißstopp und damit zwei Rißfortschritte. Sehr deutlich sind die Linien zu sehen, die im Bereich nach der Rißinitiation zu einer rauhen Bruchfläche führen.

Zunächst fällt auf, daß der raue Bereich zu Beginn der instabilen Rißausbreitung mit einer hohen Rißgeschwindigkeit einhergeht. In diesen Bereichen beträgt sie mehr als $300 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Sobald die Bruchfläche etwas glatter wird, sinkt die Rißgeschwindigkeit auf einen Wert unter $300 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ und zeigt nur sehr kleine Schwankungen, die im Bereich der Meßgenauigkeit liegen.

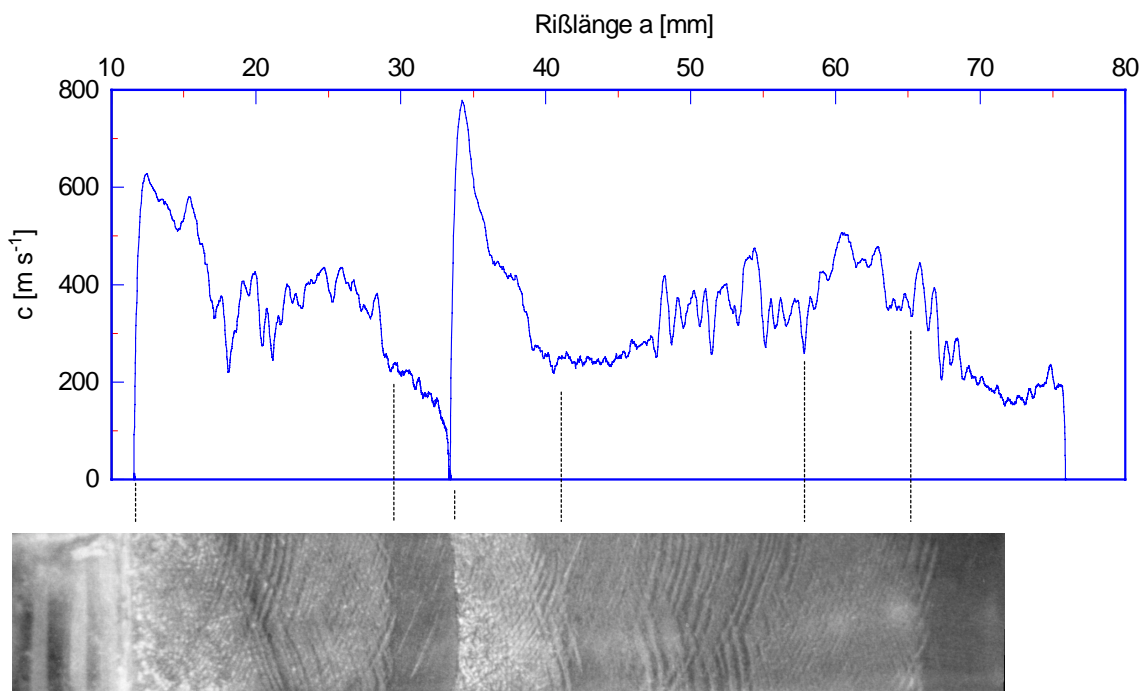


Abbildung 7.13: Bruchfläche einer PC-Flügelprobe und Vergleich mit der gemessenen Rißgeschwindigkeit.

Daneben gibt es noch Bereiche der Bruchfläche, an denen nur einzelne Linien auftreten, die örtlich gut voneinander getrennt werden können. Dort beobachtet man starke Schwankungen der Rißausbreitungsgeschwindigkeit, und, wenn die Auflösung der Messung sehr gut ist, kann man sogar jede einzelne Linie im $c(a)$ -Plot verfolgen. Abbildung 7.14 zeigt ein Beispiel dafür: Beim zweiten, materialspezifischen Rißfortschritt sind im Bereich von $a = 66$ bis $a = 71$ mm

sechs Linien zu erkennen. In sehr guter Übereinstimmung damit ergeben sich im $c(a)$ -Verlauf an genau diesen Stellen Schwankungen der Rißausbreitungsgeschwindigkeit.

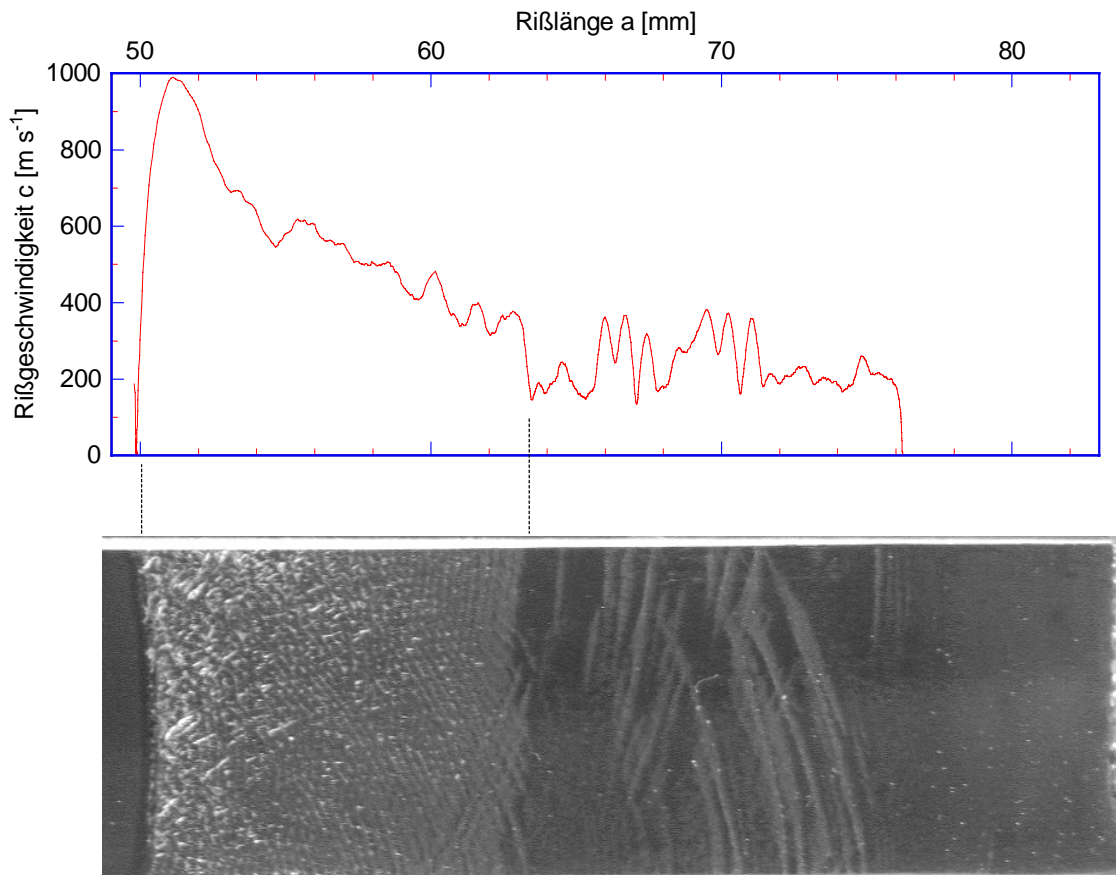


Abbildung 7.14: Vergleich von Rißausbreitungsgeschwindigkeit und Bruchfläche. Der $c(a)$ -Plot endet nicht am Probenende, sondern bereits früher, da der Spannungmeßbereich des Transientenrekorders überschritten war. Messung an PC bei 77 K.

Es läßt sich also feststellen, daß eine hohe Ausbreitungsgeschwindigkeit einhergeht mit einer rauhen Bruchfläche bzw. dem Auftreten von Linien auf der Bruchfläche. Der Schluß liegt nahe, daß es sich um Wallner-Linien handelt.

7.1.5 Wallner-Linien bei PC

Vor einem schnell laufenden, instabilen Riß entstehen Schallwellen, die der eigentlichen Bruchfront vorauslaufen [z. B. Gross et al., 1993]. Wie in jedem Werkstoff existieren auch in Kunststoffen Bereiche, die durch kleine Fehler vorgespannt sind. Durch die Schallwellen des Risses können solche Stellen vor der Bruchfront, also im noch intakten Bulk-Material, Impulswellen aussenden. Sie lassen sich als Transversalwellen auffassen, die das Material durchlaufen und sich der fortschreitenden Bruchfront überlagern. Dadurch wird der Riß kurzzeitig aus der eigentlichen Bruchebene abgelenkt und es bildet sich eine Markierung auf der Bruchfläche [Wallner, 1939]. Ist der Ursprung der Impulsquelle im Inneren der Probe, so entsteht ein Paar von Wallner-Linien und man spricht von Bruchschwingen. Abbildung 7.15 zeigt das Prinzip der Entstehung.

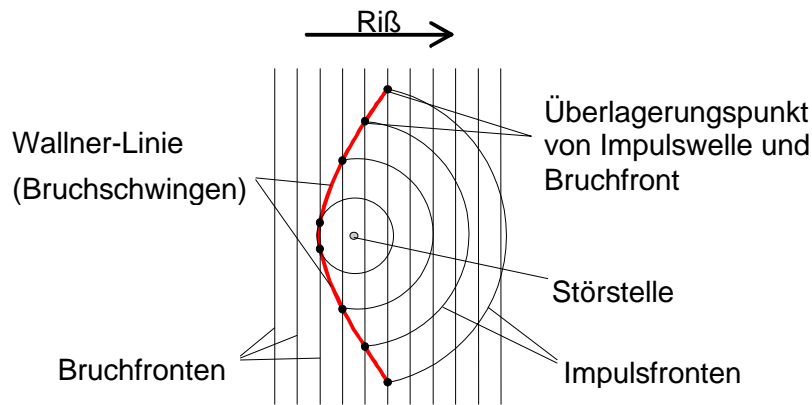


Abbildung 7.15: Prinzipische Skizze zur Entstehung einer Bruchschwinge. Die Impulsquelle zeigt eine höhere Ausbreitungsgeschwindigkeit als die Bruchfront, was durch die unterschiedlichen Abstände der Impuls- und Bruchfronten dargestellt ist.

Ist die Störstelle am Rand der Probe, so entsteht nur eine Bruchschwinge. Solche Markierungen beobachtete Wallner 1939 zuerst in Glas [Wallner, 1939]. Sie sind seither in praktisch allen Werkstoffen gefunden worden, unter anderem auch in Polystyrol [Murray u. Hull, 1970].

Abgesehen vom eventuell etwas gekrümmten Anfangsbereich müßte die Wallner-Linie bei konstanter Bruchgeschwindigkeit und parallelen, geraden Bruchfronten eine Gerade bilden. Bei den Bruchflächen von PC war dies jedoch nie der Fall. Abbildung 7.16 zeigt eine Vergrößerung der in Abbildung 7.12 gezeigten Bruchfläche.

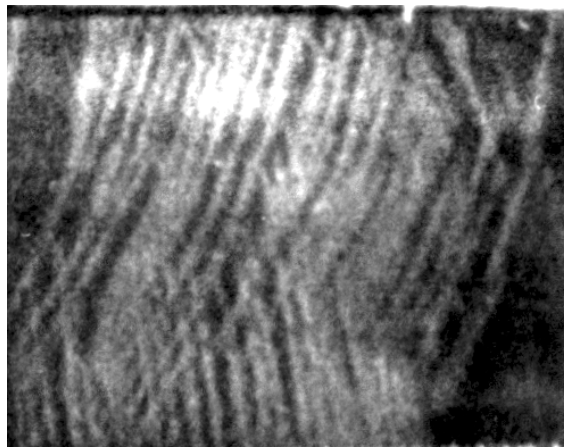


Abbildung 7.16: Ausschnitt aus der Bruchfläche einer PC-Probe. Die sich zum Teil kreuzenden, gebogenen Wallner-Linien sind deutlich zu sehen. Der Riß lief von links nach rechts.

Die meisten Wallner-Linien haben ihren Ursprung am Rand, aber keine der Linien ist eine Gerade. Dafür kommen zwei Ursachen in Frage: Entweder hat sich auf dieser Strecke des Risses die Bruchgeschwindigkeit verringert oder die Bruchfront bildet keine Gerade. Eine Verlangsamung des Risses scheidet aber als Ursache aus, da in diesem Fall die Wallner-Linien nicht über fast die gesamte Rißstrecke parallel verlaufen dürften.

Abbildung 7.17 zeigt die Entstehung von gekrümmten Wallner-Linien, falls die Rißgeschwindigkeit konstant ist und die Bruchfront keine Gerade bildet, sondern in der Mitte der Probe zu einem gegebenen Zeitpunkt weiter fortgeschritten ist als am Rand. Die genaue Form der Linie hängt vom Verhältnis der Rißausbreitungsgeschwindigkeit und der transversalen Schallgeschwindigkeit ab.

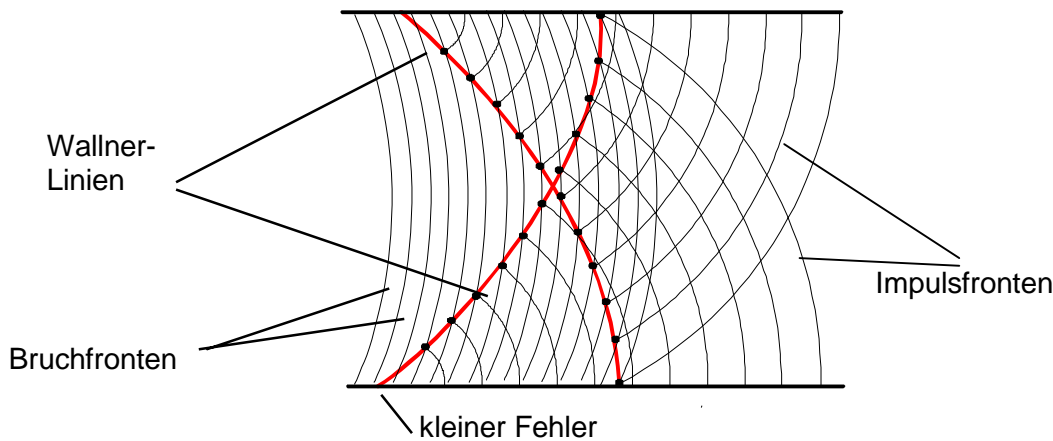


Abbildung 7.17: Entstehung von gekrümmten Wallner-Linien bei nicht geraden Bruchfronten. Der Riß läuft von links nach rechts.

Betrachtet man den zerklüfteten Bereich nach der Rißinitiierung genauer, so zeigt sich, daß nicht alle Wallner-Linien ihren Ursprung am Rand der Probe haben. Sehr viele werden offensichtlich direkt an der Arrestlinie im Moment des Rißbeginns initiiert. Durch die Überlagerung sehr vieler Wallner-Linien ergibt sich auf den ersten Millimetern des Risses ein scheinbar regellos rauher Bereich. Im Laufe des weiteren Rißfortschritts werden die Wallner-Linien seltener und sind dann einzeln erkennbar.

Die Geschwindigkeitsfluktuationen, die im Bereich hoher Rißgeschwindigkeit beobachtet wurden, könnten ihre Ursache in den Instabilitäten eines schnell fortschreitenden Risses in Gläsern haben. Nach Marder und Gross existiert bei der instabilen Rißausbreitung ein „verbotenes Band“ der Rißgeschwindigkeit [Marder u. Gross, 1995]. Nähert sich die Rißgeschwindigkeit dieser Grenze (bei PMMA und Raumtemperatur etwa $350 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$), so beginnt die Rißfront zu fluktuieren und die Bruchfläche wird zunehmend rauher.

Ein ähnlicher Effekt könnte bei PC für das Auftreten der Wallner-Linien verantwortlich sein. Dadurch, daß die Bruchfront ständig aus der Rißebeine abgelenkt wird, kommt es zu verstärkter Emission von Schallwellen [Gross et al., 1993]. Die kritische Geschwindigkeit hierfür beträgt nach den obigen Beobachtungen etwa $250 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ bei einer Temperatur von 77 K. Durch die Überlagerung der Schallwellen mit der Bruchfront bilden sich die beobachteten Wallner-Linien. Sie hätten in diesem Fall ihre Ursache nicht in Fehlern des Materials, sondern wären eine direkte Ursache der Geschwindigkeitscharakteristik eines schnell laufenden Risses.

