

KfK 5112
Dezember 1992

**Statische und zyklische
Eigenschaften von
unidirektionalen,
kohlenstoffaserverstärkten
Polymeren unter Axial- und
Scherbelastung bei tiefen
Temperaturen**

K. Pannkoke
Institut für Materialforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Materialforschung

KfK 5112

**Statische und zyklische Eigenschaften
von
unidirektionalen, kohlenstoffaserverstärkten Polymeren
unter Axial- und Scherbelastung
bei tiefen Temperaturen**

Kord Pannkoke

Dissertation genehmigt von der Fakultät
für Maschinenbau
der Universität Karlsruhe

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Abstract

Die kryogenen statischen Elastizitäts- und Festigkeitseigenschaften unidirektionaler, polymerer Faserverbunde werden bei Belastung in Faserrichtung durch die verwendete Faser bestimmt. Bei quasistatischer, transversaler Zug- oder ebener Schubbelastung sind dagegen die Eigenschaften von Matrix und Grenzschicht entscheidend. Die hohe Zähigkeit thermoplastischer Matrices sowie eine optimale Faser/Matrix-Haftung führen diesbezüglich zu den höchsten kryogenen Festigkeiten.

Dagegen wird die Lebensdauer der untersuchten UD-Verbunde sowohl unter zyklischer Zug- als auch Scherbelastung durch matrixkontrollierte Schadensmechanismen bestimmt, wobei die Schereigenschaften der Matrix, d. h. die Lastübertragung zwischen benachbarten Fasern, eine dominante Rolle spielen. Aus diesem Grunde ist das Ermüdungsverhalten bei beiden Belastungsarten eine matrixkontrollierte Eigenschaft.

Verbunde mit spröder, duroplastischer Matrix zeigen einen progressiven Schädigungsmechanismus und hohe Lebensdauern. Dagegen führen die hohe Reißfähigkeit sowie mangelhafte Scherermüdungseigenschaften der thermoplastischen PEEK-Matrix zum vorzeitigen Versagen des Verbundes.

Static and fatigue properties of unidirectional carbon fibre reinforced plastics under tensile and shear loading at cryogenic temperatures

Under loading in fibre direction the static cryogenic elastic and strength properties of unidirectional carbon fibre reinforced plastics are determined by the fibre selected. Under static transverse tensile and plane shear loading conditions, however, the properties of the composites are controlled by both the matrix and the interface. The high toughness of thermoplastic matrices combined with an optimum fibre/matrix bond results in maximum cryogenic strengths.

In contrast to this, the fatigue life of the UD-composites investigated both under cyclic tensile as well as shear loading is determined by matrix-controlled damage mechanisms. The shear properties of the matrix, i.e. the load transmission between two adjacent fibres, predominate under both types of loading. Hence, the fatigue limit is a matrix controlled property.

A progressive damage mechanism and long fatigue lives are observed for composites with rigid duroplastic matrices. In contrast to this the high fracture toughness as well as unfavourable shear fatigue properties of the thermoplastic PEEK-matrix lead to premature failure of the composite.

Inhaltsverzeichnis

1) Einleitung	1
1.1) Momentaner Erkenntnisstand	2
1.2) Zielsetzung der Arbeit	4
2) Theoretische Grundlagen	6
2.1) Thermische Ausdehnung eines UD-Verbundes	6
2.2) Innere thermische Vordehnung der Matrix im Verbund	8
2.3) Festigkeitsverhältnisse in der unidirektionalen Verbundschicht	10
2.3.1) Belastung parallel zur Faserrichtung	10
2.3.2) Belastung senkrecht zur Faserrichtung	20
2.3.3) Ebene Schubbelastung (Torsion)	21
2.4) Elastizitätsgrößen	22
3) Durchführung der Versuche	25
3.1) Beschreibung der untersuchten Faserverbundtypen	25
3.1.1) Matrixpolymere	25
3.1.2) Kohlenstoffasern	27
3.1.3) Herstellung der Faserverbundtypen	28
3.1.4) Qualitätskontrolle	30
3.2) Zugversuche	35
3.2.1) Apparatur und Versuchsparameter	35
3.2.2) Probenformen und Einspannung	36
3.3) Torsionsversuche	40
3.3.1) Apparatur und Versuchsparameter	41
3.3.2) Probenform und Einspannung	43
3.4) Methoden zur Schadensanalyse	46
4) Versuchsergebnisse	48
4.1) Zugbelastung	48
4.1.1) Statische und zyklische Eigenschaften der Matrixmaterialien	48
4.1.2) Meßergebnisse und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter quasistatischer, longitudinaler Zugbelastung	50
4.1.2.1) Elastizitäts- und Festigkeitseigenschaften	50
4.1.2.2) Schadensprozeß	57
4.1.3) Meßergebnisse und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter quasistatischer, transversaler Zugbelastung	61

4.1.4) Ermüdungseigenschaften und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter schwellender, longitudinaler Zugbelastung	64
4.1.4.1) Wöhler-Diagramme	64
4.1.4.2) Schadensanalyse	69
4.2) Torsionsbelastung	73
4.2.1) Statische und zyklische Eigenschaften der Matrixmaterialien	73
4.2.2) Meßergebnisse und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter quasistatischer Scherbelastung	75
4.2.3) Ermüdungseigenschaften und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter schwellender Scherbelastung	78
4.2.3.1) Wöhler-Diagramme	78
4.2.3.2) Schadensanalyse	80
5) Diskussion spezieller Versuchsergebnisse	82
5.1) Statische Eigenschaften der UD-Verbunde	82
5.2) Vergleich der Ermüdungseigenschaften der UD-Verbunde unter Zug- und Scherbelastung	83
5.3) Einfluß der Verarbeitungsqualität auf das Ermüdungsverhalten	87
5.4) Einfluß der Faser/Matrix-Haftung auf die Festigkeiten und das Ermüdungsverhalten	87
6) Zusammenfassung	88
7) Literaturverzeichnis	91
8) Anhang	103
8.1) Statistische Auswertemethode	103
8.2) Experimentelle und berechnete Wöhler-Kurven	106
8.2.1) Zugschwellende Belastung	106
8.2.2) Scherschwellende Belastung	111

Liste der verwendeten Symbole

ΔT	Temperaturänderung	K
E	Elastizitätsmodul	Pa
$F(x)$	Weibull-Verteilungsfunktion	-
$f(x)$	Weibull-Verteilungsdichtefunktion	-
G	Schubmodul	Pa
K_{IC}	Rißzähigkeit	$\text{Nm}^{-3/2}$
M	Drehmoment	Nm
N	Anzahl von Zyklen	-
P	Versagenswahrscheinlichkeit	-
L	Likelihood-Funktion	-
$\Delta L/L_0$	integrale thermische Längenänderung	-
S	Nachgiebigkeit	Pa^{-1}
S_0/S_B	normierte Spannung im dynamischen Versuch	-
T	Temperatur	K
a	Rißlänge	m
d	Durchmesser	mm
g, h	Parameter der angenäherten Wöhlerkurven	-
p	Hohlraumanteil	%
x	Abstand	m
α_{ij}	thermischer Ausdehnungskoeffizient	K^{-1}
α, β	Weibull-Parameter	-
δ	ineffektive Faserlänge	m
$\Delta(\tan\delta)$	Schädigungsrate	-
ε	Verzerrung, Dehnung in axialer Richtung	%
ϕ	Faservolumengehalt	%
γ	Schubverzerrung	mrاد
$\Gamma(x)$	Gammafunktion	-
Λ	logarithmisches Dekrement	-
μ	Reibzahl	-
ν	Querkontraktionszahl	-
ρ	Dichte	g/cm^{-3}
σ	Spannung in axialer Richtung	Pa
$\tan\delta$	mechanischer Dämpfungsfaktor	-
ω	Faserorientierungswinkel	°

τ Schubspannung Pa

Indizes

a außen
B Meßgröße beim Bruch
c bezeichnet den gesamten Verbund, "composite"
D bezeichnet eine Meßgröße nach 10^7 Lastwechseln im dynamischen Versuch
f, m bezeichnen die Komponenten der Verbunde (f = Faser, m = Matrix)
g Bezeichnung für den polymeren Glasübergang
i innen
ILS Bezeichnung für "interlaminar shear strength"
min, max Minimal-, Maximalwert
o bezeichnet Maximum einer Amplitude im Dauerschwingversuch
ref Referenzgröße
th thermisch induzierte Größe

x, y, z bezeichnen die kartesischen Koordinaten
r, ϕ , z bezeichnen die Zylinderkoordinaten
11, 1 Faserrichtung
22, 2 senkrecht zur Faserrichtung

1) Einleitung

Kohlenstoffaserverstärkte Polymere finden zunehmend Anwendung in der Tieftemperatur-Technologie. Eine hohe spezifische Festigkeit, ein gutes thermisches Isolationsvermögen sowie die exzellente Ermüdungsresistenz prädestinieren ihren Einsatz in der Weltraumforschung /1/, der Fusionstechnologie /2/ und beim Bau von Flüssiggastanks /3/. Die kryogene Eignung der Faserverbundwerkstoffe sowie ihre mechanischen Eigenschaften bei tiefen Temperaturen sind Themen zahlreicher Publikationen /4-6/. Weitgehende Unklarheit herrscht allerdings noch über die Bedeutung der Polymermatrix für die Festigkeit und Ermüdungsresistenz dieser Materialien unter zyklischer Belastung.

Während des Abkühlens auf kryogene Temperaturen entstehen, bedingt durch die unterschiedliche thermische Kontraktion von Faser und Matrix, thermische Spannungen, die die mechanischen Eigenschaften des Verbundes a priori wesentlich beeinflussen. Die Kohlenstofffaser wird beim Abkühlen auf Druck und die Matrix auf Zug belastet. Die Zugspannungen in der Matrix sind besonders gefährlich, da der Kunststoff gleichzeitig versprödet und die Bruchdehnung auf wenige Prozent absinkt. Die Rißbildung im Polymeren ist also stark begünstigt, besonders bei Verwendung von handelsüblichen, hochvernetzten Epoxid-Harzen. Des Weiteren treten Schubspannungen zwischen Faser und Matrix auf und induzieren möglicherweise vorzeitige Delaminationen.

Um Schädigungen dieser Art zu vermeiden, empfiehlt sich die Verwendung von Polymeren, die einerseits eine möglichst große kryogene Bruchdehnung besitzen und andererseits gut auf der Kohlenstofffaser haften. In diesem Sinne wurde in der letzten Zeit mehrfach versucht, die spröden, duroplastischen Matrixsysteme durch zähe Thermoplasten wie Polyetheretherketon (PEEK) zu ersetzen. Während diese Verbundsysteme äußerst befriedigende statische Eigenschaften aufweisen /7, 8/, wurde entgegen den Erwartungen unter zugschwellender Belastung ein schlechtes Ermüdungsverhalten, d. h. niedrige Dauerfestigkeiten, gefunden /8-10/. Kohlenstoffaserverstärkte Verbundsysteme mit spröden Epoxid-Harzen als Matrix zeigten diesbezüglich wesentlich bessere Eigenschaften /5, 8, 10/.

Große Unsicherheit herrscht also derzeit über die Bedeutung der einzelnen Komponenten Faser, Matrix und Haftungsschicht für die statischen und dynamischen Eigenschaften eines Faserverbundwerkstoffes insbesondere bei tiefen Temperaturen. Vor allem die Tatsache, daß spröde und zur Rißbildung neigende Duroplaste dem Verbund bessere Ermüdungseigenschaften verleihen, ist unverständlich. Aus diesem Grunde wurden in der vorliegenden Arbeit unidirektionale Verbunde mit unterschiedlichen Kohlenstofffasern und Polymermatrizes unter Axial- oder Scherbelastung bei 77 K geprüft. Hierbei schließt das Arbeiten bei tiefen Tempe-

raturen den großen Vorteil ein, mit hohen Schwingfrequenzen arbeiten zu können, ohne daß die Temperatur im Probenkörper wesentlich erhöht wird. Auf diese Weise können innerhalb kurzer Zeit viele Wöhler-Kurven ermittelt werden.

1.1) Momentaner Erkenntnisstand

Die meisten vergleichenden Untersuchungen an verschiedenen unidirektionalen Verbundkombinationen liegen für Raumtemperatur und Zugbelastung vor.

Die statischen Eigenschaften bei Belastung in 0°-Richtung sind dabei eng verknüpft mit den Fasereigenschaften. Hahn /11/, der einen Überblick aller bis 1979 bekannten Daten gibt, stellt fest, daß die longitudinale Verbundzugfestigkeit eine faserkontrollierte Größe ist. Der Matrixeinfluß wird diesbezüglich als gering eingestuft. Nach Harris /12/ und Curtis /13/ führt die Verwendung rißzäher Matrixsysteme zu keiner Verbesserung der statischen Verbundzugeigenschaften. Baron /14/ untersuchte den Einfluß von Faser- und Matrixbruchdehnung auf die statischen Zugeigenschaften von UD-Verbunden und fand, daß die Verwendung duktilerer Matrices insbesondere zu einer Erhöhung der Bruchdehnung, weniger der Zugfestigkeit führt.

Allgemeines Unverständnis herrscht vor allem über die Bedeutung der Matrix für den Schadensmechanismus und die damit verbundene Lebensdauer des Verbundes unter schwellender Zugbelastung. Talreja /15/ hat diesbezüglich 1981 ein Modell vorgeschlagen, das einen klaren Bezug zwischen der zyklischen Dehnung als Belastungsniveau und der entsprechenden Ermüdungsschädigung herstellt: Bei hoher zyklischer Belastung, die innerhalb des Streubandes der Verbundbruchdehnung liegt, herrscht katastrophale Schädigung in Form von massiven, statistisch verteilten Faserbrüchen sowie Versagen der Interface-Schicht vor. Mit sinkender zyklischer Belastungsniveaumplitude nimmt die Zahl der Faserbrüche ab, und es wird zunehmend ein progressiver, matrixkontrollierter Schadensmechanismus (Matrixrisse, Scherversagen in der Interface-Schicht) wirksam. Das Dauerdehnungsniveau ist matrixkontrolliert. Es bezeichnet den Dehnungshorizont, bei dem keine Matrixrisse mehr wachsen.

In Erweiterung des Talreja-Modells schlägt Harris /12/ auf der Basis umfassender experimenteller Ergebnisse ein allgemeines Modell für dynamische Zugbelastung, verschiedene Verstärkungsfasern, Matrices und Lagenaufbauten einschließlich der Hybrid-Verbunde vor. Hierbei wird die Wöhler-Kurve in den faserdominierten Versagensbereich 1 (niedrige Zyklenzahl) und den nicht-faserdominierten Versagensbereich 2 (hohe Zyklenzahl) unterteilt.

Zahlreiche Autoren haben diese Betrachtungen experimentell verifiziert. Hahn /11/ und Curtis /13/ stellten übereinstimmend fest, daß die Dauerfestigkeit matrixkontrolliert ist. Lorenzo und Hahn /16/ untersuchten das Ermüdungsverhalten von unidirektionalen Verbunden eines Kohlenstoffasertyps mit spröder bzw. duktiler Epoxid-Matrix. Sie beobachteten dabei die Akkumulation von Faserbrüchen unter hoher zyklischer Belastungsamplitude, während bei niedrigen Lastniveaus die Bildung von Matrixquerrissen an gebrochenen Fasern zum einen und das Wachstum von Längsrissen entlang der Interface-Schicht zum anderen vorherrschen. Curtis /13/ beschreibt das Längsrißwachstum mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie. Kurz vor dem Versagen nimmt die Zahl der Längsrisse stark zu und bewirkt die Zerpinselung des Verbundes. Andere Autoren /17-19/ stellten Matrixrisse und Schädigung des Interface, ausgehend von gebrochenen Fasern fest.

Man könnte nun erwarten, daß bei Verwendung eines rißzähen Matrixpolymeren die oben beschriebene Matrixzerrüttung ausbleibt und so die Ermüdungsresistenz des Verbundes verbessert wird. Die bisher erschienenen Veröffentlichungen geben diesbezüglich aber ein sehr uneinheitliches Bild. Curtis /13/ fand die niedrigsten Dauerfestigkeiten unter zyklischer Zugbelastung für UD-Verbunde mit rißzähen Matrices einschließlich des thermoplastischen PEEK. Im Widerspruch dazu stehen Untersuchungen von Hartness und Kim /20, 21/ an Systemen mit PEEK-Matrix und Kohlenstoffasern des Typs XAS sowie AS4/Epoxid-Verbunden. Das bessere Ermüdungsverhalten des PEEK-Verbundes führen die Autoren auf den höheren Rißwiderstand der PEEK-Matrix zurück.

Hinsichtlich der Torsion umfangsgewickelter Rohre liegen nur wenige Veröffentlichungen und nur für Raumtemperatur vor /22-26/. Ihre Inhalte beschränken sich auf statische Scherbelastung und behandeln weniger die vergleichende Untersuchung an verschiedenen Faser-Matrix-Kombinationen. Allein Swanson /25/ beschreibt die Schereigenschaften von Systemen bestehend aus AS4-Kohlenstoff- sowie Kevlar 49-Aramidfasern und verschiedenen Matrixtypen. Danach üben sowohl die Fasern als auch die Matrix einen starken Einfluß auf die Elastizitäten und Festigkeiten der UD-Verbunde unter Schubbelastung aus.

Unter zyklischer Torsionsbelastung wurden bisher ausschließlich Kreuz- und Winkelverbunde untersucht /27-29/.

Voraussetzungen bei tiefen Temperaturen:

Bei tiefen Temperaturen liegen nun andere Verhältnisse vor:

- Die durch den Herstellungsprozeß bereits vorgedehnte Matrix schrumpft beim Abkühlen auf tiefe Temperaturen stärker auf die Kohlenstoffaser und erfährt eine weitere, zusätzliche thermische Vordehnung.
- Durch das Aufschrumpfen der Matrix liegt eine physikalische Haftung vor.
- Der Kunststoff versprödet und neigt, bedingt durch die thermische Vordehnung, zur vorzeitigen Reißbildung.

Trotz dieser geänderten Verhältnisse weisen die Resultate der kryogenen Untersuchungen für zyklische Zugbelastung ähnliche Tendenzen auf wie zuvor für Raumtemperatur beschrieben, d.h. Verbundsysteme mit spröder Epoxid-Matrix zeigen wesentlich bessere Ermüdungseigenschaften /5, 8, 10/ als Verbunde mit thermoplastischer Matrix /8-10/. Einher geht dieses optimale Verhalten, wie schon bei Raumtemperatur beobachtet, mit der vollständigen Zerrüttung der Epoxid-Matrix, während der Schädigungsgrad bei den thermoplastischen Polymeren wesentlich niedriger ausfällt /8, 10/.

Man hätte nun erwartet, daß die spröde, vorgedehnte Epoxid-Matrix unter zyklischer Belastung rasch zur Reißbildung neigt, die Spannungen in den Fasern konzentriert werden und somit vorzeitiges Versagen des Verbundes vorprogrammiert ist. Dagegen zeigt das thermoplastische PEEK zum einen eine hohe Duktilität und zum anderen exzellente Ermüdungseigenschaften unter zugschwellender Belastung /30/. Folgt man der Vorstellung, daß sich die PEEK-Makromoleküle an Punkten hoher Spannungen (z.B. gebrochene Fasern) in Zugrichtung orientieren können, dadurch den Reißwiderstand erhöhen und somit unter Vermeidung jeglicher Matrixschädigung eine lokale Stabilisierung bewirken, sollte der Einsatz dieser Polymere eine deutliche Verbesserung der Schwellfestigkeiten gegenüber den duroplastischen Verbundsystemen bewirken. Die nachfolgend beschriebenen Messungen belegen, daß das Gegenteil der Fall ist.

1.2) Zielsetzung der Arbeit

- 1) Die Entwicklung und theoretisch-experimentelle Überprüfung tieftemperaturtauglicher Probenformen für Zug- und Scherbelastung.

Probenkörper für die Prüfung bei kryogenen Temperaturen erfordern besondere und werkstoffhomogene Krafteinleitungszonen. Die üblichen, der ASTM-Norm D3039 entsprechenden Zugproben sind für die Anwendung bei tiefen Temperaturen ungeeignet. Das Scherverhalten der UD-Verbunde wurde an umfangsgewickelten Rohren untersucht, bei denen Spannungsüberhöhungen

in den Randbereichen völlig vermieden werden. Daher kann man klare Aussagen bei Torsionsversuchen an Rohren erwarten. Des Weiteren wurde der Erzeugung eines homogenen Scherspannungszustandes im Rohrprobenkörper große Bedeutung beigemessen. Die Torsion dünnwandiger Rohre vermeidet überlagerte Spannungen im Prüfabschnitt und kritische Spannungsüberhöhungen im Momenteneinleitungsbereich.

- 2) Die Beurteilung des jeweiligen Einflusses von Faser und Matrix auf die statischen und zyklischen Verbundeigenschaften.

Hierbei soll insbesondere geprüft werden, inwieweit die Verwendung der rißzähen Thermoplastmatrices die Tieftemperatureigenschaften gegenüber Verbunden mit handelsüblichen duroplastischen Matrixpolymeren verändert.

- 3) Der Vergleich des Ermüdungsverhaltens unter schwellender Zug- und Scherbelastung.

Möglicherweise stellt die Scherung einen wesentlichen Schadensmechanismus auch unter zyklischer Zugbelastung dar: Da bereits nach wenigen Lastwechseln lokales Versagen einzelner Fasern auftritt /9/, sollten durch Scherübertragung der Matrix die benachbarten Fasern die zusätzliche Last übernehmen. Es ist daher wichtig zu untersuchen, ob eine Korrelation des Ermüdungsverhaltens bei zyklischer Zug- bzw. Scherbelastung an unidirektionalen Verbunden besteht.

- 4) Die Beurteilung des Einflusses der Haftung auf die statischen und zyklischen Verbundeigenschaften.

Hierzu wurden Faser-Matrix-Kombinationen ausgewählt, die stark unterschiedliche Haftfestigkeiten aufwiesen. Zur Beurteilung der Haftungseigenschaften sowie Porositäten, Faservolumengehalt, usw. wurde eine umfangreiche Qualitätskontrolle an den Halbzeugen durchgeführt. Umgekehrt kann hiermit ermittelt werden, welche produktionsbedingten Verbundfehler kaum einen Einfluß auf die statische und zyklische Festigkeit besitzen.

- 5) Es soll der Ansatz einer Erklärung für die Schadensprozesse bei statischer und schwellender Belastung gegeben werden.

2) Theoretische Grundlagen

2.1) Thermische Ausdehnung eines UD-Verbundes

Die thermische Ausdehnung einer orthotropen UD-Schicht kann man aus den Eigenschaften von Faser und Matrix mit Hilfe des Nachgiebigkeitstensors S und den Komponenten der thermischen Ausdehnung $\{\alpha\}$ bestimmen. Die Komponenten der nicht-isothermen Dehnung $\{\epsilon\}$ sind gegeben durch:

$$\{\epsilon\} = S \cdot \{\sigma\} + \{\alpha\} dT \quad \text{für Faser}(f) \text{ und Matrix}(m) \quad (2.1)$$

$\{\sigma\}$ sind die inneren, thermischen Spannungen, wenn keine äußere Last anliegt. Die Polymermatrix besitzt isotropes Ausdehnungsverhalten. Bei Kohlenstofffasern sind die Ausdehnungskomponenten dagegen stark anisotrop:

$$\{\alpha\}_f = \begin{bmatrix} \alpha_{11f} \\ \alpha_{22f} \\ 0 \end{bmatrix} \quad \text{für die Faser} \quad (2.2)$$

Mit Hilfe der Kompatibilitätsbedingung $\{\epsilon\}_c = \{\epsilon\}_f = \{\epsilon\}_m$ und des Kräftegleichgewichtes kann man die nicht-isotherme Dehnung des Verbundes $\{\epsilon\}_c$ berechnen.

$$\{\epsilon\}_c = \{\alpha\}_c dT \quad (2.3)$$

Daraus ergeben sich die thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Verbundes. In Faserrichtung erhält man folgende Beziehung /31/:

$$\alpha_{11c}(T) = \alpha_{11f} + \frac{\alpha_m(T) - \alpha_{11f}}{\left(\frac{\phi}{1-\phi} \cdot \frac{E_{11f}}{E_m(T)} + 1 \right)} \quad (2.4a)$$

ϕ = Faservolumenanteil

Senkrecht zur Faserrichtung gilt grob eine Mischungsregel /32/:

$$\alpha_{22c}(T) \approx \phi \cdot \alpha_{22f}(T) + (1-\phi) \alpha_m(T) \quad (2.4b)$$

In Tabelle 1 sind die gemessenen, orthotropen thermischen Ausdehnungskoeffizienten für zwei Verbundtypen und deren Matrixpolymere aufgeführt. Mit Hilfe

der Gleichungen (2.4a) und (2.4b) sowie α_m der reinen Matrix kann auf die thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_{11f} und α_{22f} der Kohlenstofffaser bei 77 K zurückgerechnet werden.

Tabelle 1: Orthotrope, thermische Ausdehnungskoeffizienten bei 77K für zwei unidirektionale Verbundtypen, deren Matrixpolymere und AS4-Fasern

<i>Matrix</i>	Epoxid 1	PEEK
α_m ($10^{-6} K^{-1}$) (gemessen)	25.8	27.7 /33/
<i>Verbund</i>	AS4/Epoxid 1	AS4/PEEK
α_{11c} ($10^{-6} K^{-1}$) (gemessen)	-0.43	0.35 /34/
α_{22c} ($10^{-6} K^{-1}$) (gemessen)	15.1	18.0 /34/
<i>Faser</i>	AS4	AS4
α_{11f} ($10^{-6} K^{-1}$) (berechnet)	-0.102	-0.123
α_{22f} ($10^{-6} K^{-1}$) (berechnet)	8.35 ¹⁾	11.80 ¹⁾

Für die mikromechanischen Berechnungen wurden die Kennwerte aus 3.1.2), 3.1.4) sowie die Matrixsteifigkeiten aus 4.1.1) herangezogen.

¹⁾ Aufgrund der Unsicherheiten bezüglich 2.4b) sowie meßtechnischen Fehlermöglichkeiten bei der Bestimmung von α_{22c} geben die hier berechneten Werte nur die Größenordnung von α_{22f} wider.

Faser und Matrix zeigen ein völlig unterschiedliches thermisches Ausdehnungsverhalten beim Abkühlen. Die Faser dehnt sich in axialer Richtung aus ($\alpha_{11f} < 0$) und kontrahiert gleichzeitig radial ($\alpha_{22f} > 0$). Die Kontraktion der Matrix (α_m) hingegen ist isotrop und um einen Faktor zwei bis vier größer als die radiale Kontraktion der Kohlenstofffaser. Die thermische Ausdehnung der UD-Schicht in 0°-Richtung wird durch die Kohlenstofffaser bestimmt, d.h. α_{11c} tendiert gegen Null, da α_{11f} sehr klein ist.

Die thermische Ausdehnung senkrecht zur Faserrichtung hingegen ist matrixdominant, d.h. eine stärkere Matrix-Kontraktion hat eine entsprechende größere Verbundkontraktion zur Folge (vgl. α_m und α_{22c} in Tabelle 1).

2.2) Innere thermische Vordehnung der Matrix im Verbund

Die thermische Vordehnung der Matrix reduziert die Belastbarkeit eines Verbundes, bzw. induziert Schadensprozesse.

Bedingt durch die sehr geringe thermische Ausdehnung der Fasern erfährt die Matrix beim Abkühlen eine thermische Zugdehnung. Dies ist insbesondere gefährlich, da Polymere bei tiefen Temperaturen sehr spröde werden und die Bruchdehnung auf wenige Prozent absinkt. (Die thermische Druckdehnung auf die Faser ist hingegen vernachlässigbar klein /31/.)

Bei großen Temperaturänderungen, wie sie hier vorliegen, ist die integrale thermische Längenänderung $\{\Delta L/L_0\}$ für die Komponenten heranzuziehen. Da die Matrixeigenschaften temperaturabhängig sind, müssen die Gleichungen (2.4a, 2.4b) über das Temperaturintervall integriert werden.

In 11-Richtung einer UD-Schicht sind Faser und Matrix parallel geschaltet. Die thermisch induzierte Zugdehnung der Matrix $\varepsilon_{11m}^{th}(T)$ resultiert aufgrund der Kompatibilitätsbedingung aus der Differenz der integralen thermischen Längenänderung von Verbund und Matrix. Bei sehr kleiner thermischer Faserlängenänderung ($\alpha_{11f} \rightarrow 0$) gilt folgende Näherung /32/:

$$\varepsilon_{11m}^{th}(T) \approx \int_T^{T_0} \left[\alpha_{11c}(T) - \alpha_m(T) \right] dT \approx \left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)_{11c} - \left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)_m \quad (2.5)$$

Senkrecht zur Faserrichtung schrumpft die Matrix auf die Faser, was zu einer starken azimuthalen Ringdehnung führt. Die radiale Matrixdehnung ist dagegen vernachlässigbar klein /32/. Definiert man die thermisch induzierten Umfangsspannungen auf der Faseroberfläche als transversale Belastungskomponente, ergibt sich für die thermisch induzierte, transversale Dehnung in der Matrix:

$$\varepsilon_{\theta m}^{th}(T) \equiv \varepsilon_{22m}^{th}(T) \approx \left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)_{22f} - \left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)_m \quad (2.6)$$

In grober Näherung ergibt sich die verbleibende freie Restdehnung der Matrix aus der Differenz von Matrixbruchdehnung ε_{mB} und den thermisch induzierten Vordehnungen.

$$\varepsilon_{11m}^{ex}(T) \approx \varepsilon_{mB}(T) - \varepsilon_{11m}^{th}(T) \quad (2.7)$$

$$\varepsilon_{22m}^{ex}(T) \approx \varepsilon_{mB}(T) - \varepsilon_{22m}^{th}(T) \quad (2.8)$$

In Tabelle 2 sind die mikromechanischen, thermisch induzierten Matrixvordehnungen sowie die Restdehnungen in 11- und 22-Richtung für zwei Verbundtypen aufgeführt (Hierbei werden die zusätzlichen herstellungsbedingten, thermischen Vordehnungen nicht mitberücksichtigt.).

Tabelle 2: Thermisch induzierte Matrixvordehnungen $\varepsilon_m^{th}(T)$ und verbleibende freie Restdehnungen $\varepsilon_m^{ex}(T)$ für zwei unidirektionale Verbundtypen bei Abkühlung auf 77 K

<i>Matrix</i>	Epoxid 1	AS4/PEEK
$\varepsilon_{mB}(T) (\%)$	1.84	5.45
<i>Verbund</i>	AS4/Epoxid 1	AS4/PEEK
$\varepsilon_{11m}^{th}(T) (\%)$	1.019	0.892
$\varepsilon_{11m}^{ex}(T) (\%)$	0.821	4.558
$\varepsilon_{22m}^{th}(T) (\%)$	0.22	0.1
$\varepsilon_{22m}^{ex}(T) (\%)$	1.62	5.35

Für die Berechnung wurde $(\Delta L/L_0)_{22f} = 0.8\%$ angenommen /32/.

Tabelle 2 verdeutlicht zwei Punkte:

- 1) Die termische Matrixzugdehnung in Faserrichtung ist größer als senkrecht dazu: $\varepsilon_{11m}^{th}(T) > \varepsilon_{22m}^{th}(T)$. Die thermisch induzierten radialen und azimuthalen Vordehnungen in der Matrix sind kleiner, da Kohlenstoffaser und Polymer in diesen Richtungen ein ähnliches Ausdehnungsverhalten zeigen.
- 2) Faserverbunde mit rißzähen thermoplastischen Matrices wie z.B. PEEK verfügen über wesentlich höhere freie Matrixbruchdehnungen als entsprechende Verbunde mit spröder duroplastischer Matrix. Hier muß sogar mit vorzeitiger Matrix-Rißbildung beim Abkühlen gerechnet werden, da die Matrixbruchdehnung zu ca. 70% durch die thermisch induzierte Vordehnung verbraucht wird.

2.3) Festigkeitsverhältnisse in der unidirektionalen Verbundschicht

2.3.1) Belastung parallel zur Faserrichtung

Ideale Bedingungen

Setzt man isotropes und linear elastisches Verhalten von Faser und Matrix sowie eine perfekte Ausrichtung und gleichmäßige Verteilung der Fasern im Verbund voraus und nimmt zusätzlich an, daß

- alle Fasern über die gleiche Festigkeit verfügen.
- die freie Bruchdehnung der Matrix größer ist, als die der spröden Faser ($\epsilon_{mB}^{ex} > \epsilon_{fB}$).
- die Matrix bei longitudinaler Belastung der UD-Schicht eine einachsige Zugbelastung erfährt,

dann ist die Zugfestigkeit des Verbundes durch die Faserbruchdehnung ϵ_{fB} festgelegt (Bild 1) und kann mit Hilfe der Mischungsregel beschrieben werden /35/.

$$\sigma_{11B}(T) = \sigma_{fB} \cdot \phi + (\sigma_m') \cdot (1 - \phi) \quad (2.9)$$

mit (σ_m')Matrixspannung bei $\epsilon_{11} = \epsilon_{fB}$.

Mit $\sigma_m \ll \sigma_{fB}$ gilt:

$$\sigma_{11B}(T) \approx \sigma_{fB} \cdot \phi \quad (2.9b)$$

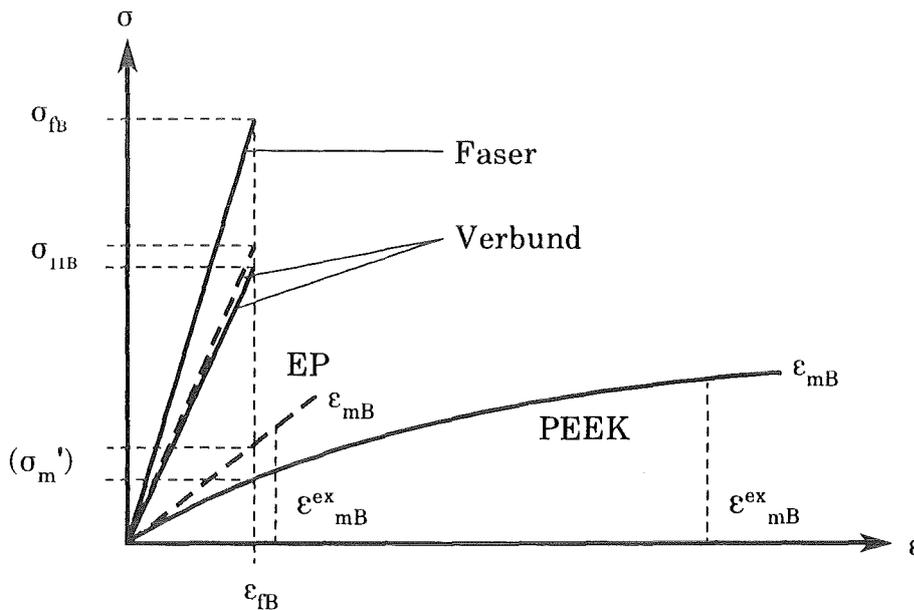


Bild 1: Festigkeit einer unidirektionalen Verbundschicht nach Gl. (2.9)

Gl. (2.9) ist nur für hohe Faservolumenanteile gültig /35, 36/ und gründet sich auf einen bestimmten Versagensablauf: Im Bereich des Faserbruchs sind die Spannungskonzentrationen in der Matrix so groß, daß diese ebenfalls bricht. Da alle anderen Fasern gleich fest sind, versagt die gesamte UD-Schicht. Die Zugfestigkeit wird somit durch die maximale Zugfestigkeit der Fasern bestimmt. Die nachfolgend beschriebenen Experimente belegen, daß dies für einen Fasertyp (AS4) tatsächlich erfüllt ist, obwohl die Faserbrüche nicht gleichzeitig sondern statistisch verteilt auftreten. Erfüllt ist dies nicht bei quasistatischer Belastung der Verbunde mit den Fasertypen T300 und M40JB sowie im schwellenden Belastungsfall.

Nicht-ideale Bedingungen

Da meist kaum eine der genannten Bedingungen erfüllt ist, liefert Gl. (2.9) zu große Abschätzungen der Zugfestigkeit /12, 14, 35, 37/.

In der Realität verfügen die Kohlenstofffasern herstellungsbedingt über Schwachstellen (Hohlräume, Einschlüsse), die statistisch über ihre Länge verteilt sind. Die Festigkeiten variieren daher bis zu 20% /37/, und die einzelnen Fasern versagen an vielen verschiedenen Stellen der Verbundschicht.

Wird ein UD-Verbund nun in Faserrichtung auf Zug belastet, so brechen zunächst die schwächsten Fasern. Im Bereich des Faserbruches wird dann durch Matrixscherung die Zuglast auf die benachbarten Fasern übertragen (Bild 2).