7.1.6 Rißgeschwindigkeit und Bruchparameter

In den vorherigen Abschnitten wurde gezeigt, daß die Rißgeschwindigkeit unmittelbar nach der Rißinitiierung am höchsten ist. Damit einher geht das Auftreten von starken Schwankungen der Rißgeschwindigkeit und eine aufgeraute Bruchfläche. Es liegt daher nahe, nach Zusammenhängen zwischen der Rißgeschwindigkeit und den Parametern zu suchen, die im Rahmen der LEBM benutzt werden, um die Rißcharakteristik zu beschreiben. Wenn es tatsächlich so ist, daß die Vorgänge im Bereich der Rißspitze das Bruchgeschehen zumindest auf der ersten Strecke des Bruches bestimmen, so müßte sich ein Zusammenhang zwischen der Rißzähigkeit und der Größe des aufgerauten Bereichs zeigen.

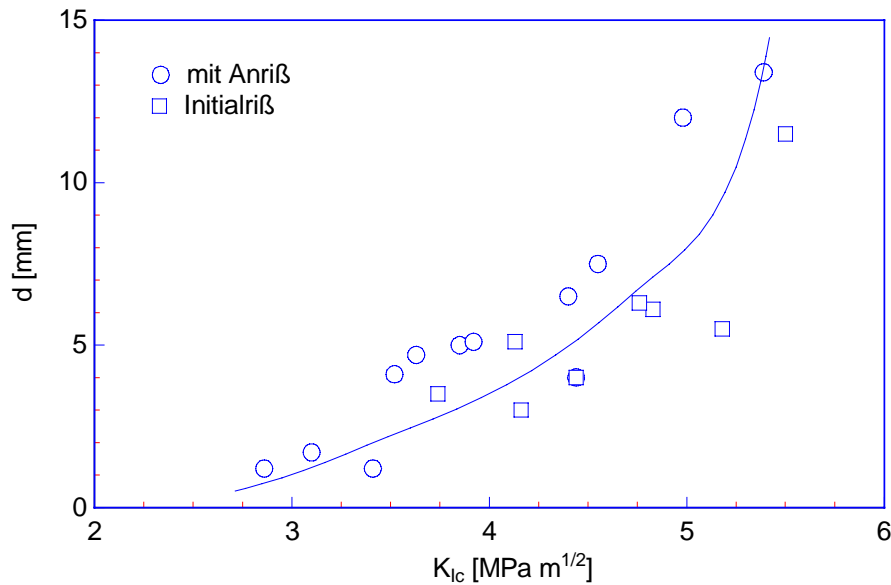


Abbildung 7.18: Größe des geriffelten Bereichs d als Funktion der Rißzähigkeit K_{Ic} . Alle Messungen bei 77 K an PC-Flügelproben. Da hier alle Rißöffnungsgeschwindigkeiten berücksichtigt sind, ergeben sich mehr Datenpunkte als in Abbildung 5.5.

In Abbildung 7.18 ist die Größe d des rauhen Bereichs gegen die Rißzähigkeit abgetragen. d wurde dabei an der Seite der Probe gemessen, auf der sich die Aluminiumschicht befand. Es zeigt sich, daß in der Tat der rauhe Bereich umso größer ist, je höher der jeweilige K_{Ic} -Wert ausfiel.

Die berechneten K_{Ic} -Werte bei Initialbelastung sind natürlich keine Materialkennwerte, aber sie sind geeignet, den Spannungszustand zu charakterisieren. Es ist für die Energiefreisetzungsrates beim Rißfortschritt unerheblich, ob ein hoher kritischer Spannungsintensitätsfaktor durch einen großen Kerbradius zustande kommt, der nichts mit den Materialeigenschaften zu tun hat, oder durch materialspezifische Orientierungsprozesse der Polymere an der Rißspitze.

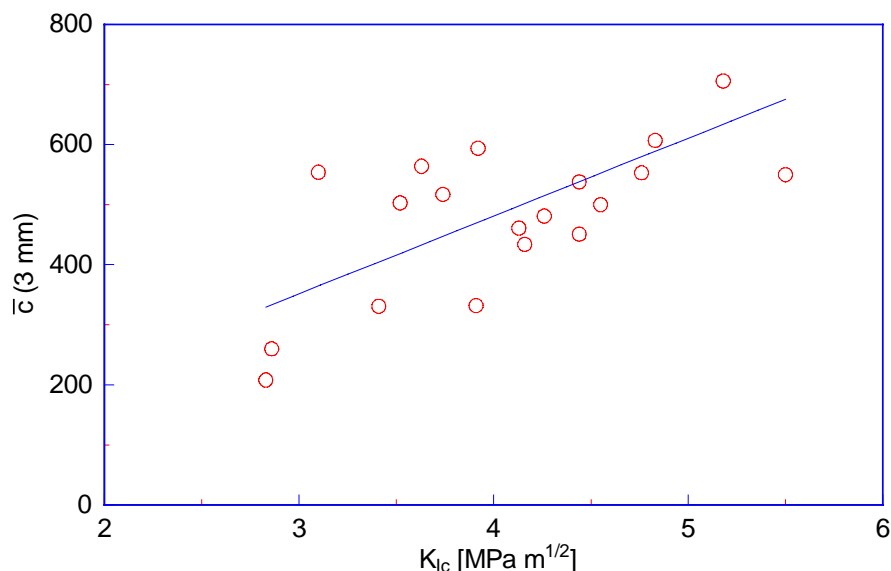


Abbildung 7.19: Mittlere Rißausbreitungsgeschwindigkeit auf den ersten 3 mm Rißlänge als Funktion der Rißzähigkeit. Messungen an PC bei 77 K.

Oben wurde gezeigt, daß die Rißausbreitungsgeschwindigkeit in PC direkt nach der Rißinitiation am höchsten ist. Neben der Größe des aufgerauhten Bereiches ist es interessant zu sehen, ob auch die Rißgeschwindigkeit in diesem Bereich von der Rißzähigkeit und damit von

der Energiefreisetzungsrates zu Beginn des Rißfortschritts abhängt. Abbildung 7.19 zeigt die mittlere Rißgeschwindigkeit auf den ersten 3 mm Rißlänge, abgetragen gegen die Rißzähigkeit.

Obwohl die Daten stark streuen, wird doch ein Ansteigen der Geschwindigkeit mit dem K_{Ic} -Faktor deutlich. Vielleicht rührt die Streuung zum Teil davon, daß die Risse nicht auf der gesamten Front einheitlich fortschreiten, die Rißgeschwindigkeit aber nur an der Oberfläche der Probe gemessen werden kann.

Auch bei der über den gesamten Rißfortschritt gemittelten Rißausbreitungsgeschwindigkeit zeigt sich ein Zusammenhang mit der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrates. In Abbildung 7.20 sind diese Größen gegeneinander abgetragen.

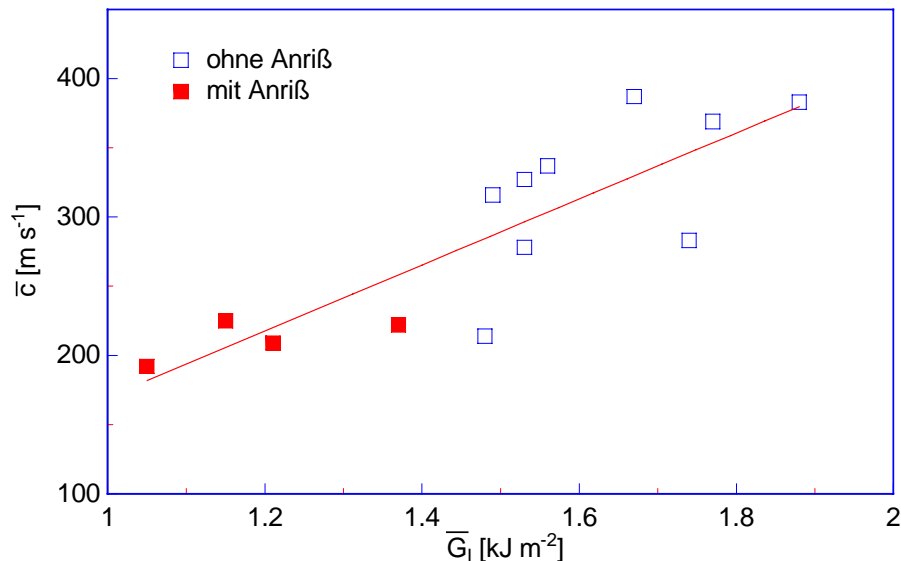


Abbildung 7.20: Mittlere Rißausbreitungsgeschwindigkeit \bar{c} als Funktion der mittleren Energiefreisetzungsrates. Messung an PC Flügelproben bei 77 K.

Die Bruchenergie scheint in PC relativ konstant zu sein. Trägt man die Differenz der elastischen Energie der Probe vor und nach dem Rißfortschritt gegen die Länge des Rißfortschritts ab, so erhält man in guter Näherung eine Gerade, wie in Abbildung 7.21 gezeigt.

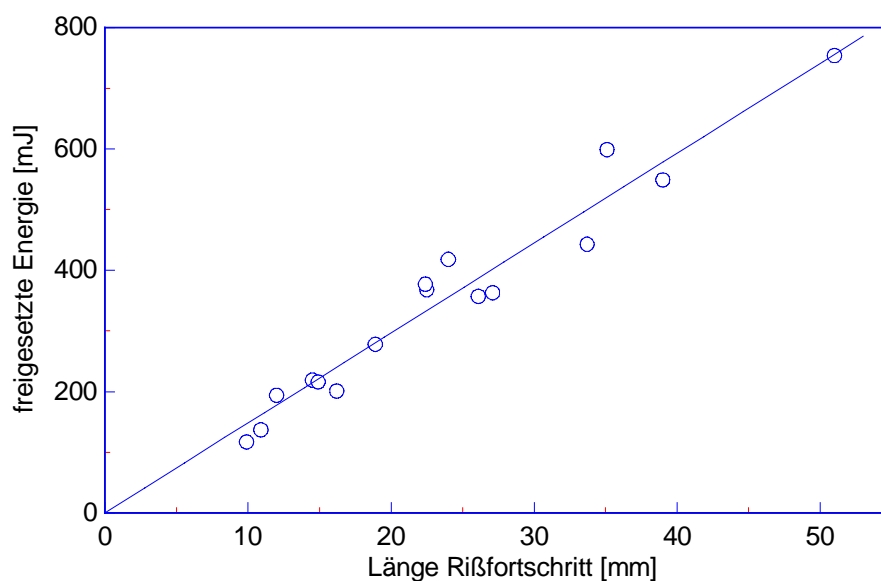


Abbildung 7.21: Freigesetzte Energie als Funktion der Länge des Rißfortschritts. Messungen an PC bei 77 K.

Auch bei relativ kleinen Rißfortschritten zeigt sich keine Abweichung vom linearen Verlauf. Dies bedeutet, daß die eventuell erhöhte Bruchenergie zu Beginn des instabilen Rißfortschritts nur auf einen sehr kleinen Bereich beschränkt ist.

Die Steigung der Ursprungsgerade in Abbildung 7.21 ergibt direkt die mittlere Energiefreisetzungsrate. Es errechnet sich $1,24 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}$, was sehr gut zu den Werten paßt, die aus Rißfortschritten mit Anriß gewonnen wurden (siehe Abbildung 7.20). Um zu verstehen, warum die mittleren kritischen Energiefreisetzungsraten bei Initialbelastung in Abbildung 7.20 erheblich größer sind als dieser Wert, muß man die Auswertemethode näher betrachten:

Wie bereits in Abschnitt 4.1.4 angesprochen bleibt die Unsicherheit, daß die Arbeit, die die Prüfapparatur der Probe während des Rißfortschritts aufgrund ihrer endlichen Steifigkeit zuführt, nicht bekannt ist. Zur Erinnerung ist in Abbildung 7.22 nochmals das Kraft-Riößnungs-Diagramm bei instabilem Rißfortschritt gezeigt. Nimmt man an, daß die Prüfmaschine dem Hooke'schen Gesetz gehorcht und auf eine Kraftabnahme mit einer entsprechenden Verkürzung reagiert, so kann man die Fläche des Trapezes BCDE berechnen. Aus dieser Analyse ergibt sich, daß die Fläche des Trapezes im Verhältnis zur anfänglichen elastischen Energie am größten ist bei kleinen Anfangsrißlängen.

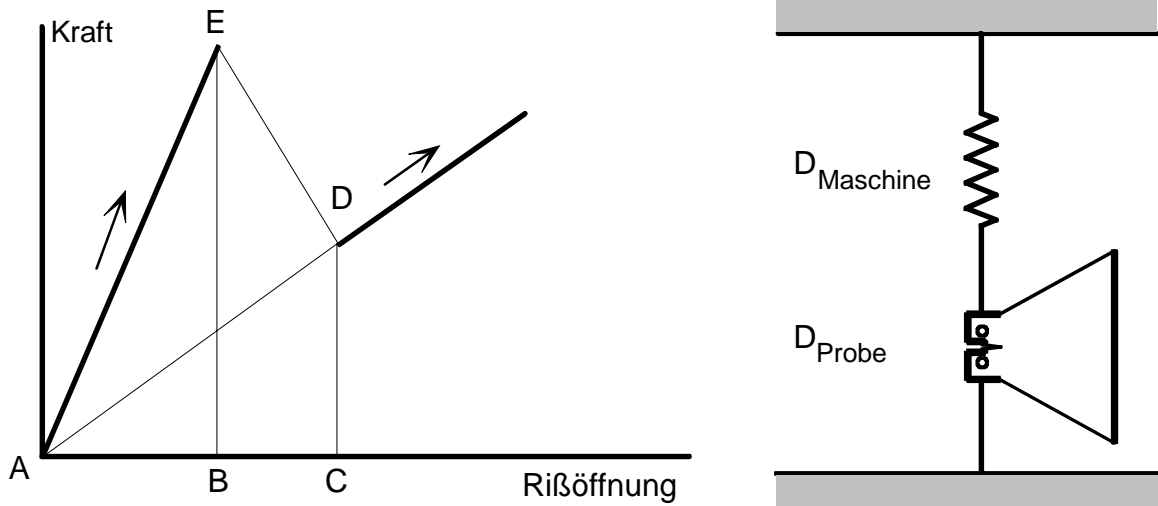


Abbildung 7.22: Kraft-Riößnungs-Diagramm bei instabilem Rißfortschritt (links, identisch mit Abbildung 4.7). Das rechte Bild zeigt die Schemazeichnung der Prüfmaschine mit den beiden Federkonstanten D .

Bei der Ermittlung der mittleren kritischen Energiefreisetzungsrate werden die Flächen des Dreiecks ABE und des Trapezes BCDE addiert und davon die Fläche des Dreiecks ACD subtrahiert. Das richtige Ergebnis ergibt sich nur dann, wenn die elastische Energie der Probe während des Rißfortschritts zugeführt wurde und nicht erst nach dem Rißstopp. Dies ist bei kurzen Anfangsrißlängen wahrscheinlich nicht der Fall, da die Apparatur erst nach einer gewissen Zeit, die der Laufzeit einer Schallwelle von der anfänglichen Rißspitze bis zur Aufhängung und zurück entspricht, auf den Rißfortschritt reagieren kann. Deshalb ist klar, daß der größte Fehler und damit systematisch zu hohe \bar{G}_{IC} -Werte bei kleinen Anfangsrißlängen und kurzen Rißfortschritten auftreten, also vorzugsweise bei der Initialbelastung.

Bei der Abtragung der elastischen Energiedifferenz vor und nach dem Rißfortschritt haben diese Fehler nur einen kleinen Einfluß auf die Steigung der Ursprungsgerade, so daß hier der eventuell gemachte Fehler durch die Berücksichtigung der Trapezfläche BCDE nicht wesentlich ins Gewicht fällt.

Bei Polycarbonat scheint die Rißausbreitungsgeschwindigkeit im wesentlichen durch die Energiefreisetzungsrate bestimmt zu sein. Je mehr Energie zur Verfügung steht, desto höher

ist auch die Ausbreitungsgeschwindigkeit des Risses. Allein aus der Energiebetrachtung läßt sich die gesamte Geschwindigkeitscharakteristik allerdings nicht verstehen: Oberhalb einer Rißgeschwindigkeit von etwa $300 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ kommt es zu Fluktuationen der Ausbreitungsgeschwindigkeit die mit dem Auftreten von Wallner-Linien auf der Bruchfläche korrelieren. Auch der recht scharf begrenzte Bereich der überhöhten Rißgeschwindigkeit zu Beginn des Rißfortschritts und die konstante Ausbreitungsgeschwindigkeit im Anschluß daran ist allein aus der Betrachtung der Energiefreisetzungsrates nicht zu verstehen.

Ausgehend von den gezeigten Zusammenhängen zwischen der Energiefreisetzungsrates und der Bruchgeschwindigkeit kann man sich ein Modell des instabilen Bruchs bei PC überlegen. Da die Betrachtung der elastischen Eigenschaften der Probe allein zu keiner ausreichenden Erklärung der Rißgeschwindigkeitscharakteristik führt, sind wahrscheinlich Vorgänge an der Rißspitze ausschlaggebend, bei der die adiabatische Erwärmung eine große Rolle spielt.

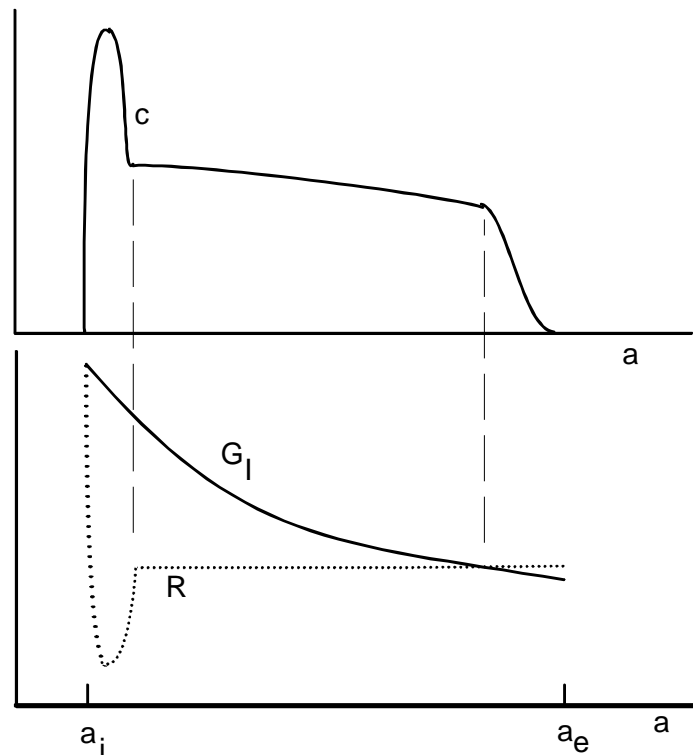


Abbildung 7.23: Illustration des Verlaufs von Bruchenergie R , Energiefreisetzungsrates G_I und Rißgeschwindigkeit c bei instabil laufendem Riß in PC bei 77 K.

Aufgrund von Orientierungen an der Rißspitze kommt es bei der Belastung der Probe zu einer Erhöhung der Rißzähigkeit. Läuft der Riß jetzt instabil los, so liegt die Energiefreisetzungsrates deutlich über der Bruchenergie des Bulk-Materials (siehe Abbildung 7.23). Da der Riß durch die hohe Energie zu Beginn des Rißfortschritts sehr schnell ist, ist trotz adiabatischer Erwärmung vor der Rißspitze die Orientierung der Moleküle behindert.

Mit fallendem G_I wird der Riß langsamer und die Orientierung der Moleküle an der Rißspitze gewinnt zunehmend an Bedeutung. Schließlich setzt diese Wirkung ein, was einen drastischen Fall der Rißgeschwindigkeit zur Folge hat: c geht über in den Plateau-Bereich.

Die kinetische Energie des Risses speist sich aus der Differenz zwischen G_I und R . Durch die Orientierungsvorgänge an der Rißspitze scheint diese Energiedifferenz weitgehend aufgebraucht zu werden, so daß dem Riß keine überschüssige Energie zur Verfügung steht, um weiter zu beschleunigen und c bleibt weitgehend konstant. Bei einer bestimmten Rißlänge übersteigt R die Energiefreisetzungsrates. Aufgrund der noch vorhandenen kinetischen Energie läuft der Riß noch eine kurze Strecke weiter und stoppt schließlich bei der Rißlänge a_e .

7.2 Rißgeschwindigkeit in PMMA

PMMA bricht in der vorliegenden Geometrie im Temperaturbereich von 77 bis 200 K instabil. Auf eine Variation der Rißöffnungsgeschwindigkeit wurde verzichtet, da sich bei den Messungen der Rißzähigkeit keine Abhängigkeit von diesem Parameter ergeben hat.

7.2.1 Rißgeschwindigkeit bei 77 K

In Abbildung 7.24 ist die Rißgeschwindigkeit während des Initialrisses in PMMA bei 77 K gezeigt. Zunächst fällt auf, daß die für PC typische Überhöhung der Rißgeschwindigkeit auf den ersten Millimetern des instabilen Risses nicht auftritt. Statt dessen wird ohne deutliche Beschleunigungsphase eine relativ konstante Rißgeschwindigkeit von ca. $200 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ erreicht, die dann auf einer Strecke von etwa 10 mm beibehalten wird. Bei $a = 25 \text{ mm}$ sinkt die Rißgeschwindigkeit ab und der Riß stoppt schließlich.

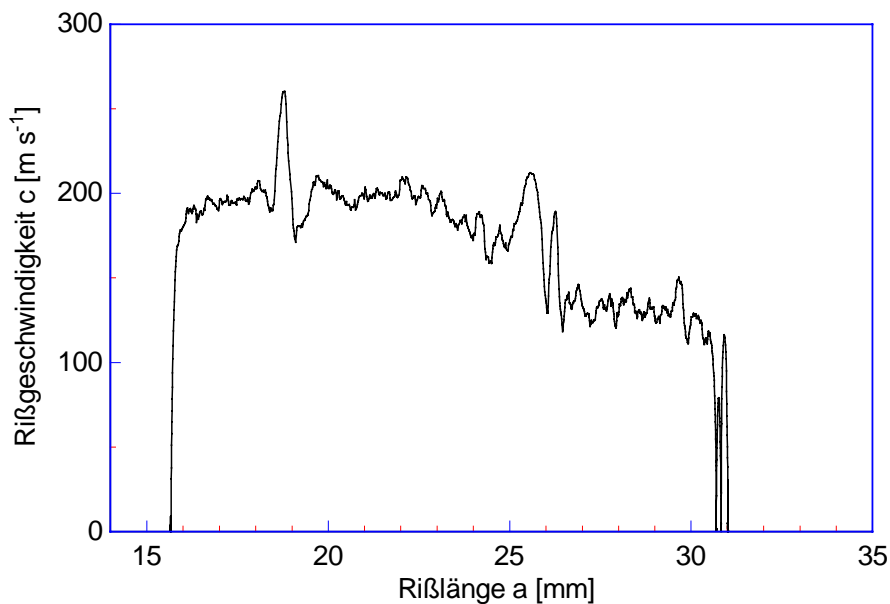


Abbildung 7.24: Rißgeschwindigkeit von PMMA nach Initialriß. Messung bei 77 K. Der Ausschlag bei $a = 19 \text{ mm}$ könnte wieder auf die Überlagerung einer reflektierten Schallwelle mit der Rißfront zurückzuführen sein, ebenso die beiden Spitzen bei $a = 26 \text{ mm}$.

Eine Besonderheit bietet der Rißstopp von PMMA: Der Riß stoppt im allgemeinen nicht sofort, sondern zeigt vor dem endgültigen Halt mehrere kleinen Rißfortschritte. Zwischen diesen verharrt die Rißspitze einige Mikrosekunden bei konstanter Rißlänge. In Abbildung 7.25 ist die in Abbildung 7.24 gezeigte Messung nochmals dargestellt. Die kurzzeitigen Rißstopps am Ende des Rißfortschritts sind deutlich zu sehen.

Dieses „stop-and-go“-Verhalten konnte an vielen PMMA-Proben beobachtet werden. In Abbildung 7.26 sind die Aufzeichnungsdaten des Transientenrekorders beim Rißstopp in PMMA dargestellt. Es wird deutlich, daß die Rißspitze für die Dauer von 5 bis $10 \mu\text{s}$ keinerlei Fortschritt zeigt und es sich nicht nur um Schwankungen der Rißausbreitungsgeschwindigkeit handelt.

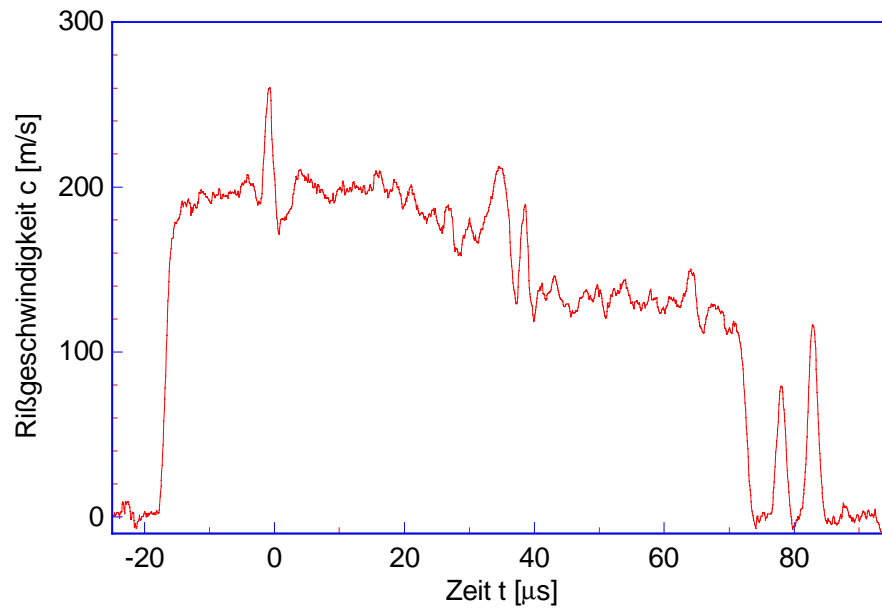


Abbildung 7.25: Rißgeschwindigkeit während des Initialrisses in PMMA bei 77 K. Es ist dieselbe Messung wie in Abbildung 7.24 dargestellt, diesmal allerdings c als Funktion der Zeit.

Die einzelnen „kurzen“ Rißstopps können auch auf der Bruchfläche beobachtet werden. Es bildet sich bei jedem Halt eine feine Markierung auf der gesamten Probenbreite aus. Damit ist klar, daß der Riß durchgehend zum Stillstand kommt und nicht nur auf einer Seite der Probe. Abbildung 7.27 zeigt eine Photographie solch feiner Arrestlinien. Sie verlaufen fast perfekt parallel zur späteren endgültigen Arrestlinie. Dieses „stop-and-go“-Verhalten trat bei allen Temperaturen in PMMA auf.

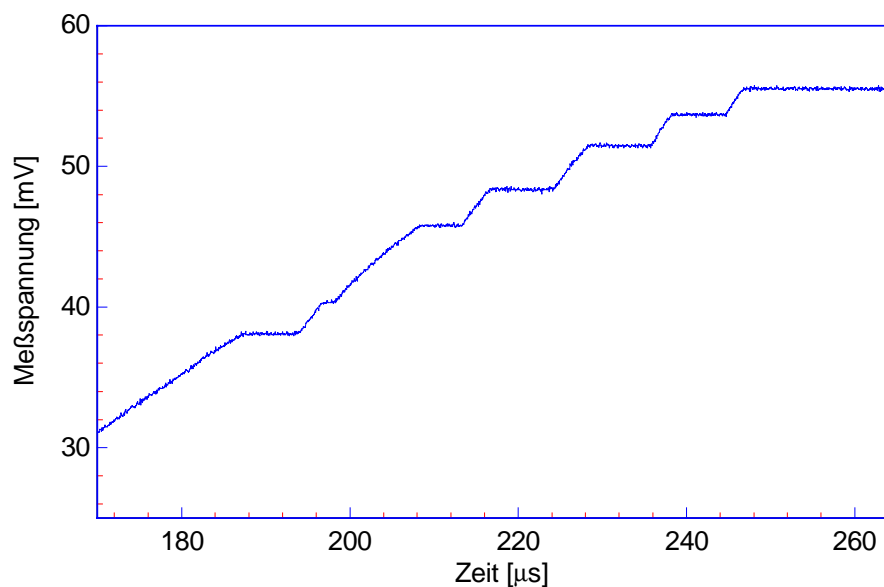


Abbildung 7.26: Ausschnitt aus den unbearbeiteten Aufzeichnungsdaten des Transientenrekorders beim Rißstopp in PMMA. Messung bei 77 K.

Im Gegensatz zu PC ist die Bruchfläche von PMMA recht strukturlos. Unter dem Elektronenmikroskop, wo hauptsächlich Höhenunterschiede der Oberfläche erkennbar sind, konnten praktisch keine brauchbaren Aufnahmen gemacht werden. Nur im spiegelnden Licht werden die Strukturen im Bereich der Arrestlinie deutlich.

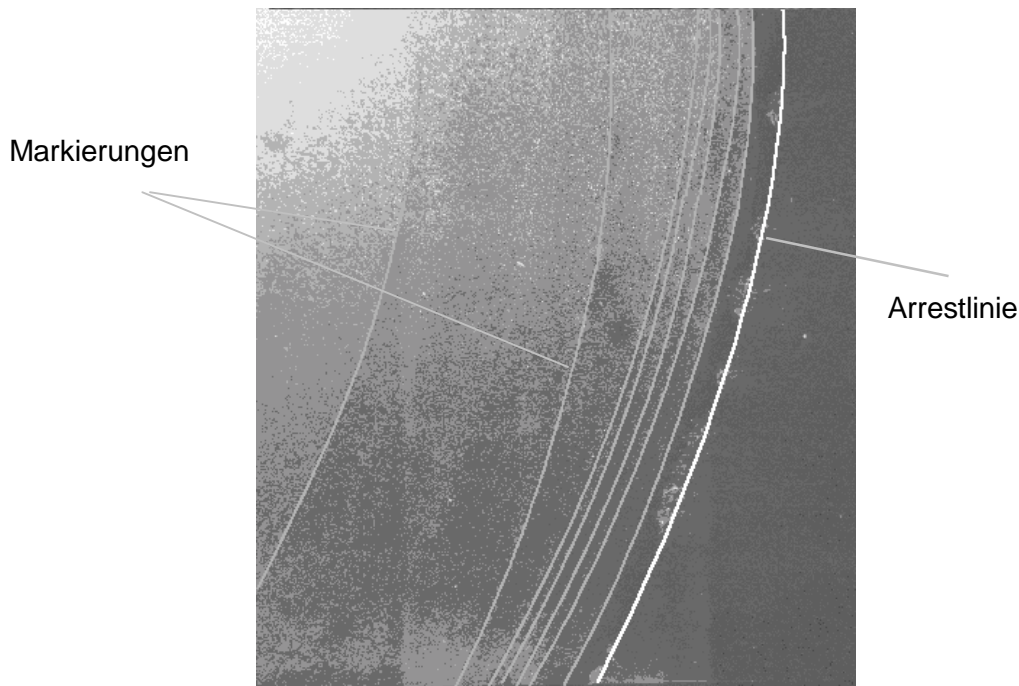


Abbildung 7.27: Photographie der Arrestlinie und der Markierungen, die sich aufgrund der kurzen Rißstopps bilden. Der Übersichtlichkeit halber sind die Linien auf dem Photo nachbearbeitet. Der Riß lief von links nach rechts. Messung an PMMA bei 77 K.

Darüber hinaus können keine Strukturen auf der Bruchfläche gefunden werden, die eindeutig mit der Rißgeschwindigkeit korrelieren. PMMA bricht sehr spröde und zeigt keinerlei Anzeichen dafür, daß im Bereich der Rißspitze Crazes auftreten oder eine deutliche Orientierung der Moleküle stattfindet.