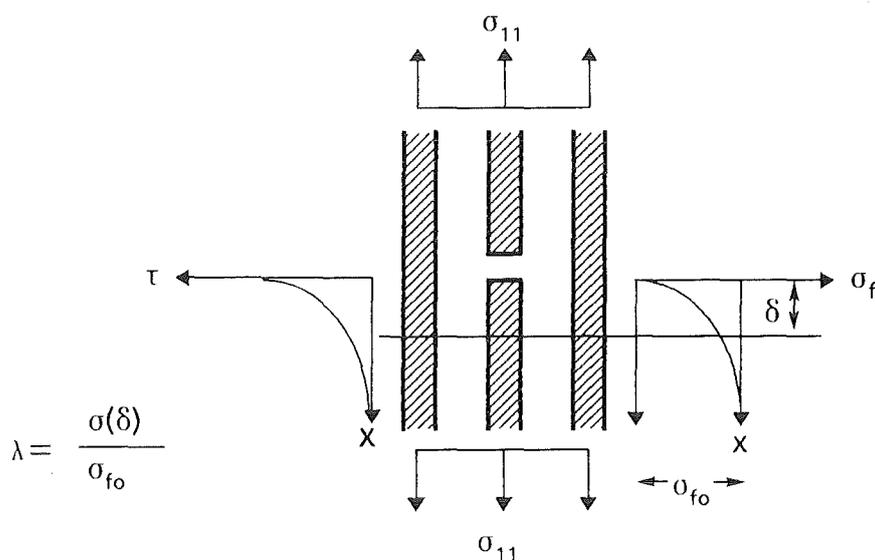


Bild 2 : Spannungen an einer gebrochenen Faser

Die Schubspannungsverteilung $\tau(x)$ entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche an einem Faserende wurde von Rosen /38/ mittels einer Scherverzögerungsanalyse bestimmt. Ausgangspunkt ist dabei eine äußere, longitudinale Faserlast $\sigma_{f_0} = f(\sigma_{11})$ (Bild 2). Unter der Annahme, daß die Fasern axial und die Matrix ausschließlich auf Scherung belastet werden, ergibt sich für die resultierende Schubspannung $\tau(x)$:

$$\frac{\tau(x)}{\sigma_{f_0}} = \frac{1}{2} \left(\frac{G_m(T)}{E_f} \right)^{1/2} \cdot \left(\frac{\phi^{1/2}}{1-\phi^{1/2}} \right)^{1/2} (\cosh \eta x - \sinh \eta x) \quad (2.10)$$

mit

$$\eta(T)^2 = \left(\frac{G_m(T)}{E_f} \right) \cdot \left(\frac{\phi^{1/2}}{1-\phi^{1/2}} \right) \cdot \left(\frac{2}{d_f} \right)^2$$

xAbstand vom Faserbruch in 11-Richtung

σ_{f_0} ...axiale Faserlast in großer Entfernung vom Faserbruch

d_fFaserdurchmesser

ϕFaservolumengehalt

Für die Änderung der axialen Faserlast in 11-Richtung gilt dann

$$\frac{\sigma_f}{\sigma_{f_0}} = 1 + \sinh \eta x - \cosh \eta x \quad (2.11)$$

Die Schädigung wird überbrückt, d.h. auch die gebrochene Faser trägt weiter die volle Last. Die ineffektive Länge δ bezeichnet dabei den Abstand vom Faserende, der benötigt wird, den Bruchteil λ der vollen Faserlast σ_{f_0} wieder einzuleiten (Bild 2):

$$\frac{\delta}{d_f} = \frac{1}{2} \cdot \left| \left(\frac{E_f}{G_m(T)} \right) \left(\frac{1-\phi^{1/2}}{\phi^{1/2}} \right) \right|^{1/2} \cdot \cosh^{-1} \left| \frac{1+(1-\lambda)^2}{2(1-\lambda)} \right| \quad (2.12)$$

Nach (2.12) ist $\delta \sim (E_f/G_m)^{1/2}$ und liegt für die hier betrachteten Verbundtypen in der Größenordnung von $2d_f$.

Die obige Betrachtung gilt allerdings nur eingeschränkt unter folgenden Bedingungen:

- optimale Haftfestigkeit
- der Faserbruch zieht keine Matrixrisse nach sich, Matrixschädigung wird ausgeschlossen.

Gl. (2.10) bildet dabei die Verknüpfung zwischen Axial- und Schubspannung, d.h. die Scherübertragung der Matrix spielt bei longitudinaler Zugbelastung eine entscheidende Rolle. Das Scherverhalten der Matrix wird daher in separaten Torsionsversuchen an umfangsgewickelten Rohren quasistatisch und zyklisch getestet (s. Kap.1.2).

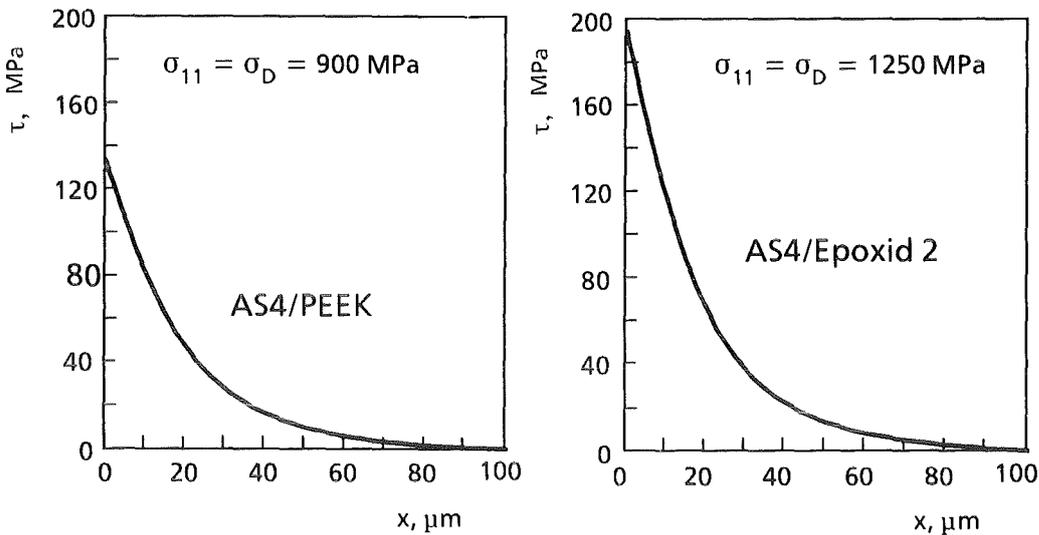


Bild 3: Schubspannungsverläufe an einer gebrochenen Faser nach Gl. (2.10)
 x = Abstand vom Faserbruch in Faserrichtung

In den Bildern 3 und 4 sind Beispiele der nach Gl. (2.10) und (2.11) berechneten Spannungsverteilungen an einer gebrochenen Faser für die Verbundsysteme AS4/PEEK bzw. AS4/Epoxid 2 dargestellt. Im Hinblick auf die Ermüdungsuntersuchungen wurde dabei als angelegte äußere Last σ_{11} das Dauerfestigkeitsniveau des entsprechenden Werkstoffes bei zyklischer Zugbelastung und $T=77\text{K}$ angenommen. Für die mikromechanischen Berechnungen wurden die Kennwerte aus 3.1.2), 3.1.4) sowie die Matrixsteifigkeiten aus 4.2.1) herangezogen. Die Umrechnung von $\sigma_{f0} = f(\sigma_{11})$ erfolgte nach der Mischungsregel (2.9). Für die Schubspannung der Matrix ergibt sich folgendes:

- Die Schubspannung $\tau(x)$ tritt streng lokalisiert auf und fällt innerhalb einer kurzen Übertragungslänge ab.
- Bei Hinzufügung der thermisch induzierten Schubspannungen zu den Werten von Bild 3 ergibt sich ein τ_{max} von ca. 155 MPa für AS4/PEEK und 215 MPa für AS4/Epoxid 2. Für reines PEEK wurde eine Scherfestigkeit von ca. 150 MPa bei 77K gemessen (Kap. 4.2.1), d.h. die oben beschriebene Schubbelastung liegt im Bereich der Matrixscherfestigkeit. Die Scherfestigkeit der Epoxid-Matrix dürfte dagegen weit überschritten sein, da die kryogenen Scherfestigkeiten von Polymeren maximal 200 MPa (bei 4.2 K) betragen /39/.

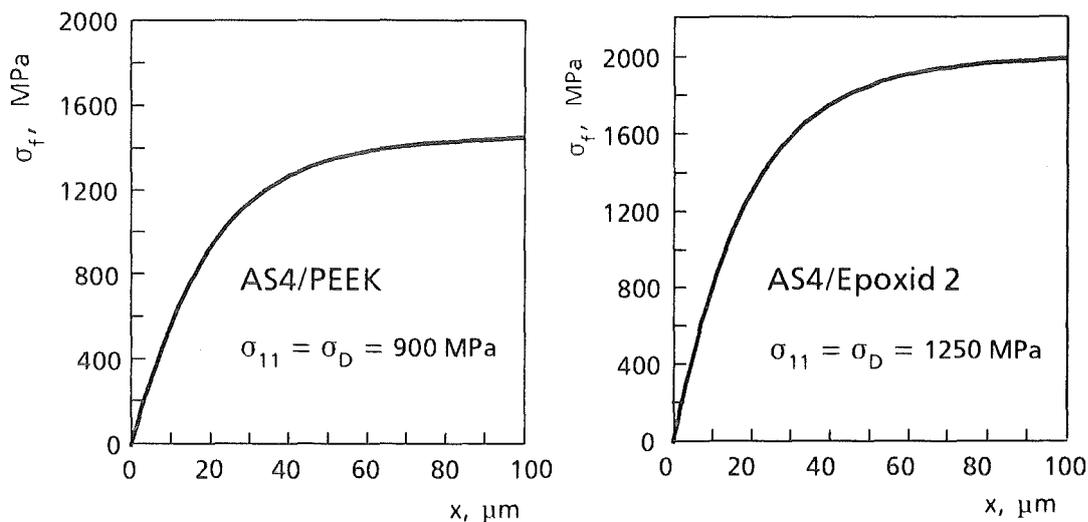


Bild 4: Fasertensungsverläufe an einer gebrochenen Faser nach Gl. (2.11)
 x = Abstand vom Faserbruch in Faserrichtung

Für die Rißzähigkeiten K_{IC} der betrachteten Matrixmaterialien bei 77 K gilt zudem /39/,

$$K_{IC}(\text{Epoxid}_{\text{bulk}}) \approx 1/5 K_{IC}(\text{PEEK}_{\text{bulk}})$$

d.h., es ist sehr wahrscheinlich, daß sich an den Faserbrüchen in der Epoxid-Matrix Querrisse bilden, während die rißzähere PEEK-Matrix intakt bleibt. Die einzige Reaktion der PEEK-Matrix an diesen Punkten hoher Spannungen besteht in einer Orientierung der Makromoleküle.

Bei den experimentell gefundenen Dauerfestigkeitsniveaus (Kap. 4.1.4) wird im Faserbruchbereich also zumindest die Scherfestigkeit der Epoxid-Matrix drastisch überschritten, und es finden Rißprozesse statt, die zum Abbau der Schubspannungen führen. Bei PEEK hingegen ergibt sich aus diesen Betrachtungen wegen der hohen Duktilität, der hohen Scherfestigkeit und einer guten Faser/Matrix-Haftung kein Anlaß zur Rißbildung.

Die folgenden Betrachtungen beziehen sich daher im wesentlichen auf die Epoxid-Matrix.

Rißbildung in der Epoxid-Matrix im Bereich eines Faserbruches

Bei tiefen Temperaturen kann zwischen zwei Versagensmöglichkeiten unterschieden werden (Bild 5):

- a) Scherversagen der Interface-Schicht mit der Folge von Delaminationen im Bereich der gebrochenen Faser (Bild 5a). Die Verbundschicht zerfasert in Längs-

richtung. Da die benachbarten Fasern durch diese Rißausbreitung nicht geschädigt werden, behält (2.9) annähernd seine Gültigkeit.

- b) Von der gebrochenen Faser breitet sich ein scharfer Matrixrißquerriß aus (Bild 5b).

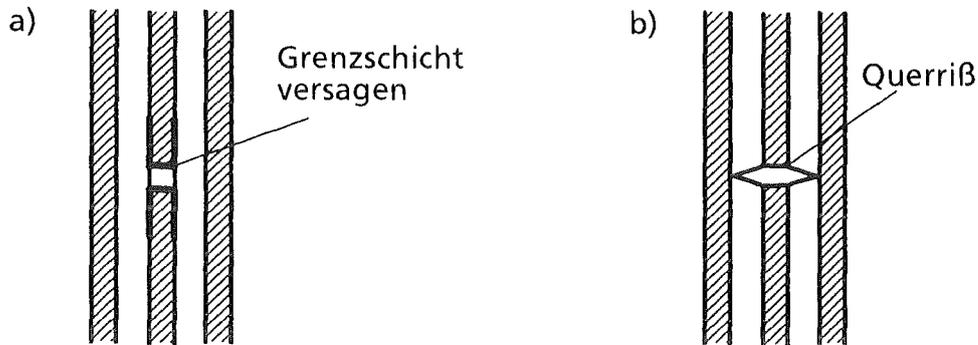


Bild 5 : Versagensprozesse an einer gebrochenen Faser /36/

Durch die Querrißbildung in der Epoxid-Matrix sinkt der effektive Schubmodul G_m . Dies bedeutet, daß nach Gl. (2.10) die Schubspannungsspitze im Bereich des Faserendes reduziert wird. Dafür treten nun an anderer Stelle Probleme auf: Die Spitze des gebildeten Querrisses ist mit Spannungskomponenten $\Delta\sigma_1$, $\Delta\sigma_2$, $\Delta\tau_{12}$, wie in Bild 6 gezeigt, behaftet. Deren Wirkungen werden im Folgenden behandelt:

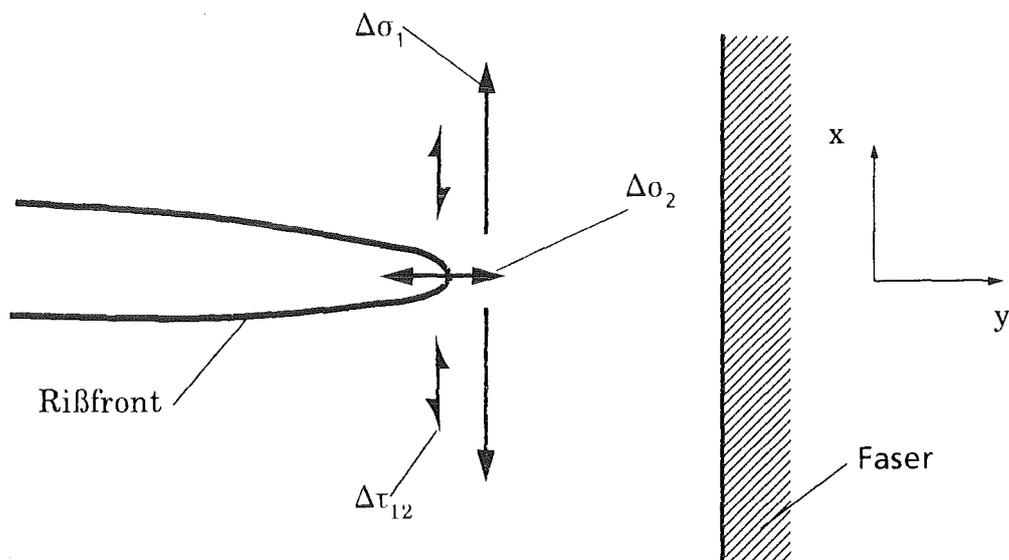


Bild 6 : Spannungssystem an einem Riß

$\Delta\sigma_1$ -Belastungskomponente

Durch die Komponente $\Delta\sigma_1$ erfahren die Fasern eine Spannungsspitze, deren Verlauf in Abhängigkeit vom Abstand x zur Rißspitze von Aveston, Kelly /40/ näherungsweise durch die folgende Funktion beschrieben wird:

$$\Delta\sigma_1(x) = \Delta\sigma_{1max} \cdot \exp(-\psi(T) x) \quad (2.13)$$

mit

$$\Delta\sigma_{1max} = \frac{\sigma_{11}}{\phi} - \varepsilon_{11} E_f$$

$$\psi(T) = \left(\frac{2 G_m(T) E_{11}}{(1-\phi) E_f E_m(T)} \right)^{1/2} \cdot \frac{2}{d_f [\ln(2R/d_f)]^{1/2}}$$

$$R = \frac{d_f}{2} \left(\frac{\pi}{2 (3^{1/2}) \phi} \right)^{1/2}$$

$\varepsilon_{11}, \sigma_{11}$...äußere, angelegte Last, bei der sich der Querriß bildet
 $2R$Faserabstand bei hexagonaler Faseranordnung

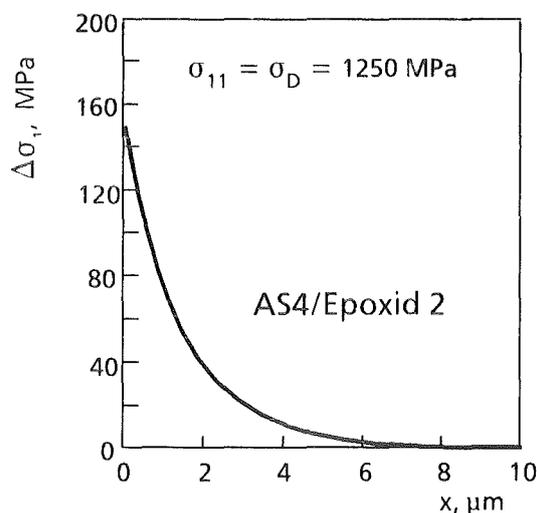


Bild 7: $\Delta\sigma_1$ -Spannungsverlauf im Rißspitzenbereich nach Gl. (2.13)

Nehmen wir an, die äußere Last σ_{11} sei wiederum durch das Dauerfestigkeitsniveau des Systems AS4/Epoxy 2 gegeben, so belegt Bild 7, daß die longitudinale Spannungsspitze $\Delta\sigma_1$ im Rißspitzenbereich vernachlässigbar klein ist und keinen Faserbruch verursachen kann.

Schubspannungsüberhöhung $\Delta\tau_{12}$ im Rißspitzenbereich

Der Schubspannungsverlauf in der Grenzfläche ist näherungsweise gegeben durch /40/:

$$\Delta\tau_{12}(x) = \frac{d_f}{4} \Delta\sigma_{1max} \cdot \psi(T) \cdot \exp(-\psi(T) x) \quad (2.14)$$

$$\Delta\tau_{12max}(T) = \frac{d_f}{4} \Delta\sigma_{1max} \cdot \psi(T) \quad (\text{für } x=0) \quad (2.15)$$

Die Schubspannung $\Delta\tau_{12}$ (Bild 8) tritt stark lokalisiert auf. Ihr Maximum (Gl. 2.15) liegt an an der Rißspitze ($x=0$) und übersteigt die Matrixscherfestigkeit vom Epoxid ($\Delta\tau_{12max} = 182 \text{ MPa}$).

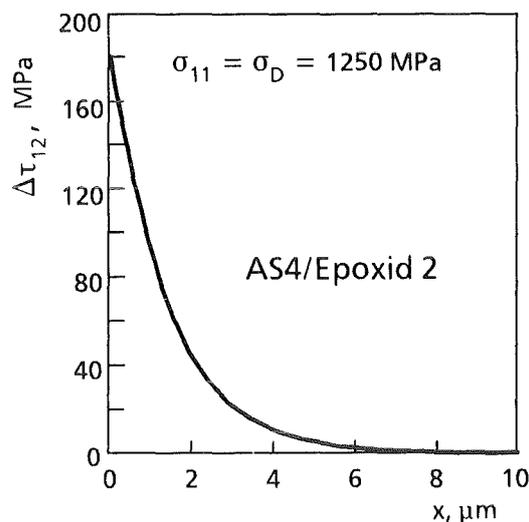


Bild 8: $\Delta\tau_{12}$ - Spannungsverlauf im Rißspitzenbereich nach Gl. (2.14)

Aveston, Kelly /40/ kommen rechnerisch zu dem Ergebnis, daß die Schubspannungsspitze $\Delta\tau_{12max}$ nur durch eine partielle Delamination wirksam abgebaut wird. Für den Fall, daß gilt:

$$\Delta\tau_{12max} > \tau_{12B}$$

mit τ_{12B} ...Scherfestigkeit der Grenzschicht,

wird die Delamination solange wachsen, bis gilt:

$$\Delta\tau_{12max} \leq \tau_{12B}$$

Unter der Annahme, daß $\Delta\sigma_{l_{max}}$ aus Gl. (2.13) näherungsweise durch die Matrixfestigkeit σ_{mB} und den Faservolumengehalt ϕ bestimmt wird,

$$\Delta\sigma_{l_{max}}(T) = \frac{(1-\phi)}{\phi} \cdot \sigma_{mB}(T) \quad (2.16)$$

kann auf die Grenzflächenscherfestigkeit τ_{12B} geschlossen werden

$$\frac{(1-\phi)}{\phi} \sigma_{mB}(T) \leq 2 \tau_{12B}(T) \left(\frac{\ln(2R/d_f) (1-\phi) E_f E_m(T)}{2 E_{11} G_m(T)} \right)^{1/2} \quad (2.17)$$

Die Berechnung von $\tau_{12B}(\text{min})$ nach Gl. (2.17) ergibt einen Wert von 116.4 MPa für AS4/Epoxid 2; dies entspricht der experimentell gefundenen Scherfestigkeit von 120.7 MPa (Kap. 4.2.2). Durch die oben beschriebene Bedingung wird auch die Delaminationslänge l festgelegt. In der Literatur wird $l \approx 2 d_f$ bei intakter Matrix angegeben /15, 41/. Bei zerrissener Matrix wird d_f dagegen stark zunehmen.