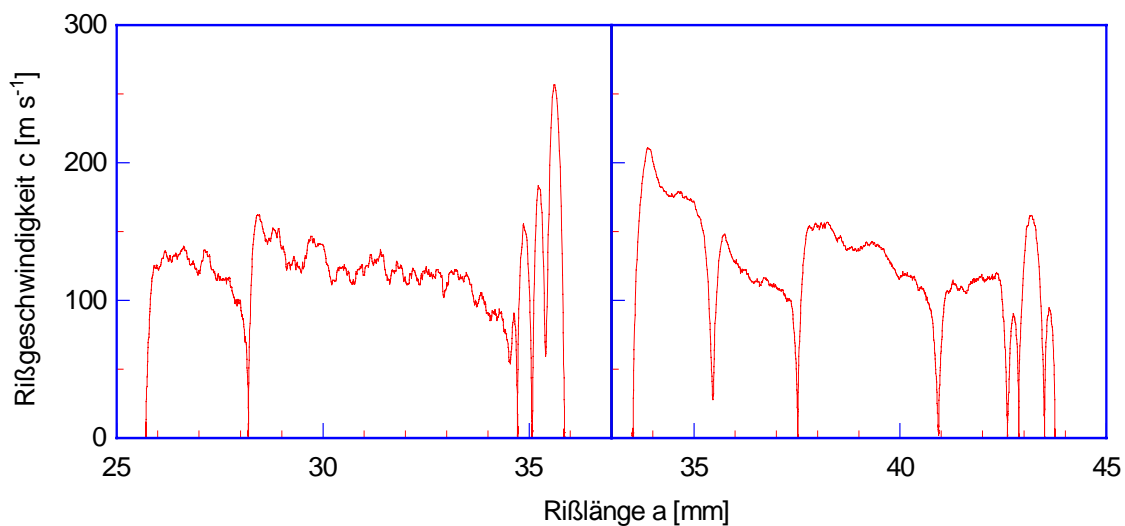


Abbildung 7.28: Rißgeschwindigkeit nach materialspezifischem Anriß in PMMA. Messung bei 77 K.

Abbildung 7.28 zeigt zwei Rißfortschritte nach materialspezifischem Anriß, die bei 77 K aufgenommen wurden. Es fällt auf, daß es nicht einen großen Rißfortschritt und eventuell kleine Stopps zum Ende des Rißfortschritts hin gab. Der Riß stoppt bereits kurz nach der Rißinitiierung und noch mehrmals im weiteren Verlauf, ehe er zum Stillstand kommt. Die Rißgeschwindigkeit ist im Durchschnitt sehr gering und lag nur bei etwa 130 m s^{-1} .

Im großen und ganzen ergibt sich aber dieselbe Charakteristik wie beim Rißfortschritt nach der Initialbelastung: keine oder nur eine geringe Überhöhung der Rißgeschwindigkeit zu Be-

ginn des Rißfortschritts und kein weiterer Anstieg der Geschwindigkeit im weiteren Verlauf. Es bestätigt sich die Beobachtung an PC, daß die Form der Kerbe bzw. des Anrisses den Rißfortschritt – wenn überhaupt – nur auf einer sehr kurzen Strecke beeinflusst.

7.2.2 Rißgeschwindigkeit bei höheren Temperaturen

Bei PMMA findet der Übergang von instabiler zu stabiler Rißausbreitung bei etwa 200 K statt, so daß ausgehend von 77 K bis zu dieser Temperatur Messungen der instabilen Rißausbreitungsgeschwindigkeit durchgeführt werden konnten.

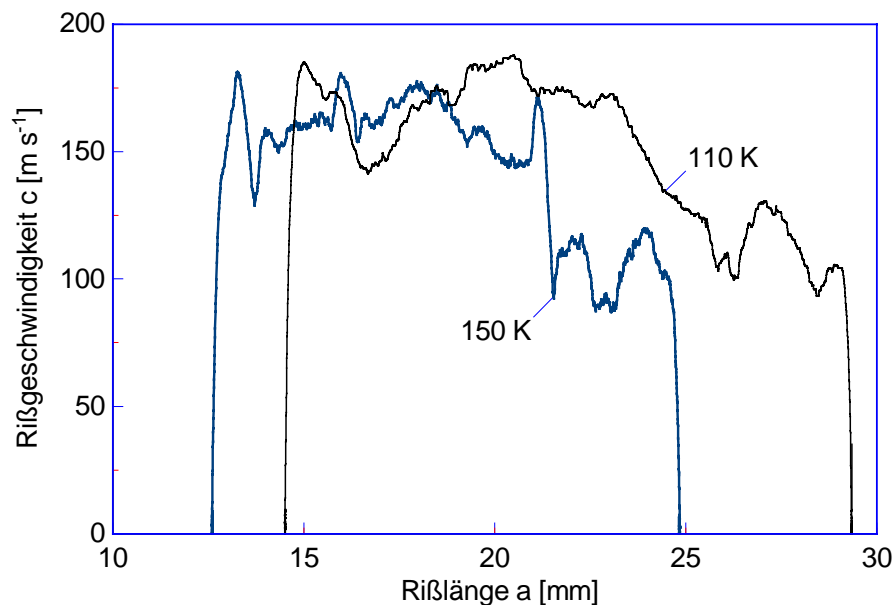


Abbildung 7.29: Rißgeschwindigkeit nach Initialriß bei 110 und 150 K. Messung an PMMA.

Abbildung 7.29 zeigt je eine Messungen der Rißgeschwindigkeit nach Initialriß bei 110 und 150 K. Es zeigt sich eine erstaunlich gut übereinstimmende Charakteristik. Die Geschwindigkeit unterteilt sich hier, ebenso wie die Messung in Abbildung 7.24 zwei Geschwindigkeitsbereiche. Die ersten 9 mm legte der Riß mit einer durchschnittlichen Geschwindigkeit von etwa $170 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ zurück, die restliche Länge des Rißfortschritts nur mit etwa $110 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Dies ist nur unwesentlich weniger als die Geschwindigkeiten, die bei einer Meßtemperatur von 77 K auftreten.

Zur Übersicht ist in der Abbildung 7.30 die Rißgeschwindigkeit bei vier verschiedenen Temperaturen abgetragen. Es fällt auf, daß die Rißgeschwindigkeit kaum mit der Temperatur variiert. Bei 77 K beträgt sie – sofern ein Plateau der Rißgeschwindigkeit erreicht wird – etwa $200 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, bei 110 und 150 K ist sie etwas geringer und bei 190 K werden Geschwindigkeiten erreicht, die in etwa der bei 77 K entsprechen.

Bereits weiter oben wurde gezeigt, daß PMMA bei 77 K kurze Rißstopps aufweisen kann (siehe Abbildung 7.28). Dieser Effekt tritt mit zunehmender Temperatur seltener auf, wenn er auch nicht ganz verschwindet.

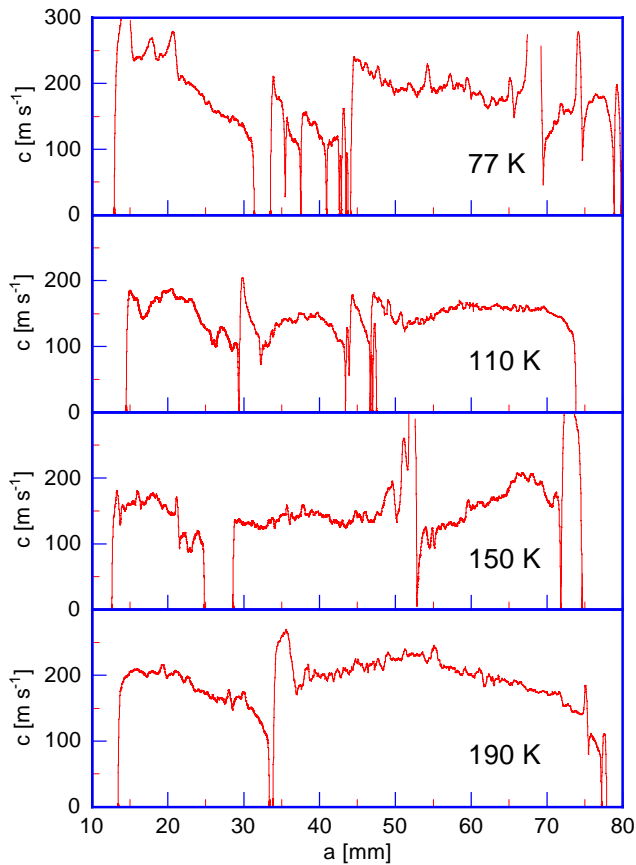


Abbildung 7.30: Rißgeschwindigkeit bei verschiedenen Temperaturen. Messung an PMMA.

7.2.3 Rißgeschwindigkeit und Bruchparameter

PMMA weist ähnliche Abhängigkeiten der Bruchparameter von der Rißgeschwindigkeit auf wie PC. Auch hier scheint die Bruchenergie weitgehend unabhängig von der Rißgeschwindigkeit zu sein, da die Rißfortschrittswänge eine einfache Funktion der dabei freigesetzten Energie ist. Abbildung 7.31 legt diesen Schluß nahe, wenn auch – besonders bei kleinen Rißlängen – deutliche Abweichungen vom linearen Verlauf auftreten.

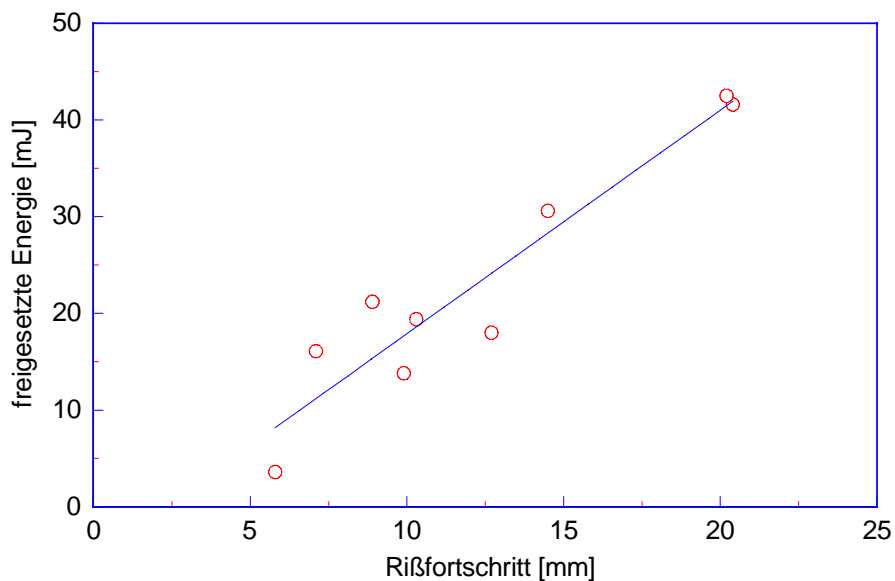


Abbildung 7.31: freigesetzte Energie beim Rißfortschritt als Funktion der Rißfortschrittswänge. Messung an PMMA bei 77 K.

Die Ausbreitungsgeschwindigkeit zeigt in PMMA im allgemeinen keine Überhöhung nach der Rißinitiierung. Gelegentlich kam dies aber vor, was dann – wie bei PC – mit einer erhöhten Rißzähigkeit einhergeht. Abbildung 7.32 zeigt die entsprechenden Meßpunkte.

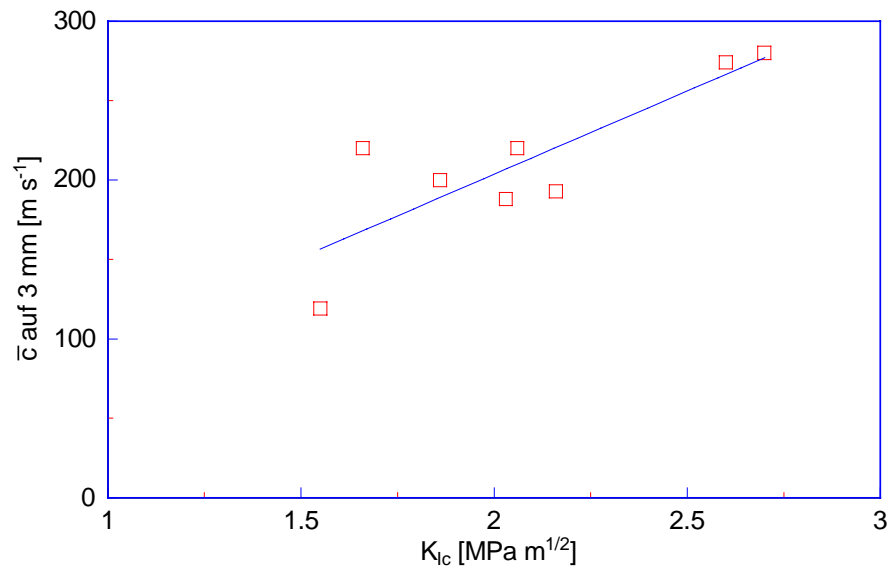


Abbildung 7.32: Mittlere Rißausbreitungsgeschwindigkeit auf den ersten 3 mm als Funktion der Rißzähigkeit. Messung an PMMA bei 77 K.

Bei PMMA spielt die Orientierung der Moleküle an der Rißspitze eine weit geringere Rolle als bei PC und so erhöht sich die Rißzähigkeit auch nur wenig bei der Belastung über den Bulk-Wert. Dem entsprechend kann man auch nur selten eine Überhöhung der Rißgeschwindigkeit zu Beginn des Rißfortschritts feststellen.

Adiabatische Verhältnisse an der Rißspitze scheinen auch hier die Rißgeschwindigkeit zu bestimmen. Anders ist es kaum zu erklären, daß auch bei PMMA die Rißgeschwindigkeit über weite Strecken konstant ist, obwohl sich die Energiefreisetzungsrates fortlaufend ändert. Wenn die Differenz zwischen Energiefreisetzungsrates und Bruchenergie im wesentlichen die Rißgeschwindigkeit bestimmen würde, müßte bei einer konstanten Bruchenergie die Rißgeschwindigkeit über die gesamte Rißstrecke kontinuierlich abnehmen, was aber nie beobachtet wurde. Dies läßt nur den Schluß zu, daß Vorgänge an der Rißspitze die freiwerdende elastische Energie derart dissipieren, daß es zu keiner weiteren Beschleunigung des Risses kommt.

7.3 Rißgeschwindigkeit in PA12

Beim teilkristallinen Polymer PA12 waren die Rißgeschwindigkeitsmessungen nur unter großen Schwierigkeiten möglich. Die Proben zerbrechen bei 77 K meist in mehrere Teile und der Riß stoppt selten. Deshalb sind nur wenige Messungen an diesem Material gelungen.

Abbildung 7.33 zeigt den Geschwindigkeitsverlauf als Funktion der Zeit bei einem Initialriß. Es ergibt sich ein ganz anderes Verhalten als bei PC oder PMMA. Der Riß breitet sich zu Beginn sehr schnell aus und erreicht eine Spitzengeschwindigkeit von fast $1000 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Nach ca. 4 mm Rißfortschritt stoppte er für etwa $10 \mu\text{s}$. Anschließend lief der Riß mit starken Fluktuationen weiter, wobei im Mittel eine recht hohe Rißgeschwindigkeit von etwa $400 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ erreicht wird.

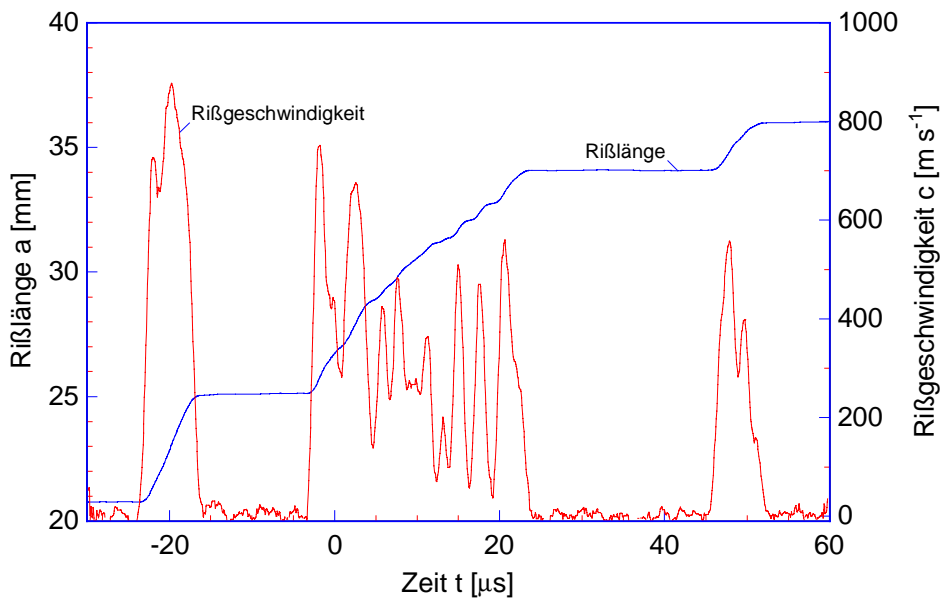


Abbildung 7.33: Rißgeschwindigkeit in PA12 bei 77 K. Es ist ein Initialriß gezeigt.

In Abbildung 7.34 ist dieselbe Messung wie in Abbildung 7.33 gezeigt, nur ist diesmal die Rißgeschwindigkeit als Funktion der Rißlänge abgetragen. Die starken Fluktuationen sind deutlich zu erkennen.

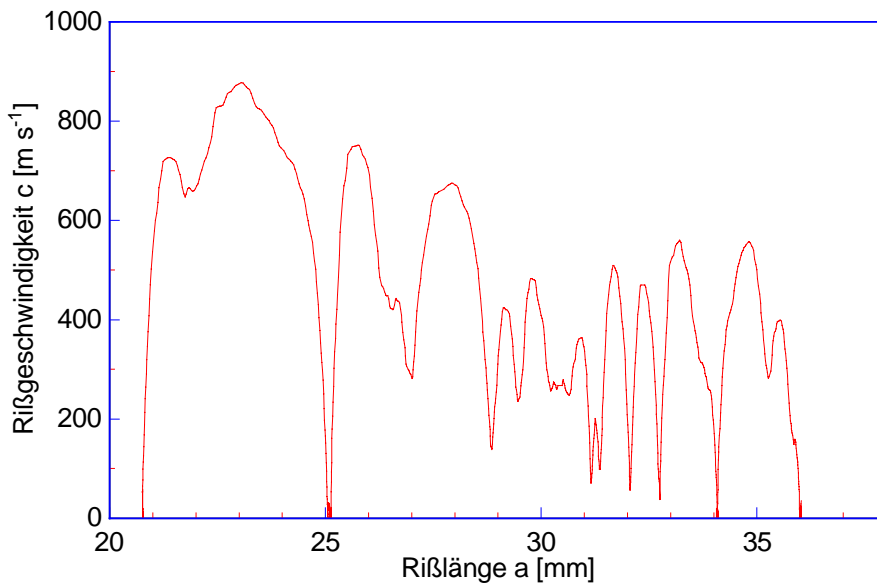


Abbildung 7.34: Rißgeschwindigkeit als Funktion der Rißlänge in PA12. Messung bei 77 K in He-Atmosphäre.

Bei materialspezifischem Anriß ergibt sich ein ähnliches Bild, allerdings sind die Schwankungen der Rißausbreitungsgeschwindigkeit kurzzeitiger und treten zum Ende der Probe hin gehäuft auf. Abbildung 7.35 zeigt ein Beispiel dafür.

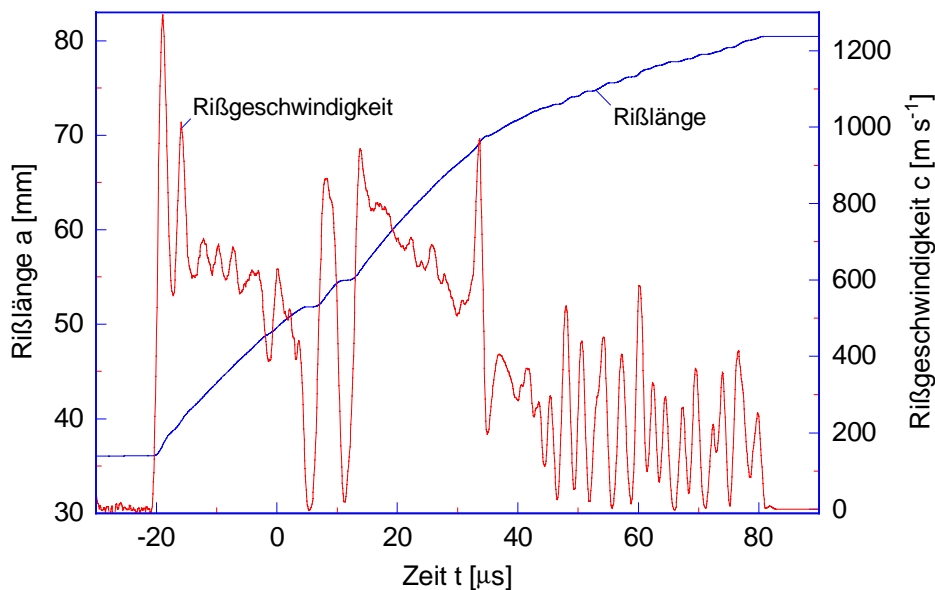


Abbildung 7.35: Rißlänge und Rißgeschwindigkeit als Funktion der Zeit bei instabilem Rißfortschritt in PA12 nach materialspezifischem Anriß. Messung bei 77 K.

Die Ergebnisse konnten recht gut reproduziert werden. Zum Vergleich zeigt Abbildung 7.36 eine weitere Messung an PA12 bei 77 K. Auch hier fällt wieder die hohe Rißgeschwindigkeit auf. Beim ersten Rißfortschritt ergab sich im Schnitt – trotz der häufigen Rißstopps – eine Rißausbreitungsgeschwindigkeit von etwa $500 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, mehr als in jedem anderen untersuchten Polymer.

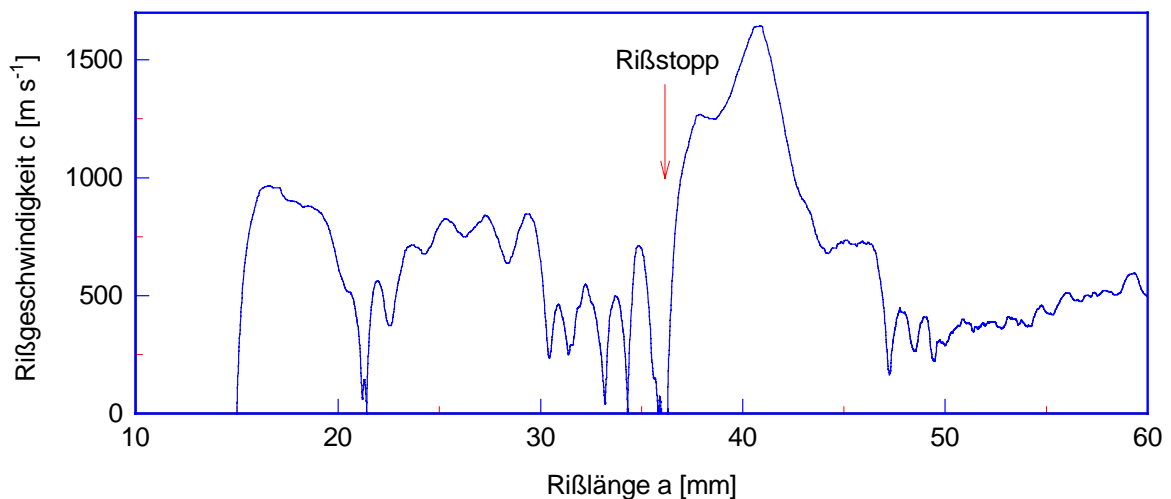


Abbildung 7.36: Weitere Messung der Rißgeschwindigkeit in PA12 bei 77 K. Es ergab sich ein Rißstopp bei etwa $a = 36 \text{ mm}$.

PA12 bricht bei tiefen Temperaturen typisch duktil und weist im Bereich unmittelbar nach der Rißinitiierung sehr starke Zerklüftungen auf der Bruchfläche auf. Abbildung 7.37 zeigt die REM-Aufnahme einer Arrestlinie.

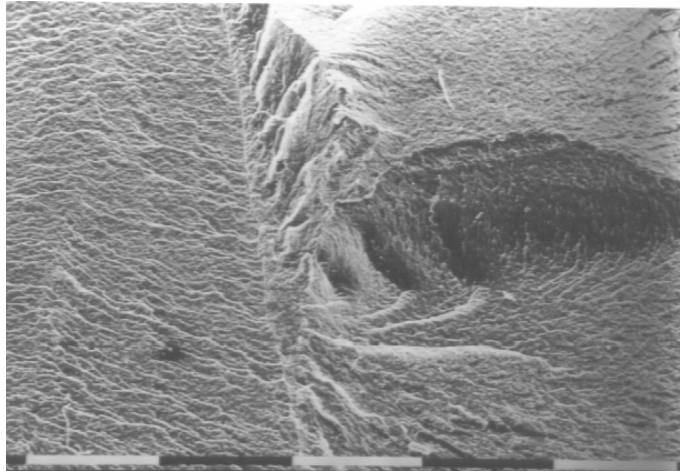


Abbildung 7.37: Arrestlinie von PA12, das bei 77 K gebrochen wurde. Ein Teilstrich des schwarz-weien Balkens entspricht 1 mm. Der Ri lief von links nach rechts.

Obwohl PA12 bei 77 K mit 6,7 GPa einen ganz hnlichen E-Modul aufweist wie PMMA mit 7,8 GPa, brechen beide Polymere vllig unterschiedlich. Das Riverhalten kann also nicht nur durch die elastischen Eigenschaften des polymeren Festkrpers gegeben sein, sondern die genaue Charakteristik lt sich wohl nur durch Betrachtung der Vorgnge an der Rispitze verstehen.

Schon die Bruchflche von PA12 zeigt, da es typisch duktil bricht, also auch bei 77 K noch groe plastische Verformungen zult. Es kommt deshalb wohl zu starken Orientierungen der Molekle an der Rispitze, die entsprechend dem in Abschnitt 7.1.6 vorgestellten Modell die Bruchenergie erhhen und so die Rigeschwindigkeit vermindern. Bemerkenswert ist, da der Ri nach der Initialbelastung – obwohl viel kinetische und elastische Energie zur Verfgung steht – fr einige μs vllstndig zum Stillstand kommt, ehe er sich weiter ausbreitet. Danach scheint es ein kompliziertes Wechselspiel zwischen Energiefreisetzungsrates und Bruchenergie zu geben.

7.4 Rißgeschwindigkeit in PTFE

PTFE zerbricht im Gegensatz zu PA12 bei allen durchgeführten Experimenten genau in der vorgesehenen Rißebe, wobei zwei bis vier Rißstopps auftraten. Abbildung 7.38 zeigt eine Geschwindigkeitsmessung beim Initialriß.

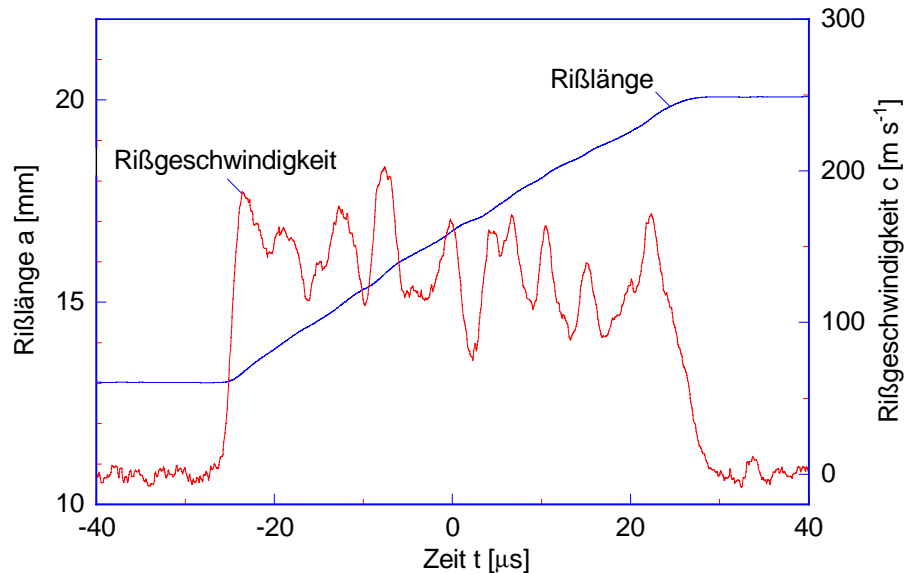


Abbildung 7.38: Rißlänge und Rißgeschwindigkeit als Funktion der Zeit in PTFE. Messung bei 77 K in He-Atmosphäre.

Zunächst fällt auf, daß die Rißausbreitungsgeschwindigkeit recht klein ist, im Mittel nur etwa $150 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ und es treten periodische Schwankungen auf. In Abbildung 7.39 ist die Rißausbreitungsgeschwindigkeit als Funktion der Rißlänge bei allen gemessenen Rißfortschritten gezeigt. Bei den Messungen nach materialspezifischem Anriß ergibt sich unmittelbar nach der Rißinitiierung auf einer sehr kurzen Strecke eine deutlich erhöhte Rißgeschwindigkeit.

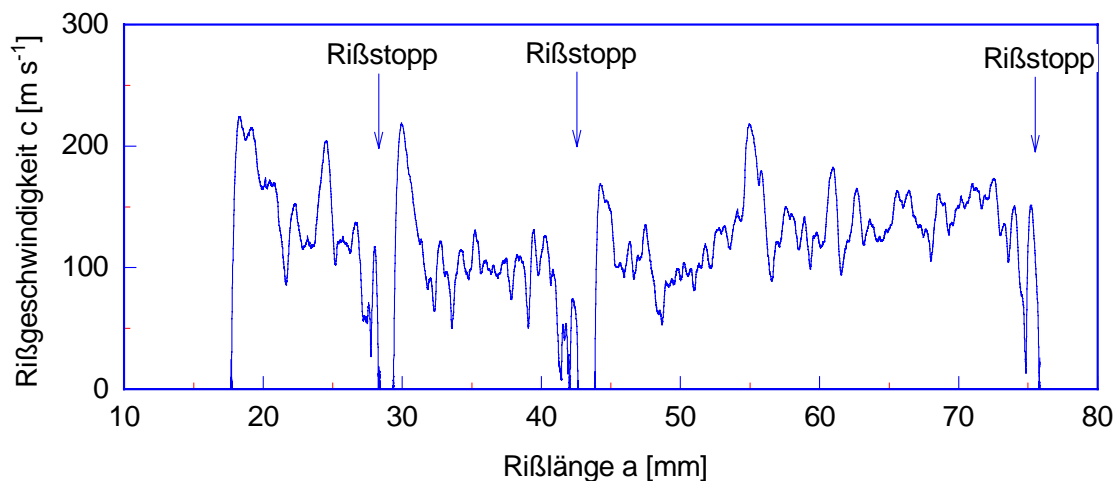


Abbildung 7.39: Messung Rißgeschwindigkeit in PTFE bei 77 K. Der Initialriß wurde im Experiment nicht aufgezeichnet.

Ähnlich wie bei den Experimenten an PMMA und PC ist die Rißgeschwindigkeit – nach einem „Anfangs-Peak“ – relativ konstant, wobei größere und kleinere Schwankungen überlagert sind. Die absolute Geschwindigkeit liegt mit 100 bis $150 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ deutlich niedriger als beim anderen untersuchten teilkristallinen Polymer PA12.