$\Delta\sigma_2$ -Belastungskomponente

Die Komponente $\Delta\sigma_2$ kann zweierlei verursachen:

- Durch $\Delta\sigma_2$ erfahren die Kohlenstofffasern eine transversale Zugspannung. Diese transversale Zugbelastung könnte sich schädigend auf die stark anisotropen Kohlenstofffasern (geringe transversale Faserfestigkeit) auswirken.
- Die Komponente $\Delta\sigma_2$ führt, wie die Schubspannung τ_{12} , zum Grenzschichtversagen. Cook und Gordon /42/ untersuchten die Linien von $\Delta\sigma_1$, $\Delta\sigma_2$, $\Delta\tau_{12}$ und fanden hierbei, daß die Spannungskonzentration $\Delta\sigma_2$ nicht nur auf die Rissspitze beschränkt ist, sondern daß sich innerhalb der Risfebene in geringem Abstand eine weitere Spannungsspitze $\Delta\sigma_{2max}$ befindet (Bild 9), die wie die Komponente $\Delta\tau_{12}$ zum Grenzschichtversagen führt. Es ist also anzunehmen, daß beim Epoxid-Verbund, sobald der Querriß auf die Faser trifft, Delaminationen erzeugt werden, die als Rißstopper wirken (Cook-Gordon-Effekt, Bild 10).

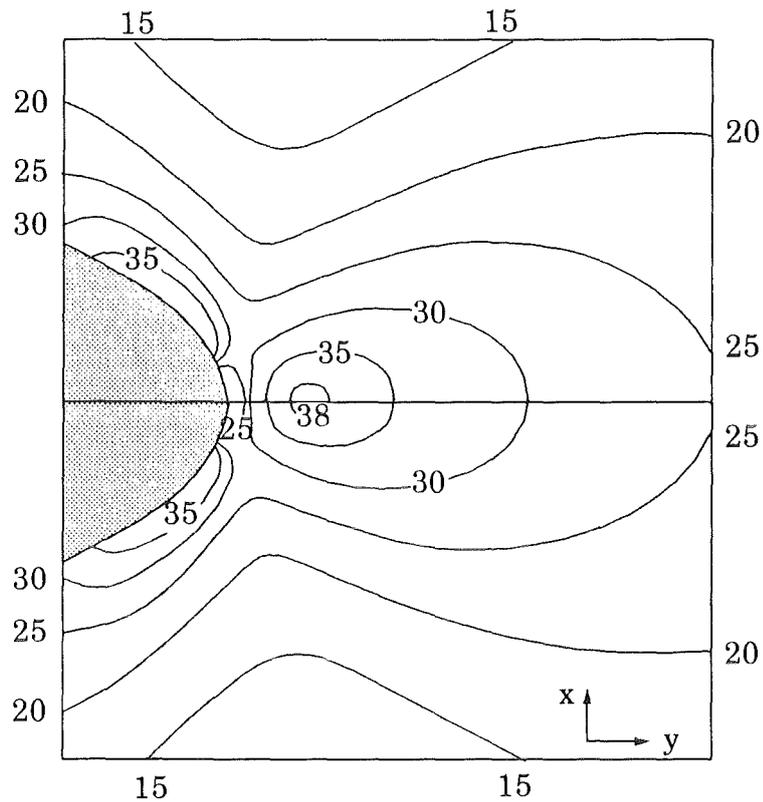


Bild 9: $\Delta\sigma_2$ -Spannungslinien im Rißspitzenbereich /42/

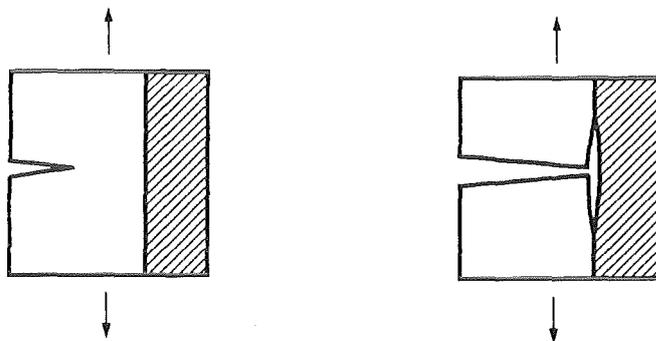


Bild 10: Rißstop durch anschließende Delamination /42/

Zusammenfassend sei angemerkt, daß die Festigkeitsverhältnisse in einem unidirektionalen Verbundwerkstoff unter longitudinaler Zugbelastung durch die Faserfestigkeitsverteilungen sowie durch Versagensprozesse bestimmt werden, die von gebrochenen Fasern ausgehen. Hierbei spielen die Scherbelastungen der Matrix an Punkten hoher Spannungen eine wichtige Rolle.

Die theoretische Betrachtung weist diesbezüglich die Tendenz auf, daß duroplastische und thermoplastische Polymere vollkommen unterschiedlich auf Spannungsüberhöhungen reagieren. Im Epoxid-Harz erfolgt der Spannungsabbau, bedingt durch eine hohe Sprödigkeit und begrenzte Haftung, mittels der Bildung von Rissen und Delaminationen. Diese Prozesse werden in der rißzähen und gut haftenden PEEK-Matrix unterdrückt.

Ausgehend von diesen Betrachtungen wird hinsichtlich der zyklischen Zugbelastung entscheidend sein, welche Schadensmechanismen die Schubspannungsübertragungsfunktion der Matrix $\tau(x)$ in Gleichung (2.10) zerstören. Dies können sein:

- Schädigung in Form von Längs- und Querrissen sowie Delaminationen
- Ermüdung des Matrixpolymeren.

Die nachfolgend beschriebenen Messungen belegen daß der erste Mechanismus für die duroplastischen und der zweite für die thermoplastischen Matrixmaterialien dominant ist.

2.3.2) Belastung senkrecht zur Faserrichtung

Bei Belastung senkrecht zur Faserrichtung ist das komplexe Zusammenwirken folgender Faktoren zu berücksichtigen: die Eigenschaften beider Komponenten, Haftfestigkeit, Fehlstellen sowie die Wechselwirkungen zwischen Faser und Matrix. Die gemessenen Querkzugfestigkeiten liegen daher meist weit unterhalb der Festigkeit der Matrix selbst.

Die Komponenten sind in diesem Belastungsfall in Reihe geschaltet. Die Fasern wirken aufgrund ihrer viel größeren Steifheit gegenüber der Matrix wie Kerben. Sind die Fasern fest an die Matrix gebunden, so hängt σ_{22B} in erster Linie von der Matrixfestigkeit ab. Im Falle von $\sigma_{\text{Haftung}} > \sigma_{\text{mb}}$ führen insbesondere Spannungskonzentrationen im Polymeren zum vorzeitigen Versagen. Unter der Berücksichtigung maximaler Spannungskonzentrationen für eine quadratische Faseranordnung sowie eines uniaxialen Belastungszustandes in der Matrix gibt Chamis /43/ folgende Abschätzung der Querkzugfestigkeit an:

$$\sigma_{22B}(T) = \sigma_{mB}(T) \cdot \left| \frac{1 - (4\phi/\pi)^{1/2} \cdot A(T)}{1 - \phi \cdot A(T)} \right| \quad (2.18)$$

mit

$$A(T) = \left(1 - \frac{E_m(T)}{E_{f22}} \right)$$

Einen anderen halbempirischen Ansatz für den Spannungskonzentrationsfaktor in einer quadratischen Faseranordnung geben Noyes und Jones /44/:

$$\sigma_{22B}(T) = \sigma_{mB}(T) \cdot \left| \frac{1}{0.1 + e \phi} \right| \quad (2.19)$$

In der Realität gilt $\sigma_{\text{Haftung}} < \sigma_{mB}$. Des weiteren unterliegt die Matrix, bedingt durch die auftretenden Spannungskonzentrationen, Querkontraktionseffekte und thermische Spannungen einem mehrachsigen Spannungszustand. Zusätzliche Spannungskonzentrationseffekte resultieren aus der Wechselwirkung der Kohlefasern mit den im Verbund vorhandenen Fehlstellen.

2.3.3) Ebene Schubbelastung (Torsion)

Die interlaminare Scherfestigkeit τ_{ILS} einer unidirektionalen Verbundschicht wird bestimmt durch die entsprechenden Scherfestigkeiten der Matrix und der Grenzschicht. Entscheidend für die Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Komponenten sind der Faservolumengehalt und Porösitätsanteil.

Zahlreiche halbempirische Abschätzungen für τ_{ILS} gehen von der Annahme eines fehlerfreien Verbundes mit fester Faser-Matrix-Anbindung aus. Hashin /45/ nimmt die Scherfestigkeit der Matrix τ_m als unteren, Shu und Rosen /46/ geben $\tau_m \cdot (4/\pi)$ als oberen Grenzwert für τ_{ILS} an. Nach Chamis /47/ begrenzt die maximal mögliche Scherdeformation der Matrix die Scherfestigkeit der unidirektionalen Verbundschicht.

Entscheidend für die Scherfestigkeit sind die auftretenden Spannungskonzentrationen in der Matrix bedingt durch die Gegenwart der steiferen Fasern. Die Spannungsmaxima liegen in der Grenzschicht /23, 48/. Reynolds und Hancox /49/ zeigen, daß im Falle des Versagens der Matrix folgende Beziehung Gültigkeit besitzt /48/:

$$\beta^2 \cdot \frac{\tau_c^2}{G_c} = \frac{\tau_m^2}{G_m} \quad (2.20)$$

Der Scherspannungskonzentrationsfaktor β ist eine Funktion des Faserabstandes und damit abhängig vom Faservolumengehalt ϕ (Bild 11). Für $\phi > 0.6$ steigt β stark an, und die Scherfestigkeit der Verbundschicht nimmt dementsprechend ab.

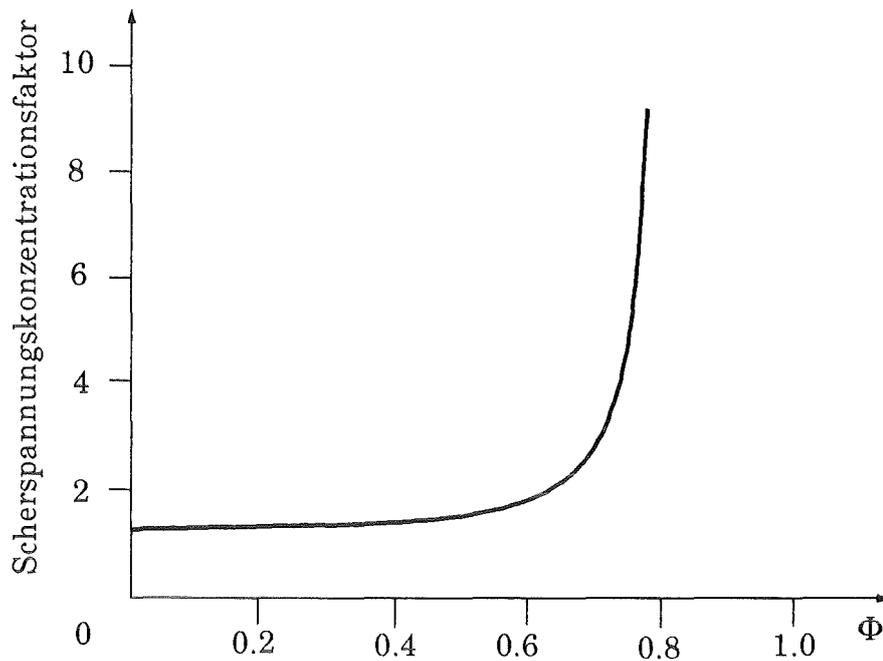


Bild 11 : Scherspannungskonzentrationsfaktor β in Abhängigkeit vom Faservolumengehalt Φ /48/, experimentell verifiziert /49/

2.4) Elastizitätsgrößen

Zur Bestimmung der thermischen Ausdehnung sowie der Abschätzung der Festigkeiten in Kapitel 2.3) werden die Elastizitätsgrößen benötigt. Die ebenen elastischen Eigenschaften einer unidirektionalen Laminatschicht lassen sich mit den vier unabhängigen elastischen Konstanten E_{11} , E_{22} , ν_{21} und G_{12} beschreiben. (Der erste Index einer elastischen Größe charakterisiert dabei die orthotrope Richtung der gemessenen Größe, der zweite Index die damit verbundene Belastungsrichtung.) Die Ermittlung der Grundelastizitätsgrößen geschieht entweder experimentell oder mittels mikromechanischer Berechnungen aus den Kennwerten von Faser und Matrix.

Hierbei werden isotropes und linear elastisches Verhalten von Faser und Matrix vorausgesetzt. Die Fasern sind perfekt ausgerichtet und gleichmäßig im Verbund verteilt. Zwischen beiden Komponenten existiert optimale Haftung. Da in der Praxis keine dieser Forderungen erfüllt ist, können die folgenden analytischen Beziehungen lediglich Näherungslösungen für die Grundelastizitätsgrößen liefern.

Bei einachsiger Belastung einer UD-Schicht in Faserrichtung erfahren die parallelgeschalteten Faser und Matrix die gleiche Dehnung ($\epsilon_c = \epsilon_f = \epsilon_m$). Die Berechnung des Elastizitätsmoduls in Faserrichtung erfolgt nach der Mischungsregel

/35/ aus den Elastizitätsmoduli der Faser und der Matrix sowie dem Faservolumengehalt ϕ . Der Elastizitätsmodul der Faser wird hierbei als temperaturinvariant betrachtet.

$$E_{11}(T) = E_f \cdot \phi + E_m(T) \cdot (1 - \phi) \quad (2.21)$$

Bei Transversal- und Schubbelastung führen die Ansätze der Mischungsregel generell zu falschen Resultaten /50/. Stattdessen existieren zahlreiche, z.T. halbempirische und von der Mischungsregel abgeleitete Formeln, die für Raumtemperatur gültig sind. In dieser Arbeit soll überprüft werden, ob sich die hier vorgestellten Gleichungen auch bei tiefen Temperaturen anwenden lassen

Für den transversalen Elastizitätsmodul liegt eine von Förster und Knappe /51/ entwickelte Beziehung vor,

$$E_{22}(T) = \frac{E_m(T)}{(1 - \phi)^{1.45} + \phi \cdot \frac{E_m(T)}{E_{f22}}} \quad (2.22)$$

Für den Schubmodul gibt es eine ganze Reihe von mikromechanischen Abschätzungen:

1) Puck, /52/:

$$G_{12}(T) = \frac{G_m(T) \cdot (1 + 0.6 \cdot \phi^{1/2})}{\left(\frac{G_m(T)}{G_f} \cdot \phi + (1 - \phi)^{1.25} \right)} \quad (2.23)$$

Die Gleichungen (2.22) und (2.23) wurden für glasfaserverstärkte Polymere bestimmt und gehen daher von isotropen Fasereigenschaften aus. Setzt man vereinfachend voraus, daß die Kohlenstofffaser isotrop ist, kann der Faserschubmodul gemäß /53/

$$G_f = \frac{E_f}{2 \cdot (1 + \nu_f)} \quad (2.24)$$

berechnet werden.

2) Die Halpin-Tsai-Gleichung /54/ beschreibt den Zusammenhang zwischen den Schubmoduli eines UD-Verbundes und der entsprechenden Matrix

$$\frac{G_{12}(T)}{G_m(T)} = \frac{(1 + \delta \cdot \eta(T) \cdot \phi)}{(1 - \eta(T) \cdot \phi)} \quad (2.25)$$

mit

$$\eta(T) = \frac{\left(\frac{G_f}{G_m(T)} - 1 \right)}{\left(\frac{G_f}{G_m(T)} + \delta \right)}$$

und der empirischen Verstärkungskonstante δ (δ wird für $\phi > 0.5$ geringfügig größer als 1 /55/).

Nach (2.25) wird der Schubmodul $G_c(T)$ im wesentlichen durch $G_m(T)$ und weniger G_f bestimmt. Unter der Annahme, daß $G_f \gg G_m(T)$, vereinfacht sich (2.25) zu

$$\frac{G_{12}(T)}{G_m(T)} \approx \frac{(1 + \delta \cdot \phi)}{(1 - \phi)} \quad (2.25b)$$

Will man den in der Matrix vorhandenen Hohlraumanteil p mitberücksichtigen, so führt dies zu einer Korrektur von $G_m(T)$ in (2.25). Nach Purslow /22/ steht die von Jones und Noyes /56/ analytisch hergeleitete Beziehung

$$\frac{G_{mv}(T)}{G_m(T)} \approx \frac{1-p}{1+p \cdot b(T)} \quad \text{mit } b(T) = \frac{2(4-5\nu_m(T))}{7-5\nu_m(T)} \quad (2.26)$$

ν_m = Poisson-Zahl der Matrix

in guter Übereinstimmung mit experimentellen Ergebnissen.

3) Alternativ zur Halpin-Tsai-Gleichung entwickelte Sendeckyj /57/ analytisch eine exakte Gleichung für Faservolumenanteile bis zu 70%, die sich für quadratische Faseranordnungen vereinfacht zu

$$\frac{G_{12}(T)}{G_m(T)} = \frac{(1+2A)}{(1-A)} \cdot \left| \frac{3A^2}{(1-A) \cdot \left(\frac{\pi^2}{\phi^2} - A^2 \right)} \right| \quad (2.27)$$

mit

$$A = \eta(T) \cdot \phi$$

3) Durchführung der Versuche

3.1) Beschreibung der untersuchten Faserverbundtypen

Um den Einfluß der Faser- und Matrixeigenschaften auf das statische und zyklische Verhalten eines Faserverbundes zu untersuchen, wurde bei der Auswahl der Komponenten nach folgenden Kriterien vorgegangen:

- Die Verstärkungsfasern sollen über verschiedene Elastizitäts- und Festigkeitseigenschaften verfügen.
- Die Matrixwerkstoffe sollen sich in ihrer Zähigkeit bzw. Dehnbarkeit bei tiefen Temperaturen voneinander unterscheiden. Diese Eigenschaften sind im Hinblick auf die kryogene Anwendung sehr wichtig. Bedingt durch die unterschiedliche thermische Kontraktion beider Verbundkomponenten wird beim Abkühlen die Matrix auf Zug vorgedehnt. Diese Zugdehnungen können bis zu 1% betragen (Kap. 2.2) und nehmen bei kryogenen Temperaturen einen beträchtlichen Teil der freien Bruchdehnung weg. Der Matrixwerkstoff sollte daher über eine große Dehnbarkeit bei tiefen Temperaturen verfügen.
- Bei den Untersuchungen darf nicht außer acht gelassen werden, daß sich die hergestellten Verbunde hinsichtlich der Haftfestigkeit zwischen Faser und Matrix sowie ihrem Fehlstellenanteil voneinander unterscheiden. Eine umfangreiche Qualitätskontrolle ist also unerlässlich, um einen sinnvollen Vergleich von verschiedenen Verbunden zu ermöglichen.

3.1.1) Matrixpolymere

Mechanische und thermische Kenndaten der Matrixpolymere sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Duroplastische Matrixwerkstoffe

Im Duroplasten sind die Makromoleküle durch kovalente, chemische Bindungen miteinander verknüpft. Die Vernetzung geschieht mittels chemischer Reaktion von Harz und Härter. Aufgrund der Vernetzung verhalten sich die Duroplaste sehr spröde und zeigen niedrige Bruchdehnungen. Als Matrixpolymere wurden Epoxid-Harz-Systeme unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung verwendet.

Die sogenannten "reinen" Duromere oder Zweikomponenten-Systeme entstehen durch bifunktionelle Vernetzung einer Epoxid-Harz-Komponente mit einem Diaminhärter.

E162 E113: Epikote 162 /58/ ist ein Epoxidharz auf der Basis von Epichlorhydrin und einem aliphatischen Polyol. Durch Kalthärtung mit Epikure 113 /59/, einem cycloaliphatischen Diaminhärter, entsteht ein aromatenfreies Duromer (Harz/Härter-Mischungsverhältnis 100:38).

LY556 HT972: Dieser Standard-Duroplast ist das Reaktionsprodukt eines warmhärtenden Systems (Härtungstemperatur 140 °C) aus dem aromatischen, bifunktionellen Epoxid-Harz LY556 auf der Basis von Bisphenol A/Epichlorhydrin und HT 972, einem aromatischen Diaminhärter (Diamino-Diphenyl-Methan) /60/. Das Harz/Härter-Mischungsverhältnis beträgt 100:27. Für LY556 HT972 wurden niedrigere Steifigkeiten bzw. höhere Bruchdehnungen gefunden als für E162 E113 (Tabelle 3).

Tabelle 3: Thermische und mechanische Kennwerte der Matrixpolymere bei 293K /58-62/

Kurzzeichen	Bezeichnung	Hersteller	σ_B MPa	E GPa	ϵ_B %	T_g K
Epoxid 1	E162 E113	Shell	55	3.8	6	≤ 356
Epoxid 2	LY556 HT972	Ciba	86	2.8	11	436
PEEK ¹⁾	Victrax	ICI	90	3.9	150	416
PC 3200	Makrolon 3200	Bayer	65	2.5	110	423

T_g = Glastemperatur

¹⁾ In den entsprechenden AS4/PEEK-Verbunden wird ein modifiziertes PEEK eingesetzt /62/.

Die hier verwendeten modifizierten Epoxide sind höherviskose Mehrkomponenten-Systeme, bestehend aus einem Gemisch von Epoxid-Harzen unterschiedlicher Kettenlänge, verschiedener Härter sowie tetrafunktionellen Epoxidgruppen als Modifier. Die Härtungstemperatur beträgt 120 - 130 °C. Die hier untersuchten Systeme sind nur als mit Fasern verstärkte EP-Prepregs am Markt. Mechanische Kennwerte der reinen Duromere liegen daher nicht vor. Die genauen chemischen Zusammensetzungen sind nur den Herstellern bekannt. Diesbezüglich unterscheiden sich die hier untersuchten Epoxide (als Prepreg mit T300- oder G30-500-Fasern) kaum voneinander.

Thermoplastische Matrixwerkstoffe

Im Thermoplasten sind die Makromoleküle durch van der Waals-Kräfte und durch Verschlaufungen miteinander verknüpft. Diese Verschlaufungen lassen

sich wieder lösen, zum einen durch Zufuhr von Wärme, d.h. diese Polymere sind schmelzbar und zum anderen durch äußere Deformation, d.h. diese Polymere verfügen über eine wesentlich höhere Bruchdehnung als die Duroplaste.

Als Thermoplaste kamen das teilkristalline PEEK (Kristallitanteil ca. 30%) und das amorphe Polycarbonat (PC 3200) zum Einsatz. Sie zeichnen sich gleichermaßen durch hohe Zähigkeiten und Bruchdehnungen bei Raumtemperatur aus (Tabelle 3). Unterschiede zwischen beiden Polymeren existieren bezüglich der Haftungseigenschaften. Das PEEK kristallisiert beim Herstellungsprozeß auf die Kohlenstofffaser /63-65/, was zu einer sehr hohen Haftfestigkeit führt. Beim Polycarbonat erfolgt die Haftung wahrscheinlich nur über die van der Waals-Wechselwirkungen basischer und saurer Gruppen von Faser und Polymer und ist daher schwach /66/.

3.1.2) Kohlenstofffasern

Die mechanischen Kenndaten der verwendeten Kohlenstofffasern sind in Tabelle 4 aufgeführt. Für die Untersuchungen wurden verschiedene Typen hochfester Fasern und ein Hochmodul-Fasertyp ausgewählt.

Tabelle 4: Mechanische und thermische Kennwerte der Kohlenstofffasern nach Herstellerangaben

Bezeichnung	Hersteller	σ_{11B} MPa	E_{11} GPa	ϵ_{11B} %	ρ_f g/cm ³	d_f 10 ⁻⁶ m
AS4	Hercules	3850	227	1.6	1.77	7.2
T300	Toray	3530	230	1.5	1.77	7
G30-500	Celion	3900	228	1.7	-	6.7
HTA7	Toho	3960	236	1.6	1.77	7.2
M40JB	Toray	4410	377	1.2	1.77	6

σ = Festigkeit; E = Steifigkeit; ρ = Dichte; d_f = Faserdurchmesser

Mit Ausnahme von PEEK bereitet die Anbindung der polymeren Matrices an die unpolare Kohlenstofffaser große Schwierigkeiten. Die Faseroberflächen werden daher einer chemischen Oxidation unterzogen /67-69/. Die so erzeugten basischen und oxidischen Gruppen können stärkere van der Waals-Kräfte mit den sauren reaktiven Gruppen im EP-Harz aufbauen und eine Haftungsschicht bilden. Be-

dingt durch die faserspezifischen Oberflächenbehandlungen (nur den Herstellern bekannt) unterscheiden sich die einzelnen Fasern in Oberflächengröße und -beschaffenheit sowie Acidität und Polarität und damit in ihren Haftungseigenschaften /67, 68/.

Zur weiteren Verbesserung der Faser/Matrix-Haftung wurden in Kombination mit EP LY556 HT972 und den modifizierten Epoxiden Fasern verwendet, die zusätzlich mit einem Haftvermittler (Finish) versehen waren /69/.

3.1.3) Herstellung der Faserverbundtypen

Sämtliche Plattenhalbzeuge sowie die Rohrprobenkörper wurden von verschiedenen Firmen hergestellt.

Plattenhalbzeuge

Die Dicke aller unidirektionalen Faserverbundplatten betrug bei einer einheitlichen Lagenzahl von 16 und einer Lagendicke von 0.125 mm ca. 2mm.

Zur Herstellung der Halbzeuge mit EP-Matrix (Epoxid 1, 2) wurden die Fasern durch Naß- oder Trockenwickelverfahren mit dem Harz-Härter-Gemisch imprägniert und unter Fadenvorspannung bei einer sehr geringen Steigung auf ein rechteckiges Gesenk gewickelt, das die Längen- und Breitenmaße der Platte besitzt. Bei leicht aufgesetztem Stempel erfolgte anschließend die Entgasung in einer Vakuumkammer. Danach wurden die Laminatschichten nach definiertem Zeit-, Temperaturzyklus verpresst (Druck: 23 bar für EP 1 und 17 bar für EP 2). Das Gesenk ist am Rande abgedichtet, so daß beim Pressen kein Harz entweichen kann und die Querkräfte infolge des Schrumpfungsprozesses beim Abkühlen möglichst klein sind. Diese Verarbeitungsweise verringert wegen der Vorspannung eine Faserschädigung beim Pressen.

Die niedrige Viskosität der Harze von 1 Pa·s /69/ ermöglicht eine gute und homogene Verdichtung von Fasern und Matrix /66/. Die niedrigen Temperaturen während des Preßvorganges gestalten die Verarbeitung unkompliziert. Allerdings kann eine mangelhafte Entgasung aufgrund des hohen Dampfdruckes vom Härter E113 zu höheren Porositäten des Halbzeuges mit EP 1 führen.

Zur Herstellung der unidirektionalen Verbundplatten mit modifizierter Epoxid-Matrix wurden die entsprechenden Prepregs geschichtet und bei einer Temperatur von 135 °C und einem Druck von 3-6 bar im Autoklaven verpresst.

Die geschichteten AS4/PEEK-Prepregs wurden vorgetrocknet und unter einem Kontaktdruck von 5 bar auf 380 °C erwärmt. Hatte sich bei dieser Temperatur thermisches Gleichgewicht eingestellt, erfolgte für die Dauer von ca. 10 Minuten

das eigentliche Pressen bei einem Druck von 14 bar. Optimale Zähigkeitseigenschaften sowie einheitliche Kristallinitätsgrade der PEEK-Matrix stellen sich nach rascher Abkühlung des Laminates auf 200 °C ($\delta T/\delta t$ 10 °/min) ein /70/. Im Gegensatz zum AS4/PEEK-Verbund wurden für den T300/PEEK-Prototyp die beste Verarbeitungsqualität nach langsamer Abkühlung des Laminates (10 °/h) erzielt /71/.

Die Herstellung der anderen Platten mit thermoplastischer Matrix (T300 mit PC 3200 und PEEK) erfolgte mit dem film-stacking-Verfahren /65, 71/, d. h. hier wurden dünne Matrixfolien mit Fasern Schicht für Schicht umwickelt, vorgetrocknet und nach definiertem Zeit- und Temperaturzyklus bei Drücken von 67 bar (PC 3200) bzw. 17 bar (PEEK) verpresst. Der Faserstrang wird nach jedem Wickelvorgang abgeschnitten und muß unter Zug gehalten werden, um eine ausreichende Faserausrichtung zu erhalten. Dies erweist sich häufig als schwierig; Faserwelligkeiten sind die Folge.

Die Probleme mangelhafter Entgasung wie bei den Epoxiden stellt sich bei den thermoplastischen Matrices nicht. Diese lassen sich aufgrund ihrer hohen Verarbeitungstemperaturen (400°C für PEEK und 270°C für Polycarbonat) auch problemlos vortrocknen. Die Verdichtung von Faser und Matrix bereitet infolge der hohen Schmelzviskositäten (1000 Pa·s) allerdings Schwierigkeiten und kann fehlgeordnete Fasern sowie inhomogene Faser-Matrix-Verteilungen zur Folge haben.

Rohrhalbzeuge

Die Wicklung der AS4/Epoxid-Rohre erfolgte im Naßwickelverfahren eines vorgespannten Kohlenstoffasernfadens auf einen rotierenden Dorn.

Zur Herstellung der AS4/PEEK-Rohre wurde ein dünner, vorgespannter Prepreg-Faden auf einen vorgeheizten Dorn gewickelt und die PEEK-Matrix punktuell aufgeschmolzen. Bedingt durch die niedrige Wärmekapazität der erhitzten Zone kühlt sich diese rasch wieder ab /72/.

Die Verwendung schmaler Fäden (6K = 6000 Filamente pro Garn, Fadenbreite 3 mm) ermöglichte den einheitlichen Wickelwinkel von 89° für alle Systeme. Im Gegensatz zu den CFK-Rohren mit Epoxid-Matrix wurde beim AS4/PEEK in beiden Richtungen zur axialen Achse gewickelt, was einem Wickelwinkel von +/- 89° entspricht. Bei einer einheitlichen Lagenzahl von 12 und einer Lagendicke von ca. 0.125 mm betrug die Rohrwandstärke ca. 1.5 mm. Alle Rohrenden wurden nachträglich mit aufgewickelten, konischen Aufdopplern der Kombination HTA7/EP E162 E113 versehen. Sie dienen der Momenteneinleitung im Torsionsexperiment.

3.1.4) Qualitätskontrolle

Ziele der nachfolgend beschriebenen Qualitätskontrolle sind:

- Vermeidung größerer Qualitätsunterschiede der einzelnen Faserverbundhalbzeuge.
- Beantwortung der Frage, welche Fehler unkritisch sind für die statischen und zyklischen Eigenschaften der UD-Verbunde.

ICI Fiberite gibt einheitliche Qualitätswerte für alle APC-2-Halbzeuge an /73, 74/. Stichprobenweise wurden diese überprüft. Die Eigenschaften der anderen Systeme variierten geringfügig von Prüfling zu Prüfling, so daß die folgenden Angaben, wenn nicht anders bezeichnet, grundsätzlich Mittelwerte darstellen.

Plattenhalbzeuge

Angaben über Faservolumengehalt und Raumgewicht wurden von den einzelnen Herstellern bezogen. Die Prüfung der von außen zugänglichen Porosität erfolgte mit der Wasserpenetrationsmethode nach DIN 51918 (Tabelle 5). Stichprobenweise angefertigte Querschliffbilder gaben Aufschluß über Anzahl und Form der Poren sowie die Faser/Matrix-Verteilung. Die Prüfung der mechanischen Eigenschaften (Stichproben) erfolgte mit der Dreipunkt-Biegung nach DIN 29971 (Tabelle 6).¹⁾

Mit Hilfe der Ultraschall-Prüfung (C-Scan) wurde die Defektverteilung in den Platten untersucht. Die hohe Anzahl von Grenzflächen im Verbundwerkstoff ließ häufig nur die Verwendung des Rückwandecheoverfahrens /75/ zu. Hierbei wird die Schwächung des eingestrahnten und von der Rückwand reflektierten Schalls registriert. Der Werkstoff und die geringe Dicke der Platten ermöglichten nur niedrige Arbeitsfrequenzen (5-10 MHz), gleichbedeutend mit einer geringeren Empfindlichkeit. Um einen Anhaltspunkt über die Empfindlichkeit zu erhalten, wurde jede Platte mit einer ca. 0.2 mm tiefen Bohrung versehen. Die Intensität des vollständig reflektierten Rückwandechos liegt im Bereich zwischen 16 und 20 dB. Ein Rückwandecho von ≤ 9 dB kann sicher als Anzeichen eines im Werkstück enthaltenen Fehlers bewertet werden.

Bei sehr guter Homogenität und niedriger Fehlerquote kam zusätzlich die empfindlichere Zwischenechomethode zur Anwendung. Hierbei wird jedes an einem Fehler (mit senkrechter Reflektionsfläche) direkt reflektierte Echo registriert /75/.

¹⁾ Für das System G30-500/Epoxid (mod.) liegen keine Daten vor.

Tabelle 5: Charakterisierung der Plattenhalbzeuge (¹⁾ Herstellerangabe)

Bezeichnung	Faservolumen- gehalt Φ %	Raumgewicht g/cm ³	Porosität %
AS4/PEEK	61.0 ¹⁾	1.45 ¹⁾ , 1.60	<0.5 ¹⁾ , <0.1
AS4/Epoxid 1	61.3 ± 3.7	1.53 ± 0.03	0.48 ± 0.3
AS4/Epoxid 2	61.5 ± 7.3	1.52 ± 0.04	0.08 ± 0.03
T300/PEEK	59.4 ± 0.8	1.60 ± 0.01	0.27 ± 0.1
T300/Epoxid 1	60.1 ± 2.3	1.56 ± 0.04	0.24 ± 0.08
T300/Epoxid 2	67.6 ± 4.3	1.74 ± 0.41	0.11 ± 0.04
T300/Epoxid (modif.)	65.6 ¹⁾	1.76 ¹⁾	<3 ¹⁾ , 0.14
T300/PC 3200	62.0 ¹⁾	1.54 ± 0.01	0.14 ± 0.04
M40 JB/Epoxid 1	62.9 ± 2.6	1.57 ± 0.02	0.15 ± 0.05
M40 JB/Epoxid 2	59.3 ± 2.5	1.53 ± 0.01	0.08 ± 0.03

Tabelle 6: Mechanische Prüfung der Plattenhalbzeuge (DIN 29971)

Bezeichnung	Faser- Finish	Biegefestig- keit MPa	Querbiege- festigkeit MPa	Interlaminare Scherfestigkeit MPa
AS4/PEEK ¹⁾	nein	1880	137	105 ¹⁾ , 128
AS4/Epoxid 1	nein	2010	27.6	56.7
T300/PEEK	nein	1755	157	113
T300/Epoxid 1	nein	1704	28.6	60.2
T300/Epoxid 2	ja	1797	49.1	86.1
T300/Epoxid (mod.) ¹⁾	ja	1730	90	92
T300/PC 3200	nein	1619	48.9	65.4
M40 JB/Epoxid 1	nein	1400	45.5	51.1
M40 JB/Epoxid 2	ja	1460	-	74.7

Die Verbundplatten aus AS4- bzw. T300-Faser und Epoxid 1-Matrix zeigten die höchsten Porenanteile aller untersuchten Systeme (Tabelle 5). Minimal- und Maximalwerte wichen dabei stark vom Mittelwert ab. Des weiteren betrug die Querbiegefestigkeiten (Tabelle 6), ein Maß für die Faser/Matrix-Haftung, nur ca. 28 MPa. Zurückzuführen ist diese verminderte Qualität auf ungenügende Entgasung vor dem Pressen und Benetzungsprobleme der ungefinishten Fasern. Das Schliffbild (Bild 12) belegt neben den Poren eine homogene Faser/Matrix-Verteilung. Der dritte Verbundkörper mit Epoxid 1-Matrix (und M40JB-Fasern) wies dagegen verbesserte Qualitätsmerkmale auf (Tabelle 5 und 6).

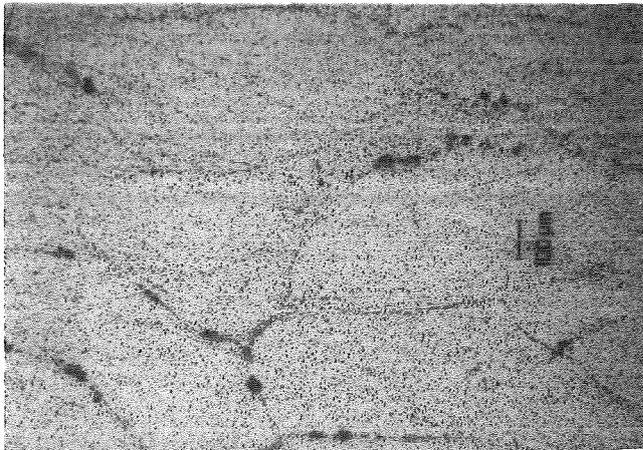


Bild 12:
Querschliff
T300/Epoxid 1

Die Verarbeitung der wärmehärtenden Epoxid-Harze (Epoxid 2, Epoxid modif.) resultierte in höheren Verdichtungen und niedrigeren Porenanteilen (Tabelle 5) sowie äußerst homogenen Faser/Matrix-Verteilungen (Bild 13). Die Verwendung eines harzverträglichen Faser-Finishs verbesserte die Haftungseigenschaften gegenüber den Systemen mit ungefinishten Fasern (Tabelle 6).