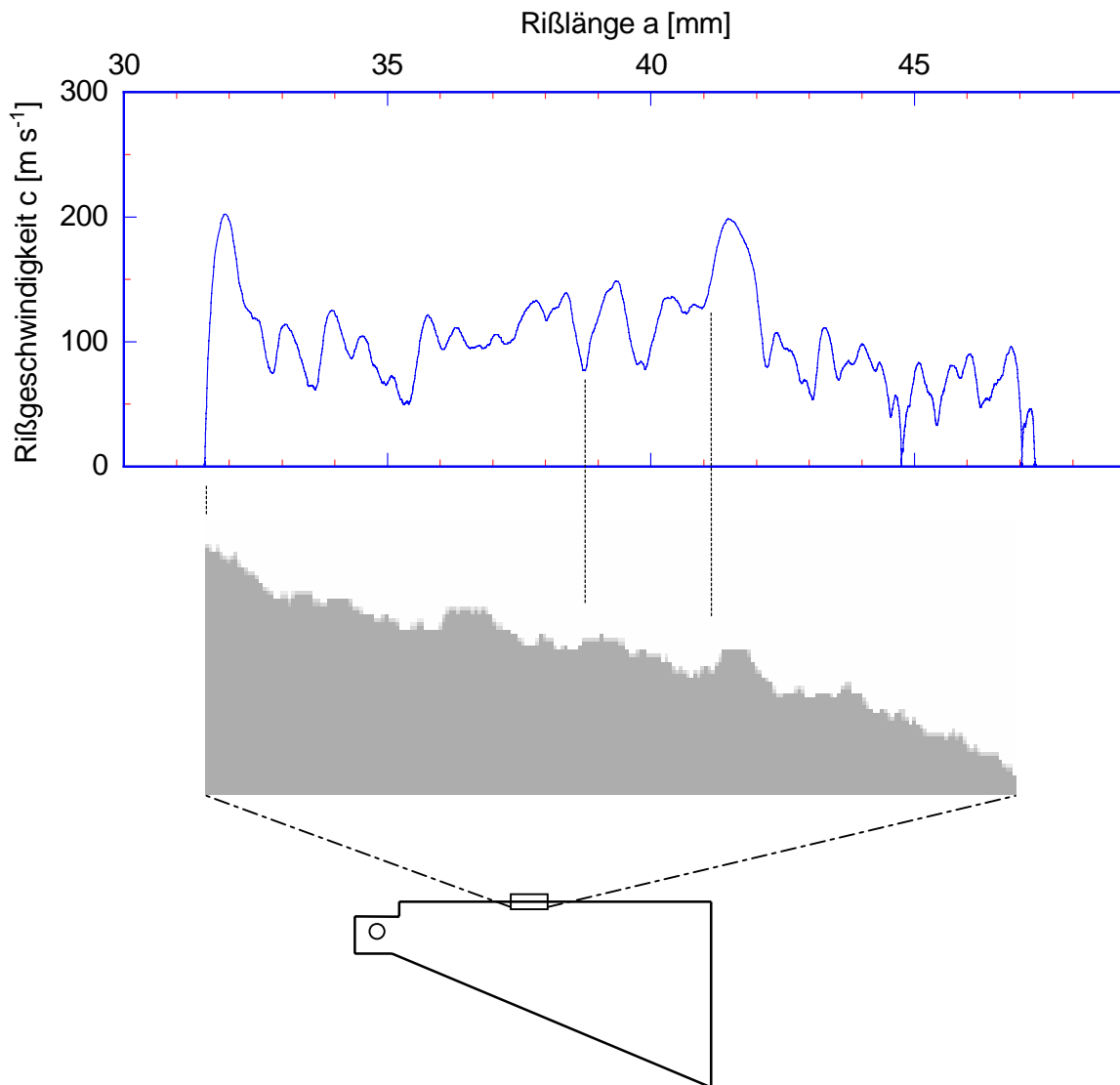


Abbildung 7.40: Vergleich des Randprofils mit dem Geschwindigkeitsverlauf. An einigen markanten Stellen verdeutlichen gestrichelte Linien die Korrelation.

Abbildung 7.40 zeigt eine Vergrößerung der Bruchflächen-Randkontur und den zugehörigen Verlauf der Rißgeschwindigkeit. An einigen markanten Stellen korrelieren beide Größen recht gut, d. h., daß eine starke Geschwindigkeitsfluktuation einher geht mit einer größeren Ausbuchtung der Randkontur. Eine exakte Übereinstimmung besteht jedoch nicht. Es ist in diesem Experiment schwer zu trennen, welche Geschwindigkeitsfluktuationen wirklich auf Änderungen der Rißgeschwindigkeit und welche lediglich auf einen Richtungswechsel des Risses zurückzuführen sind.

7.5 Vergleich der Polymere

In den vorhergehenden Abschnitten wurde gezeigt, daß die Rißgeschwindigkeit in allen untersuchten Polymeren höchst unterschiedliche Charakteristiken aufweist. Abbildung 7.41 zeigt noch einmal den schematischen Verlauf aller untersuchten Polymere bei 77 K.

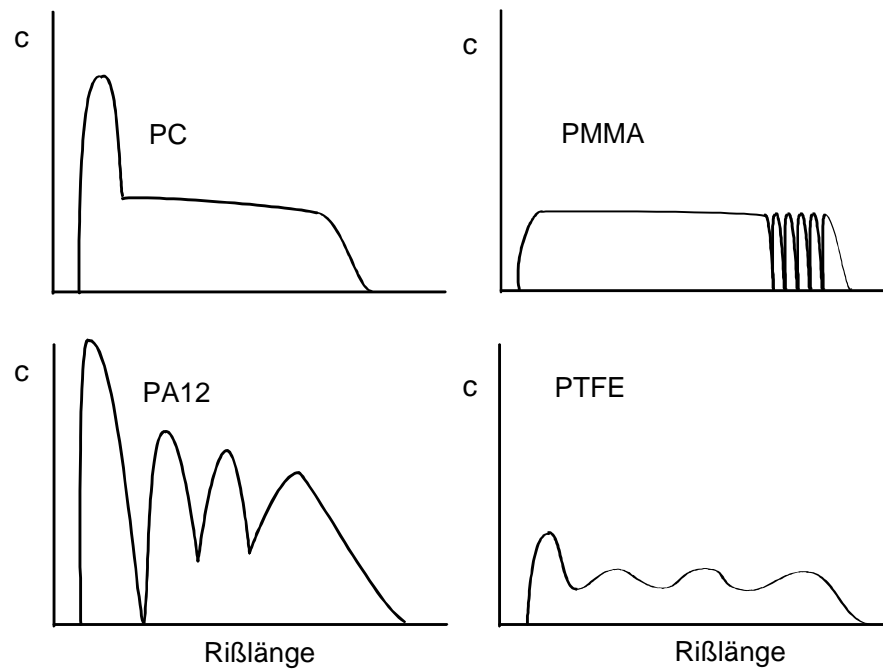


Abbildung 7.41: Schematischer Verlauf der Rißgeschwindigkeit als Funktion der Rißlänge bei 77 K. Die Geschwindigkeiten sind im Verhältnis zueinander in etwa maßstabsgerecht.

Betrachtet man die völlig unterschiedlichen Charakteristika der Geschwindigkeitsverläufe so wird klar, daß es nicht ohne weiteres möglich ist, eine universelle Theorie der Rißgeschwindigkeit in Polymeren herzuleiten. Obwohl sich die Polymere hinsichtlich ihrer elastischen Eigenschaften, also des E - bzw. G -Moduls, nicht wesentlich unterscheiden, zeigen sie doch äußerst unterschiedliches Verhalten, sowohl was die Absolutgeschwindigkeit als auch den Verlauf angeht.

Um die Rißgeschwindigkeitscharakteristik vollständig verstehen zu können, muß die Morphologie der einzelnen Polymere berücksichtigt werden. Es scheint aussichtslos, nur aufgrund des gesamten elastischen Verhaltens oder von Betrachtungen aus der Molekulardynamik allgemeine Grundsätze ableiten zu wollen. Zwar kann man für einzelne Polymere und für bestimmte Temperaturen und experimentelle Aufbauten gute Theorien finden, wie z. B. Marder und Bergkvist gezeigt haben. Werden diese Modelle auf andere Aufbauten und Polymere übertragen, so ergeben sich meist keine brauchbaren Ergebnisse mehr.

Aufgrund der Orientierungsvorgänge der Polymere an der Rißspitze ist es zu verstehen, daß die Energiefreisetzungsrate zu Beginn des Rißfortschritts deutlich über der Bruchenergie des nicht orientierten Materials liegt. Dies bewirkt eine zum Teil starke Überhöhung der Rißgeschwindigkeit zu Beginn der Rißausbreitung. Außer PMMA zeigen alle untersuchten Polymere dieses Verhalten. Warum die Rißgeschwindigkeit nach diesem erhöhten Bereich über größere Rißstrecken praktisch konstant bleibt, kann man nicht einfach aus der Differenz zwischen Energiefreisetzungsrate und Bruchenergie erklären.

Dear zeigte beispielsweise, daß die durchschnittliche Rißgeschwindigkeit in einer Kunststoffplatte unter Mode I-Belastung eine Funktion der elastischen Energie in der Probe ist (siehe Abbildung 7.42) [Dear, 1996]. Bei dieser wie auch bei vielen anderen Messungen [Fineberg et al., 1992; Bergkvist, 1973] nimmt im Gegensatz zu den Flügelproben die Energiefreisetzungsrate mit der Rißlänge nicht ab, sondern zu, und bleibt während des gesamten Rißfortschritts über dem kritischen Wert G_{Ic} . Es ist nicht überraschend, daß deshalb ganz andere Mechanismen wirksam werden als bei Bruchvorgängen, bei denen sich G_I und R immer weiter einander annähern.

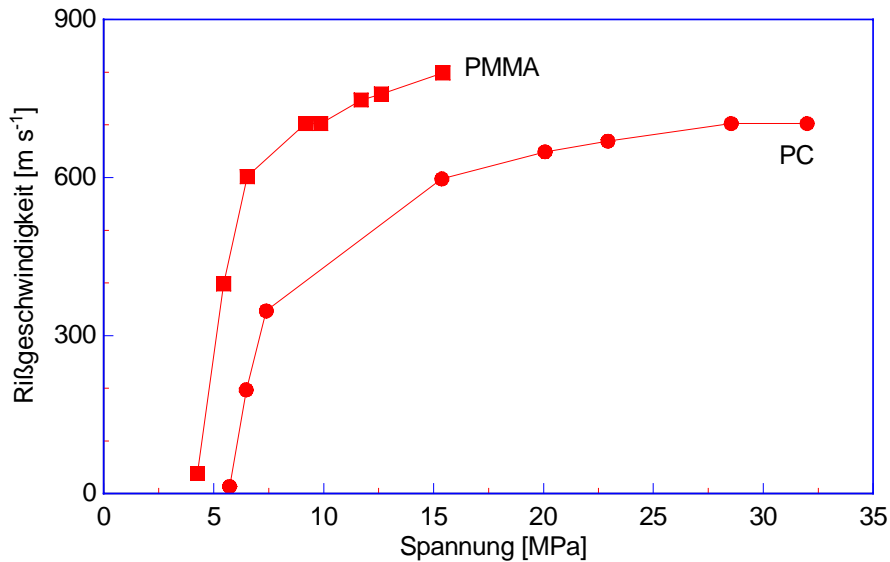


Abbildung 7.42: Mittlere Rißgeschwindigkeit in 3 mm dicken Platten aus PC und PMMA als Funktion der angelegten Spannung. Die Messung erfolgte in Mode I-Belastung bei Raumtemperatur [nach Dear, 1996].

Anhand der Messungen an PC läßt sich – sehr schematisch – folgender Zusammenhang zwischen der Überschußenergie ($G_I - R$) und der Rißgeschwindigkeit skizzieren (Abbildung 7.43).

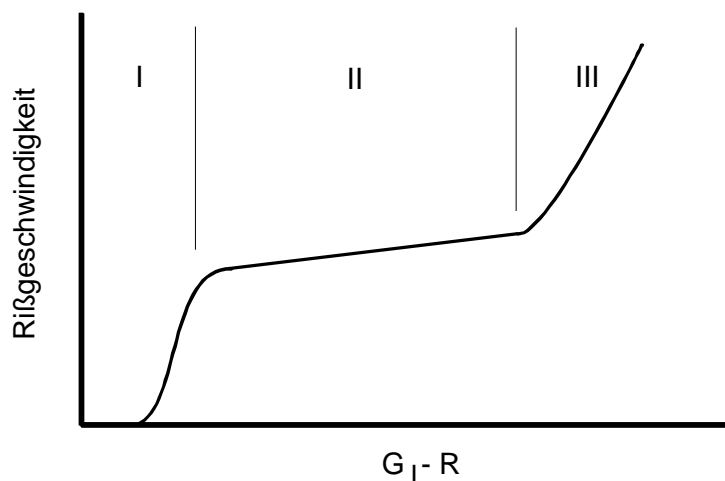


Abbildung 7.43: Schematischer Zusammenhang bei PC und PMMA (77 K) zwischen der mittleren Rißgeschwindigkeit und der Differenz zwischen G_I und der Bruchenergie R .

Dieser Zusammenhang scheint zumindest bei den glasartigen Polymeren PC und PMMA in etwa erfüllt zu sein, falls R näherungsweise eine Konstante ist. Bei PMMA scheint die Differenz zwischen G_I und R so klein zu bleiben, daß der Bereich des Anstiegs von c (III in Abbildung 7.43) bei den meisten Versuchen nicht erreicht wird und c somit fast durchgängig konstant bleibt.

Abbildung 7.44 zeigt zur weiteren Verdeutlichung die Rißgeschwindigkeit in PC bei 77 K bei verschiedenen Messungen gegen die aus den elastischen Verhältnissen der Probe berechnete Energiefreisetzungsrate. Diese ändert sich gemäß der Compliance-Funktion nach den in Kapitel 2 dargestellten Formeln. Es bestätigt sich der in Abbildung 7.43 skizzierte Verlauf.

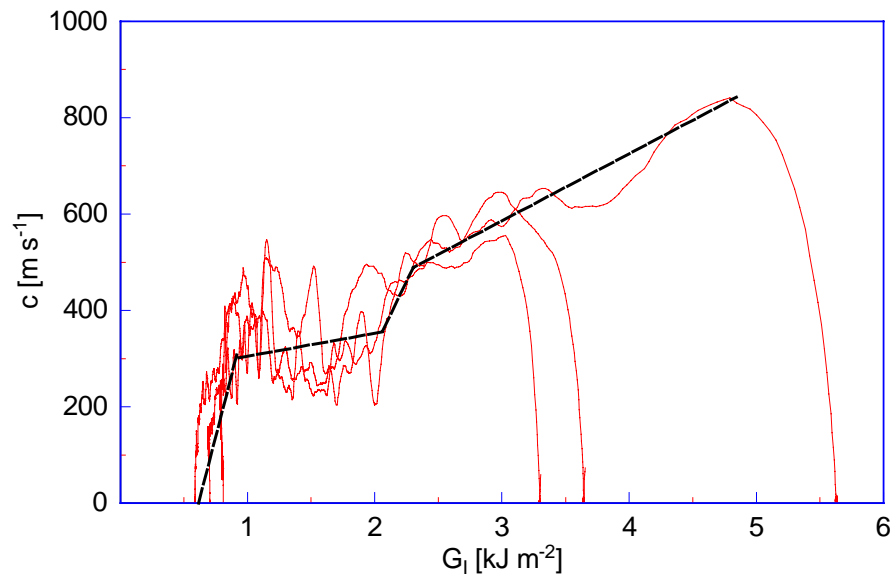


Abbildung 7.44: Rißgeschwindigkeit verschiedener Rißfortschritte in PC bei 77 K gegen die berechnete Energiefreisetzungsrage G_I .

Für die teilkristallinen Polymere läßt sich ein solcher Zusammenhang nicht mehr ohne weiteres zeichnen. PTFE scheint sich noch gut in obigen Verlauf einzufügen, bei PA12 versagt aber eine derartige Vereinfachung. Die adiabatischen Vorgänge an der Rißspitze scheinen hier das Verhalten zu dominieren und in einem komplizierten Wechselspiel mit der Rißgeschwindigkeit zu stehen.

8 Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es, die instabile Riausbreitungsgeschwindigkeit in Polymeren bei kryogenen Temperaturen zu messen. Dazu wurde eine neue Flgelprobe eingesetzt und ein entsprechender Meaufbau entwickelt. Es konnten Messungen an den amorphen Thermoplasten PMMA und PC und an den teilkristallinen Thermoplasten PTFE und PA12 durchgefhrt werden. In allen diesen Kunststoffen findet bei 77 K instabile Riausbreitung statt.

In vergleichenden Versuchen konnte gezeigt werden, da sich die Flgelproben ebenso zur Bestimmung von bruchmechanischen Kennwerten eignen wie die bereits bewhrten Chevron-Proben. Es war zwar nicht immer eine vllige bereinstimmung festzustellen, jedoch blieben die Unterschiede innerhalb der Megenauigkeit und Probenstreuung.

Mit Hilfe der verbesserten Zugapparatur und der jetzt wesentlich genaueren digitalen Datenaufzeichnung war es auch mglich, Unstimmigkeiten im Belastungsverhalten nach erfolgtem Anri von PMMA zu klren. Es stellte sich zweifelsfrei heraus, da unterkritisches Riwachstum in kleinen instabilen Rifortschritten vorliegt. Bei der Suche nach einer Ursache fr dieses nur manchmal auftretende Phnomen zeigte sich, da der Wassergehalt beim Bruchverhalten von PMMA einen bedeutenden Einflu hat. Insbesondere der Unterschied vom getrockneten, praktisch wasserfreien Zustand zu dem Wassergehalt, der sich bei Raumklima einstellt (etwa 0,3 %), bewirkt deutliche nderungen des Bruchverhaltens von Raumtemperatur bis 77 K.

Es war das Ziel der Rigeschwindigkeitsmessungen, diese bei einer fallenden Energiefreisetzungsrates zu bestimmen, um so das Ristopp-Verhalten untersuchen zu knnen. Bei den meisten Messungen, die sich in der Literatur finden, bleibt die Energiefreisetzungsrates stndig oberhalb des kritischen Wertes G_{Ic} , so da sehr viel berschuenergie zur Verfgung steht, um den Ri zu beschleunigen. Bei den hier durchgefhrten Messungen war dies grundstzlich verschieden: Der Ri erfhrt aufgrund der elastischen Verhltnisse whrend der Riausbreitung eine stndig sinkende Energiefreisetzungsrates. Die Riausbreitungsgeschwindigkeit unter diesen Bedingungen unterscheidet sich deshalb vllig von der bei sehr groen Energiefreisetzungsrates.

Polycarbonat weist unmittelbar nach Riinitiierung eine deutliche berhhung der Rigeschwindigkeit auf. Dieser Bereich korreliert sehr gut mit einer aufgerauhten Bruchflche. Es konnte gezeigt werden, da diese rauhen Bereiche aus Linien bestehen, die die typischen Eigenschaften von Wallner-Linien aufweisen. Sie werden offensichtlich durch eine hohe Ausbreitungsgeschwindigkeit des Risses initiiert. Es liegt nahe, da die schon oft beobachteten Instabilitten bei schneller Riausbreitung eine entscheidende Rolle dabei spielen [Marder u. Gross, 1995; Fineberg et al., 1991 u. 1992; Dll, 1973]: Sobald die Rigeschwindigkeit einen bestimmten Wert berschreitet, wird der Ri kurzzeitig aus der Riebene abgelenkt. Hierdurch werden verstrkt Schallwellen emittiert, die dann in berlagerung mit der Bruchfront zu den beobachteten Wallner-Linien fhren.

Die kinetische Energie des Risses und damit seine Geschwindigkeit hngt von der Differenz zwischen Energiefreisetzungsrates und Bruchenergie ab. Ausgehend von den gemachten Be-

obachtungen der Rißgeschwindigkeit konnte ein Zusammenhang zwischen dieser Differenz und der Rißgeschwindigkeit skizziert werden. Danach ist die adiabatische Erwärmung vor der Rißspitze dafür verantwortlich, daß die Rißausbreitungsgeschwindigkeit über einen großen Bereich unabhängig von der zur Verfügung stehenden Energie ist. Erst bei sehr großem Energieüberschuß, wie er in diesem Experiment nur bei Rißbeginn auftreten kann, erfolgt eine weitere Beschleunigung des Risses. Die elastischen Eigenschaften des Materials scheinen eine untergeordnete Rolle zu spielen.

Obwohl PMMA einen ganz ähnlichen E-Modul wie PC aufweist und ebenfalls zu den glasartigen Polymeren gehört, zeigt es ein deutlich verschiedenes Rißgeschwindigkeitsprofil. Die charakteristische Überhöhung der Rißgeschwindigkeit zu Beginn der Rißausbreitung entfällt hier meist völlig, und die Bruchfläche ist weitaus strukturloser als bei PC. Da bei PMMA instabile Rißausbreitung von 77 bis 200 K stattfindet war es möglich, auch die Änderungen des Rißgeschwindigkeitsprofils mit der Temperatur zu studieren. Anders als vielleicht erwartet ist jedoch keine signifikante Änderung der Rißausbreitung zu erkennen, obwohl sich der E-Modul in diesem Bereich von 7,8 auf 5,9 GPa verringert. Dies spricht für das bei PC diskutierte Modell, wonach die Rißgeschwindigkeit im vorliegenden Fall von den adiabatischen Verhältnissen an der Rißspitze dominiert wird. Wenn es zu einer beträchtlichen Erwärmung im Rißspitzenbereich von mehreren hundert Kelvin kommt, so ist es weitgehend ohne Belang, ob die Ausgangstemperatur des Polymers 77 oder 150 K beträgt.

Ein interessantes Phänomen, das das spröde Verhalten von Polymeren bei tiefen Temperaturen unterstreicht, ist der „stop-and-go“-Prozeß zum Ende des Rißfortschritts hin. Es tritt zwar nicht nur bei PMMA auf, war hier jedoch sehr ausgeprägt und gut zu beobachten. Die Geschwindigkeitsmessungen haben zweifelsfrei gezeigt, daß der Riß vor dem endgültigen Stopp mehrmals für einige Mikrosekunden anhält und dann wieder instabil anläuft.

Es ist also möglich, die beiden glasartigen Polymere PC und PMMA in nur einem Modell zu beschreiben. PA12 weist hingegen eine Rißgeschwindigkeitscharakteristik auf, die sich gänzlich von denen der glasartigen unterscheidet. Hier zeigt sich zu Beginn der Rißausbreitung ebenfalls eine starke Überhöhung der Geschwindigkeit, sogar in noch größeren Maße als bei PC. Durch die starke adiabatische Erwärmung vor der Rißspitze wird der Riß anschließend jedoch stark abgebremst und kann sogar kurzzeitig zum Stillstand kommen zu einem Zeitpunkt, bei dem noch sehr viel elastische Energie in der Probe gespeichert ist. Dieser Prozeß kann sich mehrmals wiederholen. Die durchschnittliche Rißausbreitungsgeschwindigkeit ist mit 400 bis 500 m·s⁻¹ sehr groß und liegt deutlich höher als in PMMA, obwohl dieses einen höheren E-Modul aufweist.

PTFE ähnelt in seiner Geschwindigkeitscharakteristik eher PMMA als PA12. Ohne eine größere Überhöhung bei Rißinitiierung geht die Rißgeschwindigkeit in ein Plateau über. Weitere Kennzeichen sind die relativ niedrige Ausbreitungsgeschwindigkeit von nur 150 m·s⁻¹ und periodische Schwankungen derselben. Durch Vergleich mit der Kontur der Bruchkante konnte gezeigt werden, daß die Rißausbreitungsgeschwindigkeit gut mit dieser korreliert und somit eine Folge der ständigen Richtungsänderungen des Risses sein dürften.

Es gibt bereits eine ganze Reihe von Arbeiten zur instabilen Rißausbreitungsgeschwindigkeit in Gläsern und glasartigen Polymeren. Zur theoretischen Beschreibung werden meist zwei verschiedene Ansätze gewählt: Entweder wird die Probe als ganzes mit Hilfe der Linear-elastischen Bruchmechanik betrachtet und Rechnungen aufgrund der elastischen Eigenschaften gemacht, oder es werden atomistische Modelle analytisch oder per Computersimulation berechnet. Aufgrund der rasant wachsenden Rechnerleistungen gibt es gerade auf dem Gebiet der Simulation in den letzten Jahren viele interessante Ergebnisse.

Allen Modellen ist gemeinsam, daß es nicht möglich ist, auf die unterschiedliche Struktur der Werkstoffe einzugehen. Innerhalb der kontinuumsmechanischen Modelle können nur sehr allgemeine Parameter wie der E-Modul als materialspezifische Größen eingesetzt werden. Die Morphologie von Polymeren auf einem Computer zu simulieren und darüber hinaus deren Bruchverhalten zu untersuchen, übersteigt die Leistungsfähigkeit heutiger Rechner noch bei weitem.

Die Messungen der Rißausbreitungsgeschwindigkeit in verschiedenen Polymeren bei gleicher Probengeometrie haben aber gezeigt, daß sie ein höchst unterschiedliches Bruchverhalten aufweisen. Es ist schwer vorstellbar, wie die völlig gegensätzlichen Geschwindigkeitsverläufe von PA12, PC, PTFE und PMMA mit nur einem Modell verstanden werden können. Die Konsequenz wäre, für jedes Polymer ein separates Modell anzupassen. Alle bisher existierenden universellen Erklärungsversuche können allenfalls Teilaspekte des Bruchverhaltens erklären, aber nicht die Dynamik eines instabil laufenden Risses in seiner ganzen Vielfalt.

Anhang A: Berechnung der Probenbeschaltung

Die Abbildung A.1 zeigt nochmals den Schaltplan der Beschaltung, die den Probenwiderstand R_P in eine Spannung umsetzt. Durch Anwendung der Maschen- und Knotenregeln ist die Schaltung vollständig bestimmt und es ergibt sich ein lineares Gleichungssystem (LGS), das einfach gelöst werden kann.

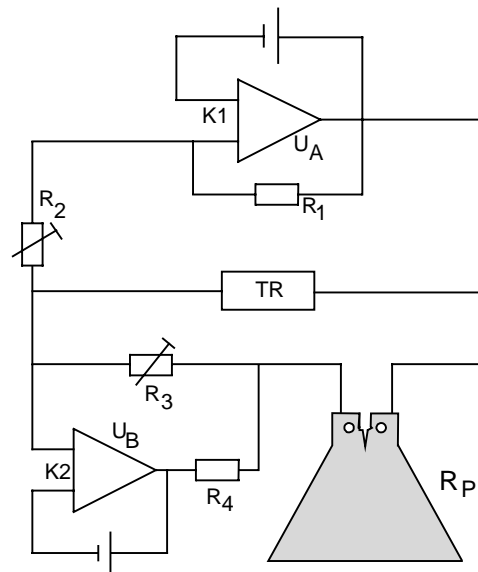


Abbildung A.1: Beschaltung für die Messung des Probenwiderstands.

Im folgenden sind die Spannungen an den einzelnen Widerständen wie die Widerstände selbst bezeichnet, d. h., die Spannung am Widerstand R_1 ist U_1 , die am Probenwiderstand R_P ist U_P usw. Die Spannungsquellen werden als ideale Spannungsquellen ohne Innenwiderstand betrachtet.

Es ergeben sich aus der Maschenregel folgende vier Gleichungen:

$$\begin{aligned}
 U_B + U_3 + U_4 &= 0 \\
 \Leftrightarrow U_B + R_3 I_3 - R_4 I_4 &= 0
 \end{aligned}
 \tag{A.1}$$

$$\begin{aligned}
 U_3 + U_P - U_{TR} &= 0 \\
 \Leftrightarrow U_{TR} - R_3 I_3 - R_P I_P &= 0
 \end{aligned}
 \tag{A.2}$$

$$\begin{aligned}
 U_2 - U_{TR} - U_1 &= 0 \\
 \Leftrightarrow U_{TR} - R_1 I_1 + R_2 I_2 &= 0
 \end{aligned}
 \tag{A.3}$$

$$\begin{aligned}
 U_A - U_1 &= 0 \\
 \Leftrightarrow U_A - R_1 I_1 &= 0
 \end{aligned}
 \tag{A.4}$$

Zur vollständigen Bestimmung fehlen noch zwei Knotenregeln:

$$I_2 - I_3 - I_4 = 0 \quad (\text{A.5})$$

$$I_3 + I_4 - I_P = 0 \quad (\text{A.6})$$

Bei diesen Gleichungen wurde angenommen, daß der Eingangswiderstand des Transientenrekorders unendlich groß ist und damit der Strom I_{TR} vernachlässigt werden kann.

Die unbekanntenen Größen lassen sich als Lösungsvektor $(I_1, I_2, I_3, I_4, I_P, U_{TR})$ zusammenfassen und das inhomogene LGS kann als Produkt einer Matrix M mit dem Lösungsvektor dargestellt werden:

$$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -R_3 & R_4 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & R_3 & 0 & R_P & -1 \\ -R_1 & R_2 & 0 & 0 & 0 & 1 \\ R_1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & -1 & -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 1 & -1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} I_1 \\ I_2 \\ I_3 \\ I_4 \\ I_P \\ U_{TR} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} U_B \\ 0 \\ 0 \\ U_A \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Die Determinante der Matrix M ergibt sich zu

$$\det(M) = -R_1 R_2 R_3 - R_1 R_3 R_P - R_1 R_3 R_4 - R_1 R_2 R_4 - R_1 R_4 R_P.$$

Für alle Widerstände gilt natürlich $R \geq 0$, so daß $\det(M)$ nur für den trivialen Fall verschwindet, daß einer oder mehrere Widerstände 0 sind. Dies ist in der Schaltung nicht der Fall, und das LGS besitzt eine eindeutige Lösung.

Die Berechnung wurde mit dem Mathematik-Programm 'Maple V' durchgeführt. Es ergibt sich für die Spannung U_{TR} am Transientenrekorder:

$$U_{TR} = \frac{-R_2 R_3 U_B + R_3 R_4 U_A + R_3 R_P U_A + R_4 R_P U_A}{R_2 R_3 + R_3 R_4 + R_3 R_P + R_2 R_4 + R_4 R_P}$$

Anhang B: Einfluß der Leitungskapazität

Abbildung B.1 zeigt das Ersatzschaltbild, das dem Aufbau im vorliegenden Experiment entspricht. Die Leitungskapazität des Koaxialkabels vom Probenwiderstand zum Voltmeter bzw. dem Transientenrekorder ist durch den Kondensator C berücksichtigt, $R_p(t)$ ist der zeitlich veränderliche Probenwiderstand und R_0 ein Vorwiderstand. Gespeist wird die Schaltung von der konstanten Spannungsquelle mit der Spannung U_0 . Das Spannungsmessgerät bzw. der Transientenrekorder habe einen unendlichen Innenwiderstand.

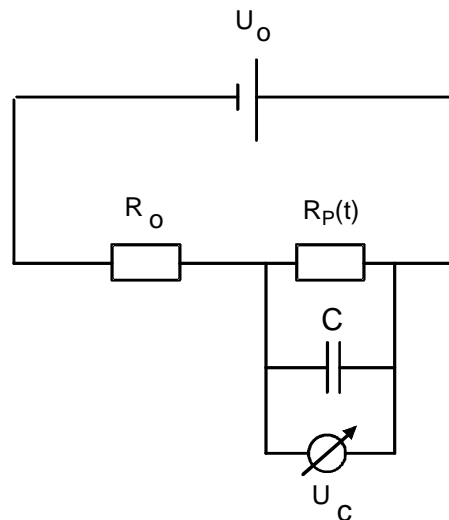


Abbildung B.1: Ersatzschaltplan zur Berechnung des Einflusses der Leitungskapazität.

Die Spannung an der Probe sei U_p (Strom I_p), die Spannung an R_0 sei U_R (Strom I_R) und die Spannung am Kondensator U_C (Strom I_C). Zur Beschreibung dienen Maschen- und Knotenregel. Aus der ersten Maschenregel erhält man

$$U_p - U_C = 0 \quad (\text{B.1})$$

und aus der zweiten Maschenregel

$$U_R + U_p - U_0 = 0. \quad (\text{B.2})$$

Die Knotenregel ergibt

$$I_R - I_p - I_C = 0. \quad (\text{B.3})$$

Ersetzt man die Ströme in Gleichung (B.3) durch die entsprechenden Spannungen

$$\frac{U_R}{R_0} - \frac{U_p}{R_p(t)} - C \dot{U}_C(t) = 0 \quad (\text{B.4})$$

und setzt dann Gleichung (B.1) und (B.2) darin ein, so erhält man als Spannung am Kondensator und damit für die Spannung, die der Transientenrekorder aufzeichnet

$$\dot{U}_C(t) = \frac{U_0}{R_0 C} - \frac{R_0 + R_p(t)}{R_p(t) R_0 C} U_C(t) \quad (\text{B.5})$$

Diese Differentialgleichung läßt sich numerisch für jeden beliebigen zeitlichen Verlauf des Probenwiderstands $R_p(t)$ lösen.