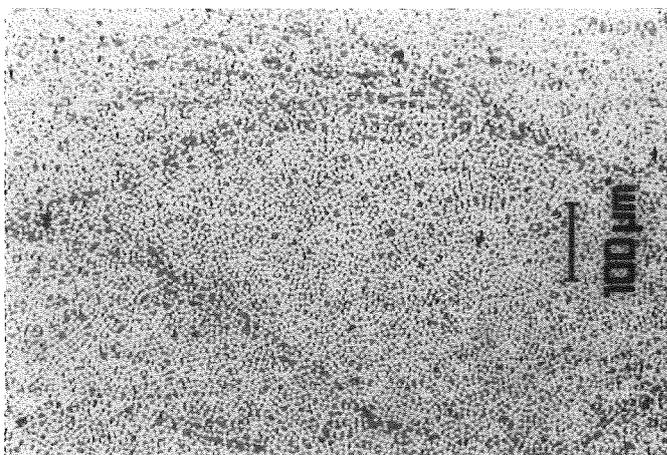


Bild 13:
Querschliff
T300/Epoxid 2

Bei den Verbundplatten mit Thermoplastmatrix konnten trotz der angedeuteten Verarbeitungsschwierigkeiten zufriedenstellende Faservolumenanteile von ca. 61% und niedrige Porenanteile erzielt werden (Tabelle 5). Die Porosität der T300/PEEK-Platten betrug ca. 0.3%. Die Ultraschallprüfung zeigt, daß sich diese Fehler grundsätzlich an den Plattenrändern konzentrierten (Bild 14), während die übrige Platte gut verdichtet war.

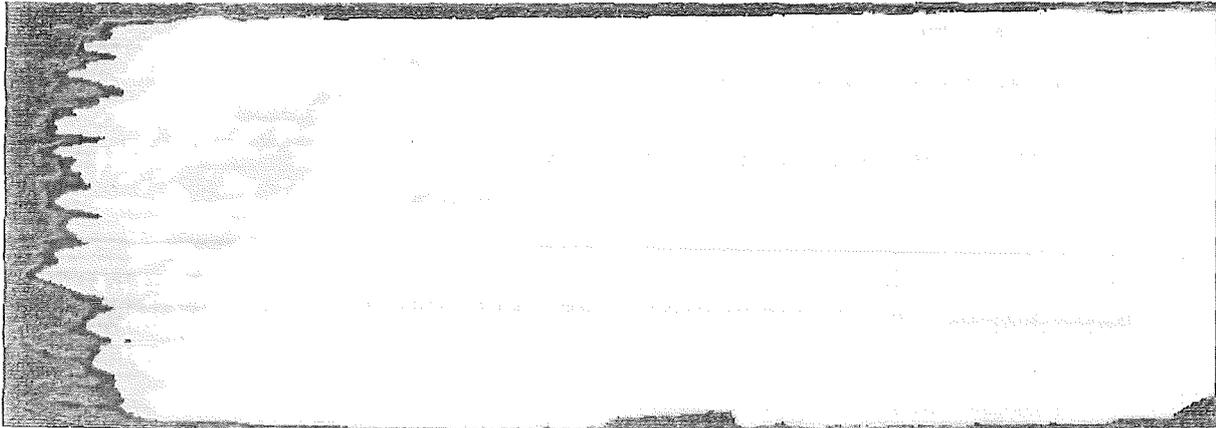


Bild 14: C-Scan einer T300/PEEK-Platte,
P=(0.3%), f=5MHz, Grundfarbe gelb, Bohrung oben links

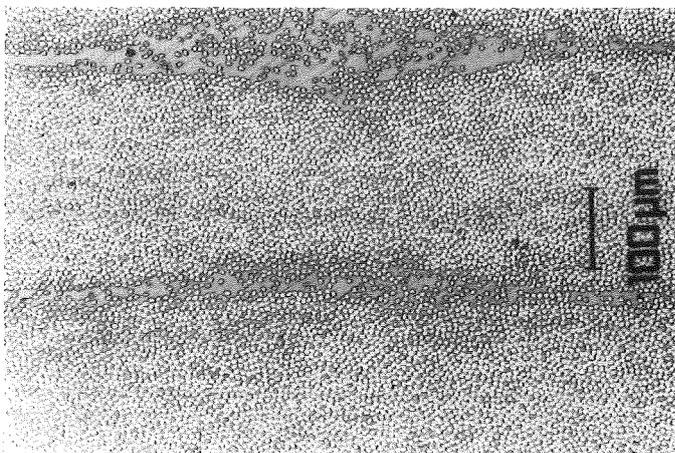


Bild 15:
Querschliff T300/PEEK

Allerdings wiesen die im film-stacking hergestellten Systeme keine vollkommen homogene Faser-Matrix-Verteilung auf (Bild 15). Infolge der hohen Schmelzviskositäten von PEEK und PC3200 sowie der begrenzten Haltezeiten beim Pressen bildeten sich z.T. matrixreiche Zonen zwischen den einzelnen Schichten von Faserlage und Matrixfolie aus. Die AS4/PEEK-Verbundplatten wiesen sowohl hin-

sichtlich ihrer Porosität als auch der Faser/Matrix-Verteilung die besten Qualitäten aller Thermoplastverbundhalbzeuge auf.

Die PEEK-Matrix kristallisiert beim Verpressen auf die Kohlenstoffaser und bildet so eine starke Haftungsschicht aus. Demzufolge zeigten beide PEEK-Verbunde die höchsten Querbiege- und interlaminaren Scherfestigkeiten aller geprüften Systeme. Die Verwendung von PEEK-Typen mit unterschiedlichem Kristallisationsverhalten /62/, sowie verschiedene Abkühlgeschwindigkeiten beim Herstellungsprozeß (Kap. 3.1.3) resultierten in unterschiedlichen Kristallisationsgraden des Thermoplasten (Tabelle 7), jedoch ohne nennenswerte Auswirkungen auf die Haftungseigenschaften.

Tabelle 7: Kristallisationsgrade der PEEK-Matrizes

Bezeichnung	Kristallitanteil in der PEEK-Matrix %	Interlaminare Scherfestigkeit MPa
AS4/PEEK	29.1	105 - 128
T300/PEEK	24.6	113

Wie in Kap. 3.1.3) angedeutet wies der T300/PC3200-Verbund deutlich schlechtere Haftungseigenschaften auf, mit entsprechend reduzierten Festigkeitswerten.

Rohrhalbzeuge

Bei den Rohrhalbzeugen konnten, bedingt durch die Geometrie, nur Faservolumengehalt, Raumgewicht und Porosität geprüft werden (Tabelle 8).

Tabelle 8: Charakterisierung der Faserverbundrohre ⁽¹⁾ Herstellerangabe)

Bezeichnung	Faservolumen- gehalt Φ %	Dichte g/cm ³	Porosität %
AS4/PEEK	61.0 ¹⁾	1.45 ¹⁾ , 1.44	0.79
AS4/Epoxid 1	60.0	1.48	0.65
AS4/Epoxid 2	55.1	1.49	0.85

Die z.T. komplizierten Wickelverfahren führten hierbei zu durchschnittlich schlechteren Verdichtungen und höheren Porositäten als bei den Plattenhalbzeugen. Auch wurden häufiger matrixreiche Zonen gefunden. Die Kristallinität des PEEK lag mit ca. 14% deutlich niedriger als beim Plattenmaterial.

3.2) Zugversuche

3.2.1) Apparatur und Versuchsparameter

Zur Durchführung der statischen und zyklischen Zugversuche diente eine elektro-dynamische Resonanzprüfmaschine mit integriertem Spindelzugantrieb (Bild 16).

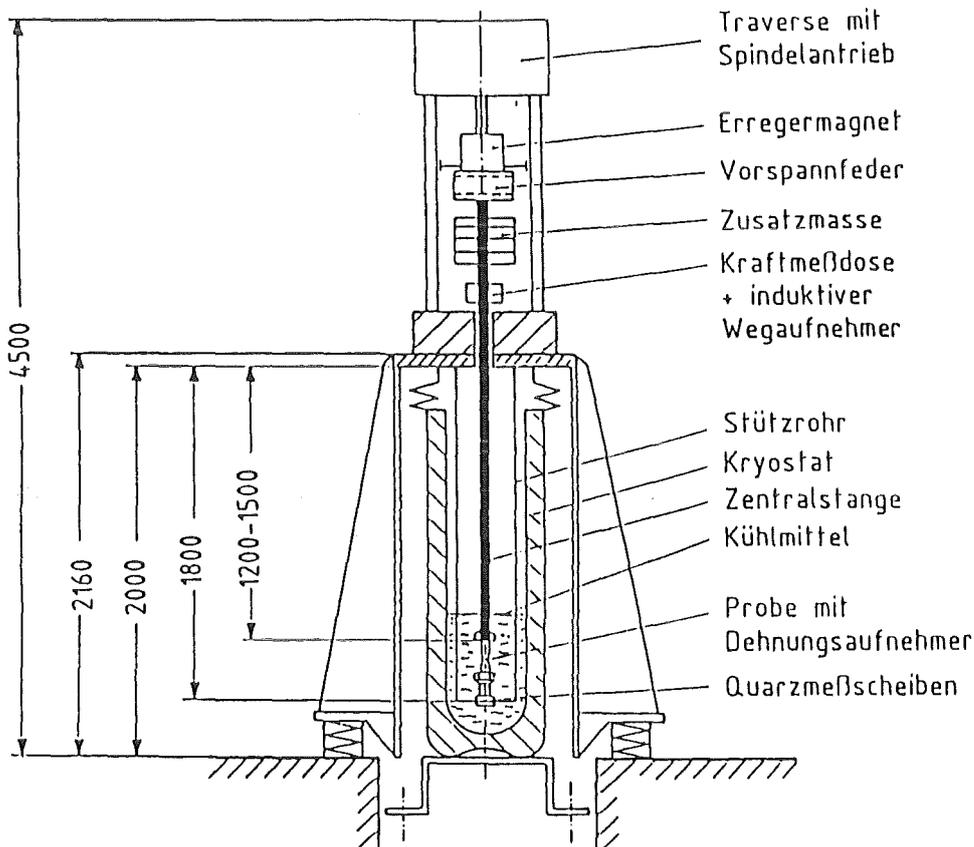


Bild 16 : Schematische Darstellung der Tieftemperatur-Prüfmaschine 100 kN

Die Probe wird in einem Kryostaten mit flüssigem Stickstoff auf die Versuchstemperatur von 77K abgekühlt. Zur thermischen Isolation des Versuchsraumes von der Umgebungstemperatur ist der Kryostat mit Vakuumkammern und Superiso-

lationsfolien ausgestattet. Thermischer Kontakt nach außen entsteht lediglich durch die Zentralstange und deren Durchführung in den Kryostaten. Die Verwendung eines ausreichend langen Kraftgestänges garantiert hierbei eine befriedigende thermische Abkopplung der Kühlzone. Die Abdichtung der Zentralstangendurchführung zum Außenbereich wird durch einen Federbalg erreicht, der elastisch mitschwingt.

Die Belastung der Probe mit Zugkräften bis zu 100 kN erfolgt über die Zentralstange gegen das Stützrohr.

Die quasistatischen Zugversuche wurden mit Hilfe des Spindeltriebes mit einer Abzugsgeschwindigkeit von ca. 0.8 mm/s durchgeführt. Die Registrierung der Kräfte und Deformationen in der Kühlzone geschieht mittels einer Quarzmeßscheibe bzw. mit aufgeklebten, tieftemperaturtauglichen Dehnmeßstreifen. Alle in der Kühlzone befindlichen Meßsysteme werden vor jedem Versuch bei 77 K kalibriert. Die zusätzliche Kontrolle von Kraft und Deformation erfolgt außerhalb des Kryostaten mit einer Kraftmeßdose bzw. einem induktiven Wegaufnehmer.

Die zugschwellende Belastung ($R=0.1$) des gesamten Schwingsystems von Zusatzmasse, Zentralstange und Probe wird mit dem Erregermagneten gegen die Vorspannfeder als Resonanzschwingung aufgebracht, d.h. die Probe wird kraftgesteuert ermüdet. Die Frequenz der Resonanzschwingung hängt von der Gesamtmasse und -steifigkeit des Schwingsystems ab. Infolge der hohen Steifigkeit der untersuchten Faserverbunde ist der Wert der Arbeitsfrequenz groß (75-80 Hz) und ermöglicht eine zügige Abwicklung der Ermüdungsversuche bis zu maximal 10^7 Lastwechseln.

Die Temperaturerhöhung, die infolge dieser hohen Arbeitsfrequenz in der Probe auftritt, ist aufgrund der Kühlung mit flüssigem Stickstoff und der geringen mechanischen Dämpfung klein /61, 76/. Sowohl bei den quasistatischen Zug- als auch bei den Schwingversuchen kann von einer nahezu homogenen Verteilung der Kühlmitteltemperatur in der Probe ausgegangen werden.

Die Frage, ob und wie das Kühlmedium selbst Einfluß auf das mechanische Verhalten eines Faserverbundwerkstoffes (beispielsweise infolge der hohen Polarität der Stickstoffmoleküle) nimmt, kann an dieser Stelle nicht beantwortet werden.

3.2.2) Probenformen und Einspannung

Für die Durchführung der quasistatischen und zyklischen Zugversuche wurden die in Bild 17 dargestellten taillierten Flachproben verwendet. Der Krafteinleitung dienen Taillierungen der Probendicke (a) bzw. der Probenbreite (b).

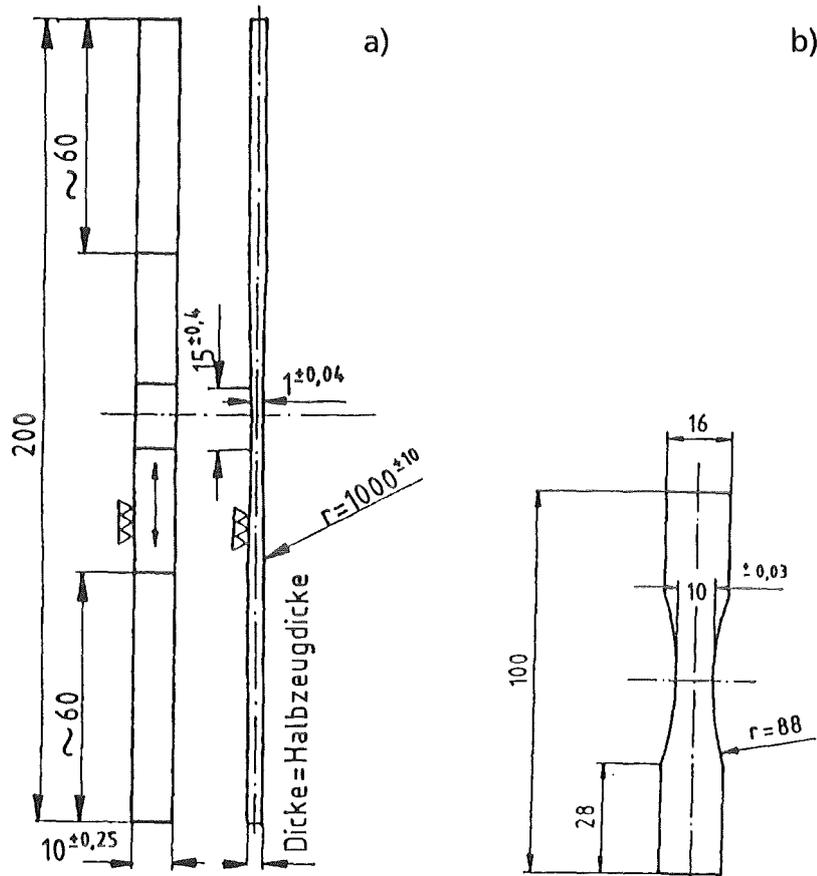


Bild 17: Probenformen für Zugbelastung parallel (a) und senkrecht zur Faserrichtung (b)

Die Probenform (a) entspricht nicht dem Prüfstandard bei Raumtemperatur (ASTM Standard D3039). Wie eine experimentelle Überprüfung mehrerer Probenformen zeigt, sind die dort vorgeschriebenen aufgeklebten Aufdoppler als Krafteinleitungselemente tieftemperaturuntauglich /76, 77/. Die unterschiedliche thermische Kontraktion von Probe, Klebschicht und Aufdoppler beim Abkühlen führt zum Versagen der Klebschicht als schwächster Komponente und somit zur Abkopplung der Krafteinleitungselemente von der Probe. Aus diesem Grund wurde, wie schon in vorhergegangenen Arbeiten /61/, eine mechanisch gefertigte Dickentaillierungszone zur Krafteinleitung vorgezogen. Bei dieser Querschnittsverengung treten zwangsläufig Schubspannungen auf, die die Zugspannung in die Probenmitte leiten. Um die Möglichkeit des Scherversagens möglichst gering zu halten, wurden die Länge der Taillierungszone sowie der Taillierungsradius wesentlich größer gewählt als in entsprechenden Arbeiten bei Raumtemperatur /18/. In einer begleitenden FEM-Analyse /78/ wurde die Spannungsverteilung in der Flachprobe untersucht. Das entsprechende FEM-Modell ist in Bild 18 (Teil a)) abgebildet. Aufgrund der herrschenden Symmetriebedingungen enthält es nur ein

Achtel des gesamten Zugstabes. Die Spannbacken (Teil b)) wurden mit in die FEM-Berechnung einbezogen, um den Einfluß der Einspannung auf die Spannungsverteilung zu ermitteln. (Die simulierte Zugbelastung liegt ca. 20% über dem Faserbruch.)