Literaturverzeichnis

[Abraham et al., 1994]

F. Abraham, D. Brodbeck, R. A. Rafey, W. E. Rudge:
Instability dynamics of fracture: a computer simulation investigation
Phys. Rev. Lett. **73** (1994) 272-275

[Ahlborn u. Schwarz, 1987]

K. Ahlborn, G. Schwarz:
Unveröffentlichter Bericht; Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH (1987)

[Anderson, 1991]

T. L. Anderson:
Fracture mechanics: Fundamentals and applications
CRC Press; Boca Raton, Boston (1991)

[Arakawa et al., 1997]

K. Arakawa, D. Nagoh, K. Takahashi:
Crack velocity and acceleration effects on the dynamic stress intensity factor in polymers
Int. J. Frac. **83** (1997) 305-313

[Ashurst u. Hoover, 1976]

W. T. Ashurst, W. G. Hoover:
Microscopic fracture studies in the two-dimensional triangular lattice
Phys. Rev. B **14** (1976) 1465-1473

[Baschek et al., 1999]

G. Baschek, G. Hartwig, F. Zahradnik:
Effect of water absorption in polymers at low and high temperatures
Polymer **40** (1999) 3433-3441

[Bauwens-Crowet et al., 1969]

C. Bauwens-Crowet, J. C. Bauwens, G. Homès:
Tensile yield-stress behavior of glassy polymers
J. Polym. Sci. **7** (1969) 735-742

[Bauwens-Crowet et al., 1972]

C. Bauwens-Crowet, J.-C. Bauwens, G. Homès:
The temperature dependence of yield of polycarbonate in uniaxial compression and tensile tests
J. Mat. Sci. **7** (1972) 176-183

[Beardmore u. Rabinowitz, 1971]

P. Beardmore, S. Rabinowitz:
Low temperature crazing in amorphous polymers
J. Mat. Sci. **6** (1971) 80-86

[Beres et al., 1997]

W. Beres, A. K. Koul, R. Thamburaj:

A tapered double-cantilever-beam specimen designed for constant-K testing at elevated temperatures

J. of Testing and Evaluation **25** (1997) 536-542

[Bergkvist, 1973]

H. Bergkvist:

The motion of a brittle crack

J. Mech. Phys. Solids **21** (1973) 229-239

[Bergkvist, 1974a]

H. Bergkvist:

Some experiments on crack motion and arrest in polymethylmethacrylate

Engng. Fract. Mech. **6** (1974) 621-626

[Bergkvist, 1974b]

H. Bergkvist:

Crack arrest in elastic sheets

J. Mech. Phys. Solids **22** (1974) 491-502

[Broberg, 1961]

K. B. Broberg:

The propagation of a brittle crack

Arkiv för Fysik **18** (1961) 159-192

[Brown, 1973]

N. Brown:

A theory for environmental craze yielding of polymers at low temperatures

J. Polym. Sci. **11** (1973) 2099-2111

[Brown u. Metzger, 1977]

N. Brown, B. D. Metzger:

The work to produce environmental crazing at low temperatures

J. Appl. Phys. **48** (1977) 4109-4115

[Bueche u. White, 1956]

A. M. Bueche, A. V. White:

Kinematographic study of tensile fracture in polymers

J. Appl. Phys. **27** (1956) 980-983

[Christoph, 1996]

G. Christoph:

Bruchprozesse von Polymeren bei tiefen Temperaturen

Dissertation, Universität Karlsruhe (1996)

[Chudnovsky et al., 1992]

A. Chudnovsky, A. Kim, C. P. Bosnyak:

An energy analysis of crack initiation and arrest in epoxy

Int. J. Fract. **55** (1992) 209-222

[Dear, 1996]

J. Dear:

*Comparison of fast fracture properties of thermoplastics*Polym. Engng. and Sci. **36** (1996) 1210-1216**[Döll, 1973]**

W. Döll:

*An experimental study of the heat generated in the plastic region of a running crack in different polymeric materials*Engng. Frac. Mech. **5** (1973) 259-268**[Döll, 1972]**

W. Döll:

*Einfluß des Molekulargewichtes auf die beim Bruch von PMMA freiwerdende Wärme*Kolloid-Z. u. Z. Polymere **250** (1972) 1066-1073**[Döll et al., 1986]**

W. Döll, L. Könczöl, M. G. Schinker:

*Craze formation and cryogenic toughness*in *Nonmetallic materials and composites at low temperatures 3*,

ed. by G. Hartwig and D. Evans,

Plenum Press; New York, London (1986) 43-57

[Döll et al., 1980]

W. Döll, U. Spidelmann, L. Könczöl:

*On the validity of the Dugdale model for craze zones at crack tips in PMMA*J. Mat. Sci. **15** (1980) 2389-2394**[Domininghaus, 1986]**

H. Domininghaus:

Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften

VDI-Verlag; Düsseldorf (1986)

[Doyle, 1983]

M. J. Doyle:

*A mechanism of crack branching in polymethyl methacrylate and the origin of the bands on the surfaces of fracture*J. Mat. Sci. **18** (1983) 687-702**[Dugdale, 1960]**

D. S. Dugdale:

*Yielding of steel sheets containing slits*J. Mech. Phys. Solids **8** (1960) 100-104**[Engelter u. Müller, 1958]**

A. Engelter, F. H. Müller:

*Thermische Effekte bei mechanischer Deformation, insbesondere von Hochpolymeren*Kolloid-Z. **157** (1958) 89-111

[Fineberg et al., 1991]

J. Fineberg, S. P. Gross, M. Marder, H. L. Swinney:
Instability in dynamic fracture
Phys. Rev. Lett. **67** (1991) 457-460

[Fineberg et al., 1992]

J. Fineberg, S. P. Gross, M. Marder, H. L. Swinney:
Instability in the propagation of fast cracks
Phys. Rev. B **45** (1992) 5146-5154

[Fox u. Fuller, 1971]

P. G. Fox, K. N. G. Fuller:
Thermal mechanism for craze formation in brittle amorphous polymers
Nature Phys. Sci. **234** (1971) 13-14

[Franke, 1969]

H. Franke (Hrsg.):
Lexikon der Physik
Franckh'sche Verlagshandlung, Stuttgart (1969)

[Freund, 1972]

L. B. Freund:
Crack propagation in an elastic solid subjected to general loading - I. Constant rate of extension
J. Mech. Phys. Solids **20** (1972) 129-140

[Freund, 1990]

L. B. Freund:
Dynamic fracture mechanics
Cambridge University Press; New York (1990)

[Fuller et al., 1975]

K. N. G. Fuller, P. G. Fox, J. E. Field:
The temperature rise at the tip of fast moving cracks in glassy polymers
Proc. Roy. Soc. London A **341** (1975) 537-557

[Gallagher, 1971]

J. P. Gallagher:
Experimental determined stress intensity factors for several contoured double cantilever beam specimens
Engng. Frac. Mech. **3** (1971) 27-43

[Griffith, 1920]

A. A. Griffith:
The phenomena of rupture and flow in solids
Phil. Trans. Soc. **A221** (1920) 163-198

[Gross et al., 1993]

S. P. Gross, J. Fineberg, M. Marder, W. D. McCormick, H. L. Swinney:
Acoustic emission from rapidly moving cracks
Phys. Rev. Lett. **71** (1993) 3162-3165

[Hartwig, 1994]

G. Hartwig:

Polymer properties at room and cryogenic temperatures

Plenum Press; New York, London (1994)

[Holian u. Thomson, 1997]

B. L. Holian, R. Thomson:

*Crack limiting velocity*Phys. Rev. E **56** (1997) 1071-1079**[Irwin, 1956]**

G. R. Irwin:

Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate

J. Appl. Mech. (1956) 289-305

ISO/DIS 13586:*Plastics – Determination of fracture toughness (G_c and K_{Ic}) – Linear elastic fracture mechanics (LEFM) approach*

International Organization for Standardization / Draft International Standard (1996)

[Kerckhof, 1976]

F. Kerckhof:

*Wave fractography*in *Linear Fracture Mechanics*,

ed. by G. C. Sik, R. P. Wie, F. Erdogan; Euro Publ. Comp. Inc. (1976) 303-321

[Kinloch u. Young, 1983]

A. J. Kinloch, R. J. Young:

Fracture behaviour of polymers

Applied Science Publishers; Barking, England (1983)

[Kittel, 1993]

C. Kittel:

Einführung in die Festkörperphysik

Oldenbourg-Verlag; München (1993)

[Kneifel, 1982]

B. Kneifel:

*Low temperature fracture measurement on polyethylene in comparison with epoxide resins*in *Nonmetallic materials and composites at low temperatures 2*, ed. by G. Hartwig and

D. Evans; Plenum Press, New York, London (1982)

[Kneifel, 1979]

B. Kneifel:

*Fracture properties of epoxy resins at low temperatures*in *Nonmetallic materials and composites at low temperatures*, ed. by A. F. Clark, R. P. Reed

and G. Hartwig; Plenum Press, New York, London (1979) 123-129

[Kramer, 1983]

E. J. Kramer:

*Microscopic and molecular fundamentals of crazing*Adv. in Polym. Sci **52/53** (1983) 1-56**[Landolt-Börnstein, 1963]**

H. Landolt, R. Börnstein:

Zahlenwerte und Funktionen, Bd. 4, 2a;

Springer-Verlag; Berlin (1963)

[Maier et al., 1994]

M. Maier, V. Altstädt, D. Vinckier, K. Thoma:

*Numerical and experimental analysis of the compact tension test for a group of modified epoxy resins*Polymer Testing **13** (1994) 55-66**[Marder, 1993]**

M. Marder:

*Simple models of rapid fracture*Physica D **66** (1993) 125-134**[Marder u. Gross, 1995]**

M. Marder, S. Gross:

*Origin of crack tip instabilities*J. Mech. Phys. Solids **43** (1995) 1- 48**[Marder u. Liu, 1993]**

M. Marder, X. Liu:

*Instability in lattice fracture*Phys. Rev. Lett. **71** (1993) 2417-2420**[Morgan u. Ward, 1977]**

G. P. Morgan, I. M. Ward:

*Temperature dependence of craze shape and fracture in poly(methyl methacrylate)*Polymer **18** (1977) 87-91**[Mott, 1948]**

N. F. Mott:

*Brittle fracture in mild-steel plates - II.*Engineering **165** (1948) 16-18**[Munz et al., 1980]**

D. Munz, R. T. Bubsey, J. E. Srawley:

*Compliance and stress intensity coefficient for short bar specimens with chevron notches*Int. J. Frac. **16** (1980) 359-374**[Murray u. Hull, 1970]**

J. Murray, D. Hull:

*Fracture surface of polystyrene: Mackerel Pattern*J. Polym. Sci. **8** (1970) 583-594

[Nakayama, 1965]

J. Nakayama:

*Direct measurement of fracture energies of brittle heterogenous materials*J. Am. Ceram. Soc. **48** (1965) 583-587**[Passaglia, 1987]**

E. Passaglia:

*Crazes and fracture in polymers*J. Phys. Chem. Solids **48** (1987) 1075-1100**[Rice, 1968]**

J. R. Rice:

*A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks*J. Appl. Mech. **38** (1968) 379-386**[Robert u. Wells, 1954]**

D. K. Roberts, A. A. Wells:

*The velocity of brittle fracture*Engineering **178** (1954) 820-821**[Saatkamp, 1991a]**

T. Saatkamp:

Bruchverhalten von Polymeren bei kryogenen Temperaturen

Dissertation, Universität Karlsruhe (1991)

[Saatkamp, 1991b]

T. Saatkamp, G. Hartwig:

*Fracture energy of polymers at low temperatures*Cryogenics **31** (1991) 234-237**[Schardin u. Struth, 1938]**

H. Schardin, W. Struth:

Glastechn. Berichte **16** (1938) 219**[Schijve u. Koenig, 1977]**

J. E. Schijve, A. U. Koenig:

*A specimen for a constant stress intensity factor*Engng. Fract. Mech. **9** (1977) 331-340**[Schinker, 1986]**

M. Schinker:

*Craze formation and cryogenic toughness in**Nonmetallic materials and composites at low temperatures 3;*

ed. by G. Hartwig, D. Evans; Plenum Press; New York (1986) 43-57

[Schirrer u. Goett, 1982]

R. Schirrer, C. Goett:

*The Young's modulus of the craze in PMMA*J. Mat. Sci. **1** (1982) 355-357

[Sharon et al., 1995]

E. Sharon, S. P. Gross, J. Fineberg:

*Local crack branching as a mechanism of instability in dynamic fracture*Phys. Rev. Lett. **74** (1995) 5096-5099**[Sharon u. Fineberg, 1996]**

E. Sharon, J. Fineberg:

*Microbranching instability and the dynamic fracture of brittle materials*Phys. Rev. B **54** (1996) 7128-7139**[Shen et al., 1985]**

J. Shen, C. C. Chen, J. A. Sauer:

*Effect of sorbed water on properties of low and high molecular weight PMMA:**1. Deformation and fracture behaviour*Polymer **26** (1985) 511-518**[Trigg, 1991]**

G. L. Trigg (Hrsg.):

Encyclopedia of Applied Physics

VCH Publishers, New York (1991)

[Virkar, 1980]

A. V. Virkar:

*Electrical-mechanical analog applied to crack growth in glass-glass-ceramic composites*J. Am. Ceram. Soc. **63** (1980) 219-223**[Wallner, 1939]**

H. Wallner:

*Linienstrukturen an Bruchflächen*Zeitschrift für Physik **114** (1939) 368-378**[Weichert, 1976]**

R. Weichert:

Untersuchungen zur Temperatur an der Bruchspitze

Dissertation, Universität Karlsruhe (1976)

[Weichert u. Schönert, 1974]

R. Weichert, K. Schönert:

*On the temperature rise at the tip of a fast running crack*J. Mech. Phys. Solids **22** (1974) 127-133**[Williams, 1987]**

J. G. Williams:

*The analysis of dynamic fracture using lumped mass-spring models*Int. J. Fract. **33** (1987) 47-59**[Zhang u. Wang, 1996]**

Y. W. Zhang, T. C. Wang:

*Lattice instability at a fast moving crack tip*J. Appl. Phys. **80** (1996) 4332-4336

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Materialforschung II (IMF II) des Forschungszentrums Karlsruhe GmbH in der Zeit von März 1996 bis März 1999. Eine solche Arbeit entsteht natürlich nicht als Ein-Mann-Projekt, sondern zu deren Gelingen haben viele beigetragen, denen ich an dieser Stelle danken möchte:

Herrn Professor Dr. rer. nat. Dietrich Munz für die Möglichkeit, die Arbeit an seinem Institut durchführen zu können und für sein stetes Interesse am Fortschritt der Arbeit,

Herrn Professor Dr. rer. nat. Günther Hartwig für die Betreuung der Arbeit, seine wertvollen Anregungen bei den verschiedensten Problemen und seine ständige Diskussionsbereitschaft,

allen Mitarbeitern der Abteilung Polymere Werkstoffe für die gute und äußerst angenehme Zusammenarbeit in den letzten Jahren, insbesondere

Herrn Dipl.-Ing. Gunter Geiss für das kritische Lesen des Manuskripts zu dieser Arbeit,

Herrn Dipl.-Ing. (FH) Stefan Knaak und Herrn Alois Heneka für die Lösung vieler verschiedener technischer und organisatorischer Aufgaben und Probleme,

Frau Dr. rer. nat. Gabriele Baschek für die Durchführung der mechanischen Dämpfungsmessungen an PMMA,

den Mitarbeitern anderer Abteilungen des IMF II für die Unterstützung bei den FE-Rechnungen

und dem Forschungszentrum Karlsruhe GmbH für die Bereitstellung der finanziellen Mittel.

Karlsruhe, im Mai 1999