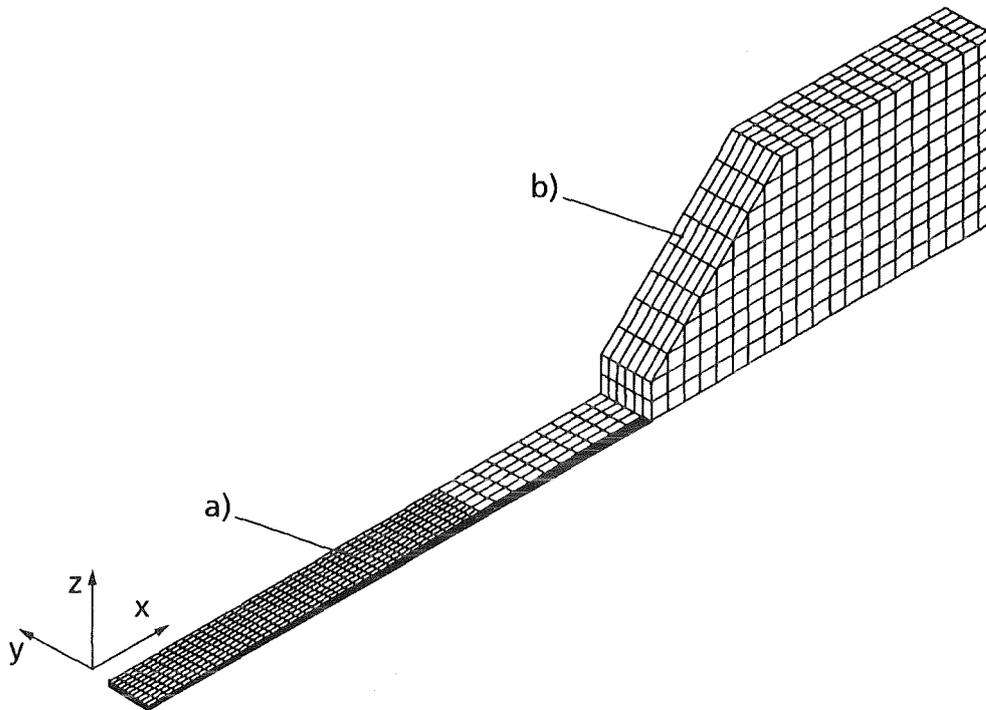


Bild 18: FEM-Modell der Flachprobe a) und des Spannzeuges in Probenbreite b)

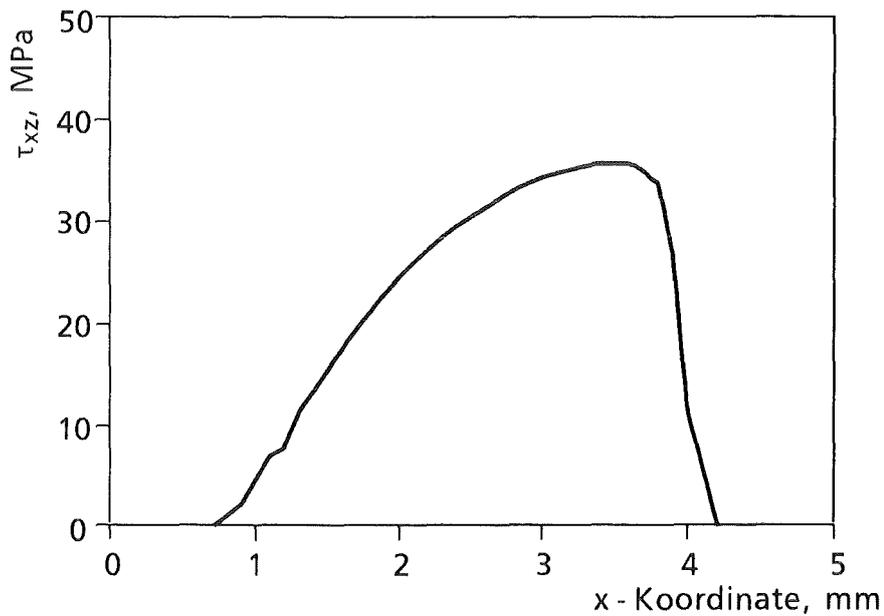


Bild 19: Zugstab, Schubspannung an der Taillierungsaußenseite: $\sigma_{11} = 1.2 \sigma_f$

Die Kraftübertragung erfolgt über Schubspannung im Krafteinleitungsbereich. Es zeigt sich am Bild 19, daß die an der Außenseite der Taillierung auftretenden Schubspannungsmaxima selbst bei großen Zugkräften kleiner sind als das Dauerfestigkeitsniveau des entsprechenden Werkstoffes unter scherschwellender Belastung (Kap. 4.2.3). Von daher kann ein vorzeitiges Scherversagen im Taillierungsbereich unter zugschwellender Belastung ausgeschlossen werden.

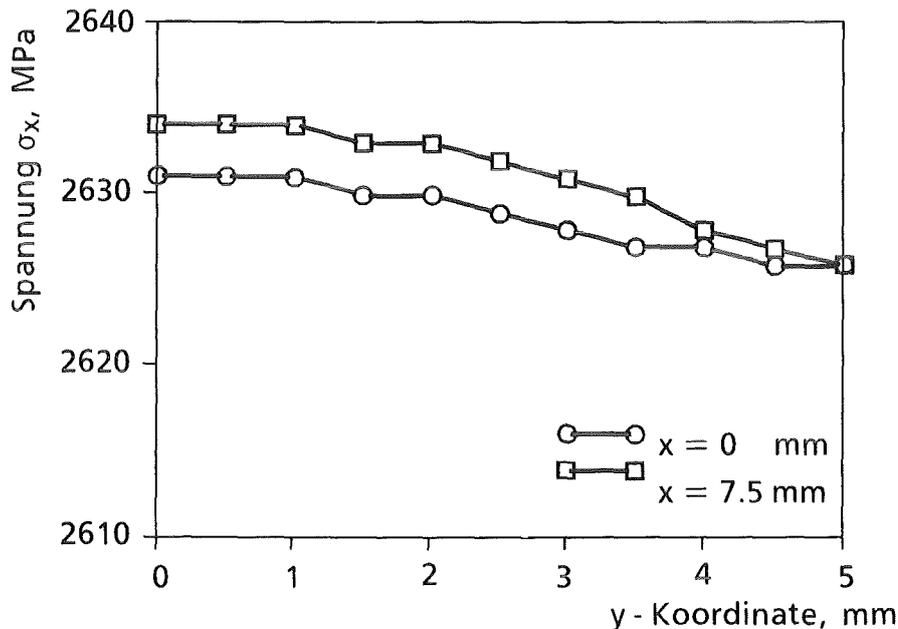


Bild 20: Zugstab, Spannungsverteilung in Querrichtung: $\sigma_{11} = 1.2 \sigma_f$

Die Verteilung der Spannung über die Probenbreite ist in Bild 20 dargestellt. Der Spannungszustand in der Mitte der Probe ($x=0\text{mm}$) und am Ende des Prüfabchnittes ($x=7.5\text{mm}$) ist einachsiger und annähernd vollständig homogener (Bild 20). Auch in Dickenrichtung ist die Zugspannung gleichverteilt, bei minimalen Abweichungen von 0.1%. In einer separaten Arbeit /76/ wurde experimentell gezeigt, daß die höchsten Lebensdauern mit der dickentaillierten Probenform erzielt werden. Dies steht in Übereinstimmung mit der theoretischen Analyse.

Die Einleitung der Zugspannung von der Zentralstange in die Probe erfolgte reibschlüssig mittels zweier Spannbackenpaare /76/. Dies führt zu kritischen Schubspannungen an der Kontaktfläche zwischen Spannbacke und Flachprobe. Dabei tritt am Spannbackenende eine Spannungsspitze auf, die zur Werkstoffüberbeanspruchung führen kann (Kurve a) in Bild 21).

In der FEM-Analyse wurde eine kontinuierliche Krafteinleitung der Spannbacken simuliert, um den Einspanndruck allmählich über die Einspannlänge zu

steigern, die eingeleitete Schubspannung besser zu verteilen und das gesamte Spannungsniveau zu senken (Kurve b) in Bild 21). Bei einer im Experiment realisierten Reibzahl von 0.1 kann Scherversagen im Einspannbereich daher ausgeschlossen werden. Die Proben versagten denn auch ausschließlich im Meßbereich /76/.

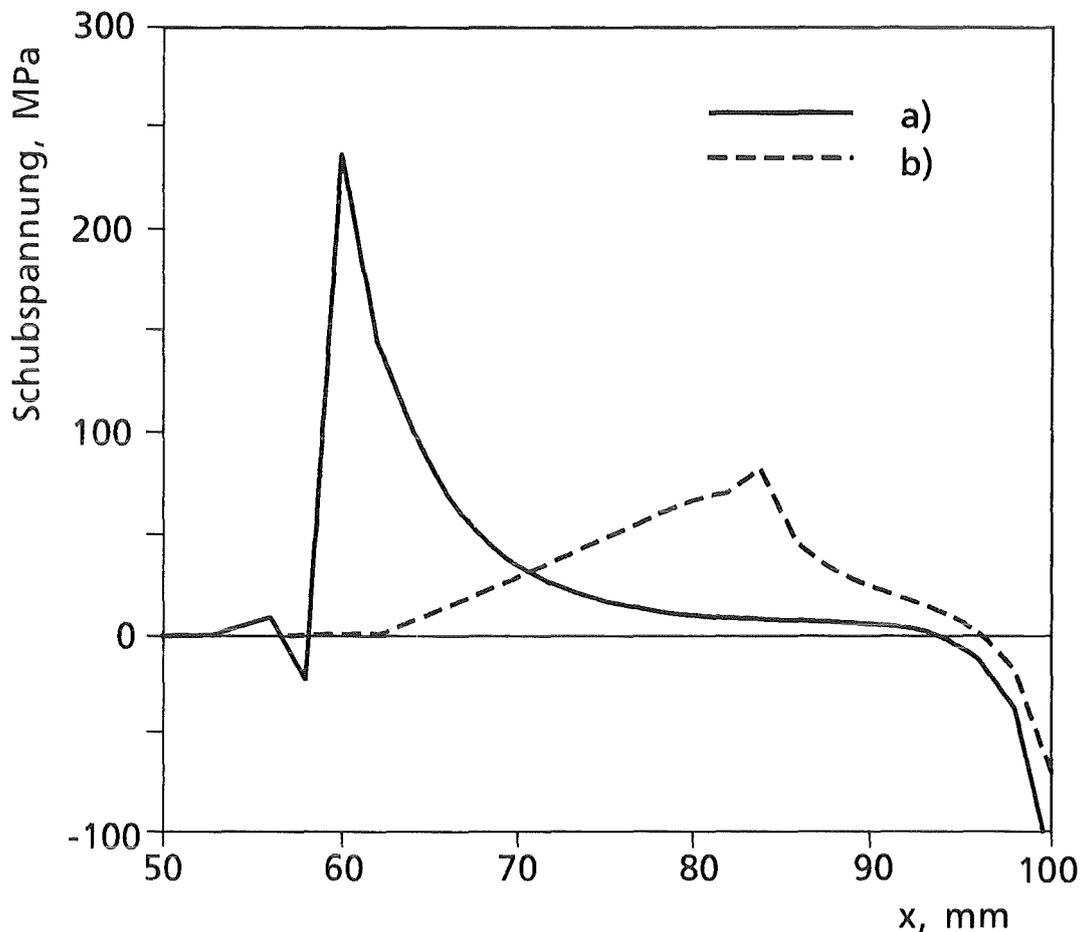


Bild 21: Zugstab, Schubspannungsverteilung

a) starrer Spannblock, Spannkraft 100%, Reibzahl $\mu = 1$

b) kontinuierliche Krafteinleitung, Spannkraft 50%, Reibzahl $\mu = 0.25$

3.3) Torsionsversuche

Die Eignung zahlreicher experimenteller Methoden zur Bestimmung der mechanischen Schereigenschaften eines Faserverbundwerkstoffes sind in jüngerer Zeit in der Literatur ausführlich diskutiert worden /79-85/. Die meisten Techniken, wie z.B. der Kurzbiegetest (ASTM Standard D2344) verwenden leicht herstellbare Flachproben und erfordern geringen experimentellen Aufwand. Die im Proben-

körper induzierten Schubspannungen sind jedoch inhomogen und zudem von Zug-, Druckkomponenten überlagert. Demzufolge hängen die Resultate von der verwendeten Probenform ab und können nur qualitativ bewertet werden.

Analytisch aussagekräftige Ergebnisse erzielt man am ehesten mit der Torsion von umfangsgewickelten Rohren. Niedrige Wandstärken /22, 24, 84/ garantieren einen reinen Schubspannungszustand im Prüfbereich. Allerdings ist diese Methode sehr aufwendig, was Experiment und Probenherstellung angeht. So müssen die Rohrprobenkörper beispielsweise sehr genau gearbeitet sein, da die Schubspannung von der Differenz aus Außen- und Innendurchmesser in der vierten Potenz abhängt /22/.

$$\tau_{12} = \left(\frac{16 d_a}{\pi (d_a^4 - d_i^4)} \right) \cdot M \quad (3.1)$$

M = Torsionsmoment; d_a = Außendurchmesser; d_i = Innendurchmesser

3.3.1) Apparatur und Versuchsparameter

Zur Durchführung der Torsionsversuche diente eine servohydraulische Prüfmaschine, die für kombinierte biaxiale Belastungen bis 160 kN Zugkraft bzw. Drehmomente von maximal 1 kNm ausgelegt ist (Bild 22).

Der Aufbau gliedert sich auf in die Antriebseinheit, bestehend aus Drehzylinder, Ausgleichkupplung und Längszylinder, den Kopfflansch mit allen für den Versuch notwendigen Durchführungen, sowie das in den Kryostaten ragende Stützrohr. Die Kühltechnik entspricht im wesentlichen dem Standard der Zugprüfmaschine (Kap. 3.2.1). Lediglich die thermische Abkopplung der Zentralstange im Kopfflansch erfolgt aufgrund der biaxialen Bewegung der Stange über eine reibschlüssige Dichtung aus Kunststoff mit hohem Teflonanteil. Wie bei der Zugprüfmaschine wird die Probe mit der Zentralstange gegen das Stützrohr belastet.

Die quasistatischen Torsionsversuche wurden mit einer Winkelgeschwindigkeit von 0.1 grd/s bei Vorgabe des Signals durch einen Rampengenerator durchgeführt.

Die Momente an der Rohrprobe werden mit einer DMS-bestückten Zweikomponenten-Plattform (zwei DMS-Meßkreise, die jeweils für Zug/Druck bzw. Torsion kalibriert sind) und die Deformationen mit einem 3-Punkt-Ansetz-Dehnungsaufnehmer gemessen. Diese Meßsysteme sind mit speziellen Tieftemperatur-Dehnmeßstreifen ausgelegt.

Um eine biegemomentfreie Krafteinleitung in den Prüfkörper zu erreichen und das Auftreten von Biegeschwingungen bei dynamischem Betrieb zu vermeiden, erfolgt die Zentrierung der Stange mittels dreier Stützlager, die in regelmäßigen Abständen in das Stützrohr eingelassen sind. In anbetracht des dynamischen Betriebes kommen hierfür Gleitlager mit einem Lagerspiel von 20 bis 200 μm in Frage.

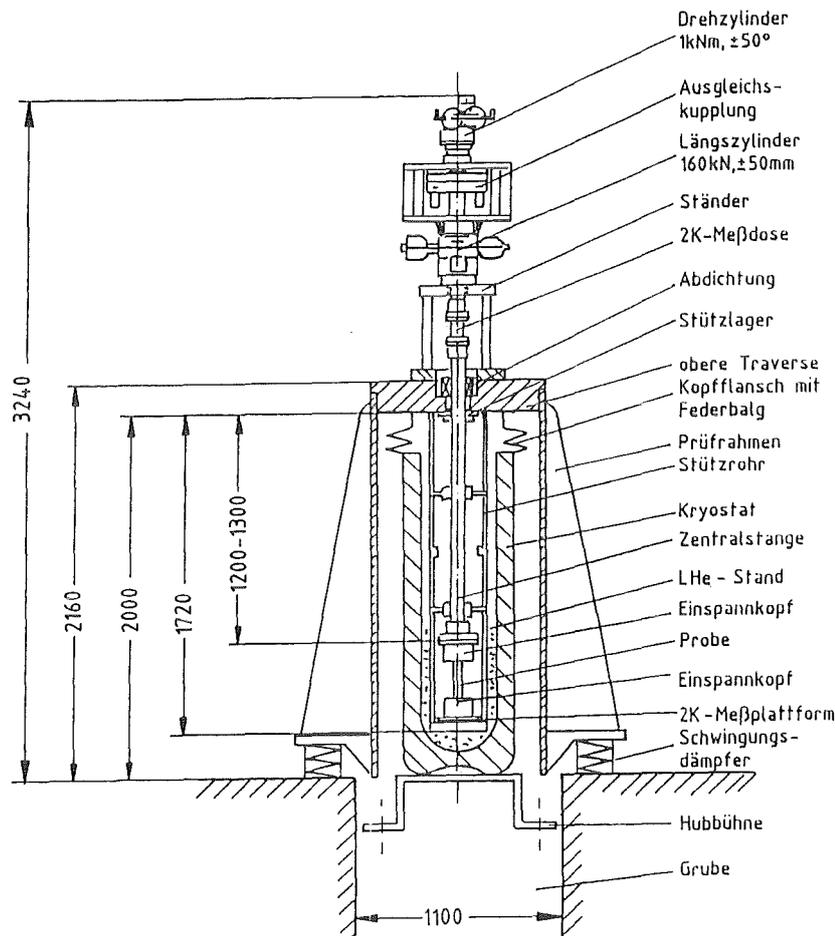


Bild 22 : Schematische Darstellung der Tieftemperatur-Prüfmaschine 160 kN/1 kNm

Zur Durchführung der Torsionsschwingversuche erfolgt die Signal- und Frequenzvorgabe mit einem Frequenzgenerator zum Spitzenwertregler der Prüfmaschine. Die Schwingung ist sinusförmig. Die Aufbringung der schwelenden Torsionslast ($R=0.1$) geschieht servohydraulisch mittels des Drehzylinders. Die Maximalfrequenz ist auf 30 Hz ausgelegt. Eine Probenerwärmung während des Schwingvorganges kann aufgrund dieser niedrigen Frequenzen ausgeschlossen werden, sofern die Probe gänzlich in das Kühlmedium eingetaucht ist /61, 76/.

Die zu realisierende zyklische Torsionsbelastung stellt hohe Anforderungen an Kraftgestänge und Stützrohr. Die Zentralstange muß über eine große mechani-

sche Steifigkeit bei möglichst geringer Masse verfügen, um eine hohe dynamische Eigenfrequenz des Schwingsystems zu erreichen. Für das Stützrohr gelten ähnliche Anforderungen: geringe Wärmeleitung und hohe mechanische Steifigkeit bei möglichst geringer Masse, um den Kühlmittelverbrauch niedrig zu halten. Aus diesen Anforderungen ergab sich eine dünnwandige Rohrkonstruktion aus austenitischem Stahl für das Stützrohr, das mit Flanschen ausgesteift ist. Für die Zentralstange wurde ein dickwandiges zylindrisches Rohr aus einer Titan-Legierung gewählt.

3.3.2) Probenform und Einspannung

Die Geometrie der für die Torsionsversuche gefertigten Probenkörper (Bild 23) wurde so gestaltet, daß die in der Literatur genannten Design-Kriterien für Torsionsrohrproben erfüllt sind /86-88/. Die Einspannung der Rohre erfolgte, wie bei den Zugproben, reibschlüssig mittels eines keilten Spannkernes, der über eine Mutter gegen die Rohrwand gedrückt wird.

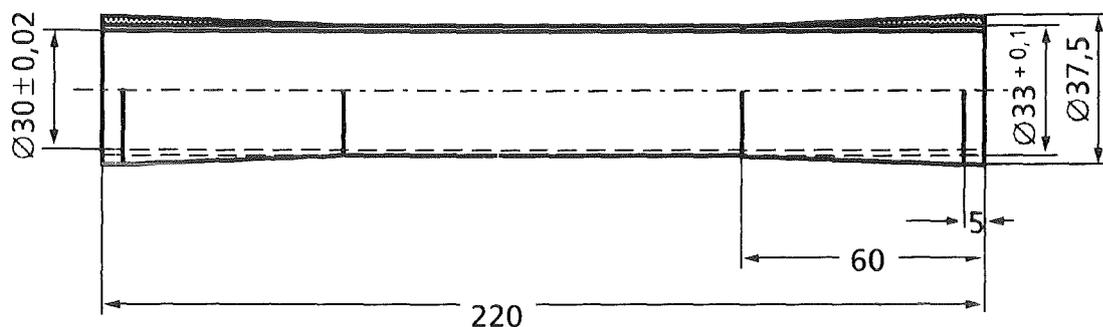


Bild 23: Torsionsprobenkörper (d_i : 30mm, Wandstärke: 1.5mm, Meßlänge: 100mm)

Bild 24 zeigt das entsprechende FEM-Modell /78/. Die simulierte Belastung liegt ca. 20% über dem Faserzwischenbruch.

Der Spannungszustand in der Mitte des Prüfabschnittes besteht aus nur einer Komponente, der Schubspannung $\tau_{\phi z}$, welche proportional zum Radius verläuft (Bild 25). Die geringe Wandstärke bewirkt dabei einen minimalen Spannungsgradienten. Infolge der großen Meßlänge ist die Störung des Spannungszustandes durch die Krafteinleitung vollständig abgeklungen.

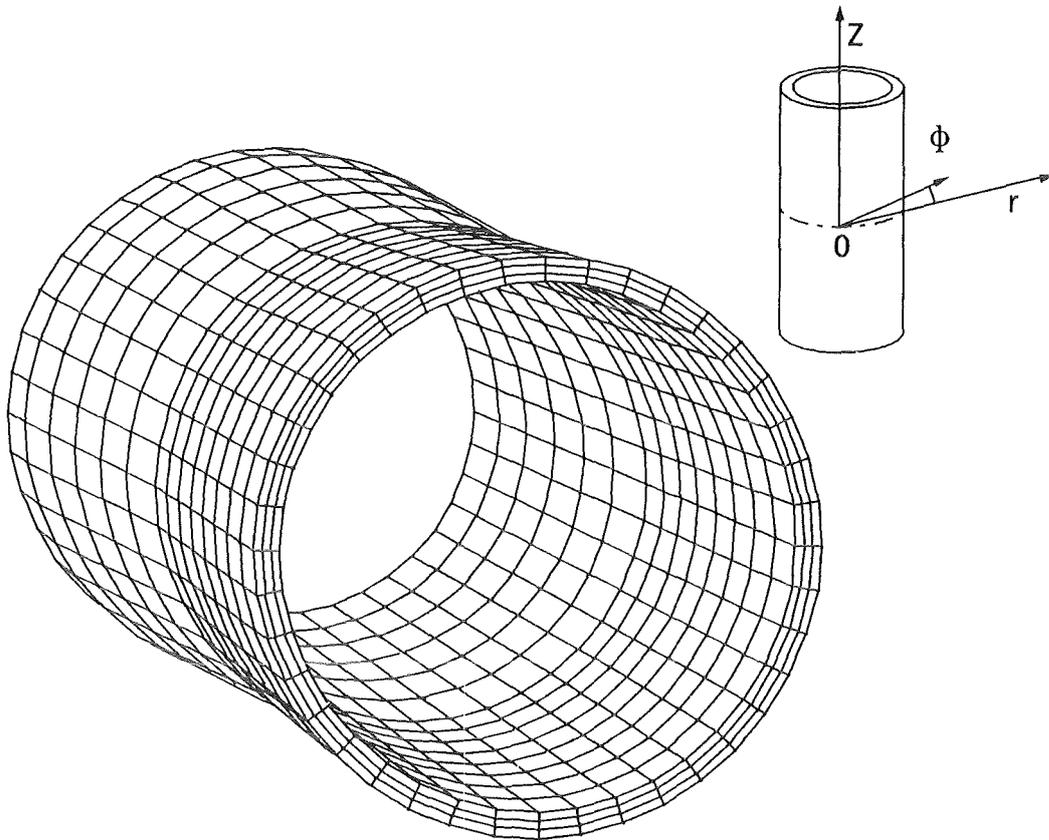


Bild 24: FEM-Modell des Torsionsprobenkörpers mit Zylinderkoordinaten-System

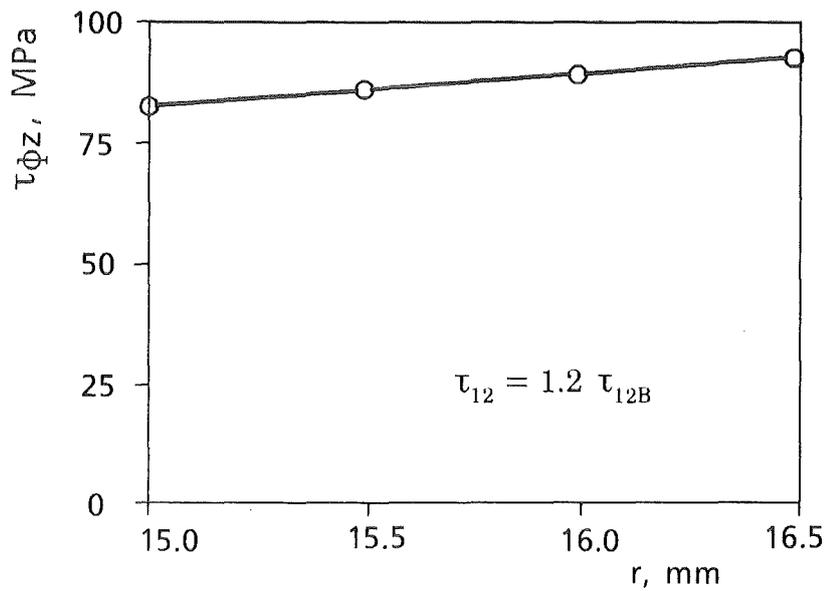


Bild 25: Torsionsrohr, radiale Schubspannungsverteilung in der Mitte des Prüfbereiches ($z=0$) innerhalb der Wanddicke

Der inhomogene Spannungszustand, hervorgerufen durch zusätzliche Spannungskomponenten aus den Einspannkräften, ragt auf einer Länge von 20mm in den Prüfbereich hinein (Bild 26). Am Ende der Spannsegmente kommt es zu Einschnürungen der Probe, die Druckspannungen verursachen.

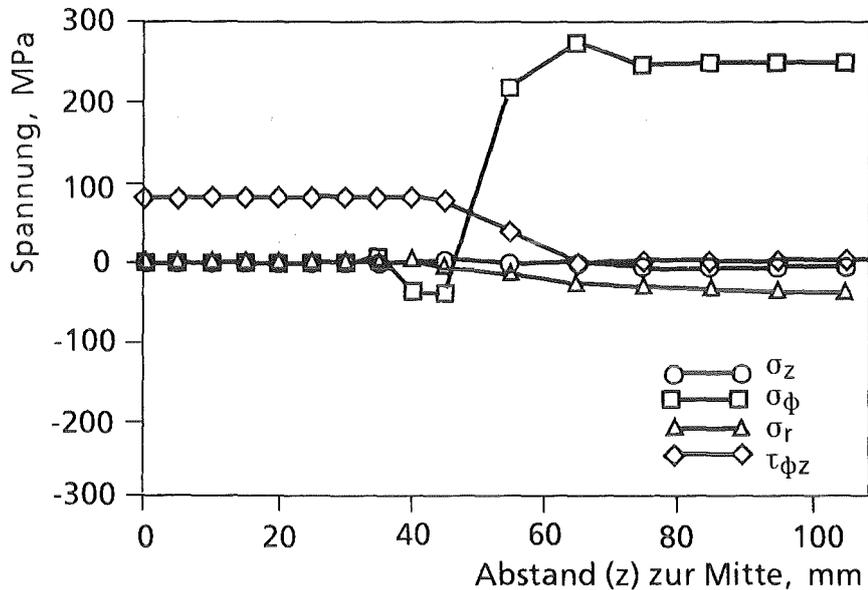


Bild 26: Torsionsrohr, Spannungsverteilungen als Funktion der Längsrichtung z
Innenwand, Taillierungsende bei $z = 60\text{mm}$

Von Puck wurde eine Größe A_{ZFB} berechnet, die es erlaubt festzustellen, ob unter einer äußeren Belastung Versagen zwischen den Fasern auftritt (Kriterium gegen Faserzwischenbruch) /78/. Mit Hilfe der FEM-Analyse konnte eine kontinuierliche Krafteinleitung simuliert werden, die zu einer Minimierung von A_{ZFB} führt (Bild 27). Die Proben versagten grundsätzlich im Prüfabschnitt.

Wie in Kap. 3.1.3) erläutert, wich die Richtung der gewickelten Fasern um 1° bzw. $\pm 1^\circ$ von der 90° -Haupttrichtung ab. (Andere Autoren arbeiten mit Wickelwinkeln von 88° /26/.)

Durch die Winkelabweichung verringert sich zum einen die in der Einzelschicht wirkende Schubspannung τ_{12} . Swanson /25/ zeigt, daß die sich daraus ergebenden Abweichungen für die Schubspannung vernachlässigbar klein sind. Nach der Laminattheorie sind diese Abweichungen bei einem Wickelwinkel von 89° kleiner als 2%.

Zum anderen werden neben der Schubspannung aufgrund der festen Kopplung der einzelnen Lagen zusätzliche Einzelschichtspannungen wirksam. Gemäß der FEM-Analyse für den ungünstigeren Schichtwinkel von $\omega = \pm 87^\circ$ nimmt die Spannung in Faserrichtung im Prüfbereich einen Wert von ca. 200 MPa an, je

nach Einzelschicht als Druck- oder Zugspannung. Aufgrund der hohen Festigkeit in Faserrichtung kann diese Spannung jedoch keinen Faserbruch verursachen. Wird der Wickelwinkel vergrößert, verringert sich diese Spannung und würde bei einem Rohr mit Umfangswicklung ($\omega = 90^\circ$) schließlich verschwinden. Nach der Laminattheorie beträgt der Wert für $\omega = \pm 89^\circ$ und einer äußeren Schubspannung von 100 MPa nur noch 24 MPa (AS4/PEEK).

Die anderen zusätzlichen Einzelschichtspannungen sind ebenfalls sehr klein und spielen keine Rolle für das Versagenskriterium gegen Faserzwischenbruch /78/.

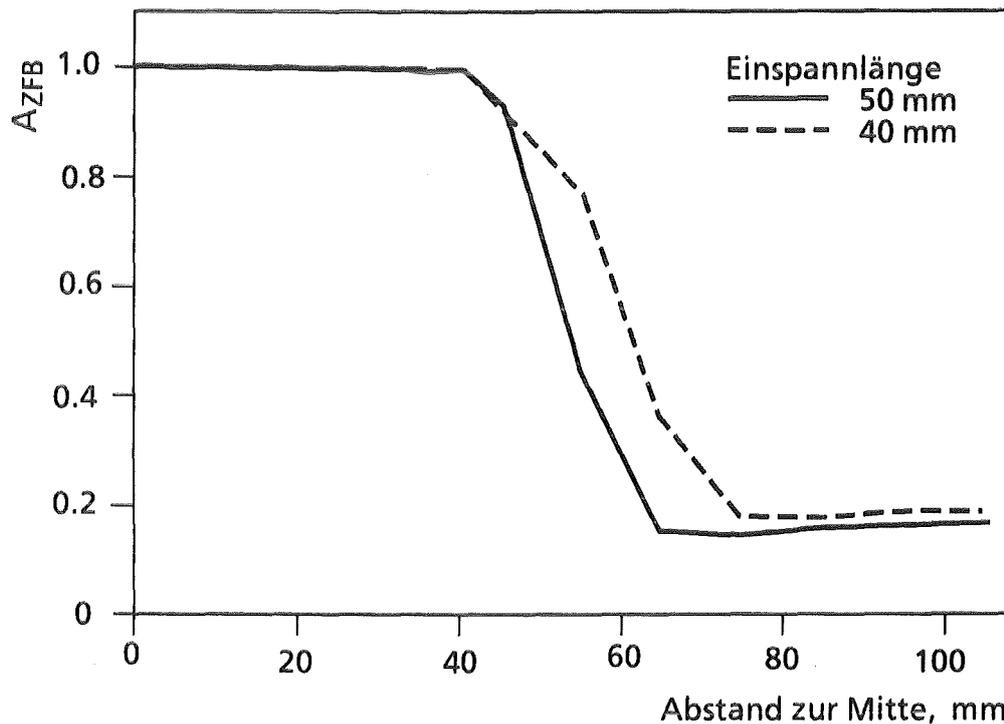


Bild 27: Torsionsrohr, Kriterium gegen Faserzwischenbruch A_{ZFB} , Innenwand, $\omega = 87^\circ$

3.4) Methoden zur Schadensanalyse

Die Schadensanalyse an ermüdeten und gebrochenen UD-Proben erfolgte mittels der Rasterelektronenmikroskopie und der mechanischen Dämpfung /89/.

Bei der letztgenannten Methode wurden mit einem Torsionspendel /90/ die freien, gedämpften Schwingungen unterschiedlich geschädigter Flachproben (Bild 17a) aufgenommen. Der Dämpfungsfaktor $\tan \delta$, ein Maß für die innere Reibung des schwingenden Körpers, berechnet sich aus dem logarithmischen Dekrement Λ der Schwingung nach

$$\tan \delta = \frac{\Lambda}{\pi} \quad (3.2)$$

Zunächst wurde $\tan\delta$ der unbelasteten, dh. rißfreien Probe ($N=0$) aufgenommen. Werden die Proben einer schwingenden Zugbelastung ausgesetzt, so entstehen Risse und Delaminationen. Diese verursachen Reibung in den Bruchflächen, und $\tan\delta$ steigt an. Die Differenz $[\tan\delta(N)-\tan\delta(N=0)]$ liefert somit eine Aussage über die Schädigung des Verbundes bzw. die Rißdichte.

Ein Beispiel für die Aussagekraft dieser Analyseverfahren sei im folgenden gegeben: Taucht man eine UD-Probe in flüssigen Stickstoff, so führt der schockartige Abkühlprozeß von Raumtemperatur auf 77 K wegen der thermischen Vordehnungen (Kap. 2.2) zu Schädigungen im UD-Verbund. Als Maß für die induzierten Risse kann die mechanische Dämpfung herangezogen werden. Um dabei die $\tan\delta$ -Kurven verschiedener Faser/Matrix-Systeme miteinander vergleichen zu können, wurden alle $\tan\delta$ -Werte auf die mechanische Dämpfung der unbelasteten Probe bezogen:

$$\Delta(\tan\delta) = \frac{\tan\delta(N_{Th}) - \tan\delta(N_{Th}=0)}{\tan\delta(N_{Th}=0)} \quad (3.3)$$

Bild 28 zeigt den Verlauf der normierten mechanischen Dämpfung gegen die Zahl thermischer Schockzyklen für je zwei Systeme mit duroplastischer und thermoplastischer Matrix.

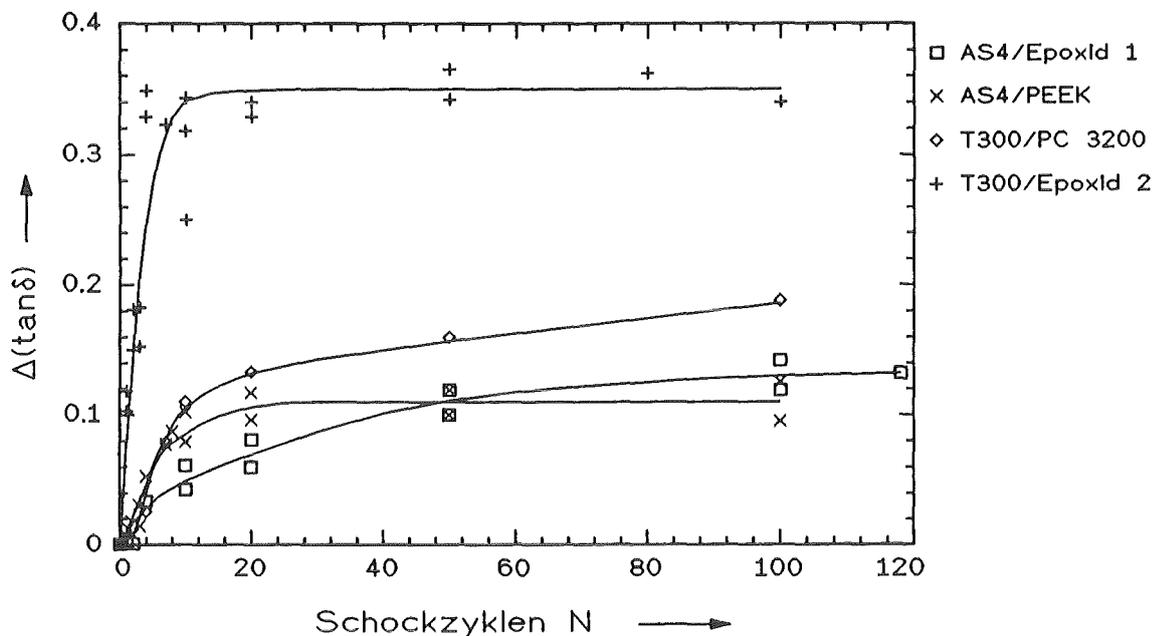


Bild 28 : Normierte mechanische Dämpfung $\Delta(\tan\delta)$ gegen die Anzahl thermischer Zyklen N_{Th} , $\Delta T = (296-77)$ K

Beim T300/Epoxid 2 führt bereits der erste Schockzyklus zu einer deutlichen Schädigung. Die $\Delta(\tan\delta)$ -Kurve steigt stark an und erreicht nach ca. 20 Schockzyklen ein Sättigungsniveau. Für das T300/PC 3200-System wird zunächst ein starker ($N_{th} \leq 20$) und dann ein langsamer Anstieg von $\Delta(\tan\delta)$ beobachtet. Diese fortschreitende Schädigung kann auf die Längsrißbildung infolge der schlechten Haftung zurückgeführt werden. Die Systeme AS4/PEEK und AS4/Epoxid 1 weisen niedrigere Rißdichten auf.

Zusammengefaßt sei angemerkt, daß schockartiges Abkühlen von 296 K auf 77 K in jedem Fall zu Schädigungen des UD-Verbundes führt. Dies gilt auch für Matrixes mit höherer kryogener Bruchdehnung, wie PEEK.

4) Versuchsergebnisse

4.1) Zugbelastung

4.1.1) Statische und zyklische Eigenschaften der Matrixmaterialien

Tabelle 9 zeigt die statischen Zugeigenschaften der reinen Matrixsysteme bei $T=77$ K. Von allen Matrixpolymeren weist das teilkristalline PEEK die höchste Zugfestigkeit auf. Die drei amorphen Polymere unterscheiden sich diesbezüglich nur wenig voneinander.

Tabelle 9: Elastizitäts- und Festigkeitseigenschaften der Matrixpolymere unter quasistatischer Zugbelastung bei $T = 77$ K

	Zugfestigkeit σ_B , MPa	Bruchdehnung ϵ_B , %	Elastizitätsmodul E, GPa
Epoxid 1	151	1.84	8.08
Epoxid 2	140	1.96	7.25
PEEK	192	5.45	6.14
PC 3200	155	6.0	4.9

Die beiden Epoxid-Harzsysteme unterscheiden sich hinsichtlich ihrer kryogenen Zugeigenschaften nur wenig voneinander. Das Zug-Dehnungsverhalten ist linear elastisch bis zum Bruch (Bild 29). Die Bruchdehnungen liegen unterhalb von 2%.

Die hier verwendeten Thermoplaste verfügen über geringere Steifigkeiten als die Epoxide und zeigen viskoelastisches Deformationsverhalten bei 77 K. Bereits bei $\epsilon=1\%$ wird der Verlauf des Zug-Dehnungs-Diagramms nichtlinear. Die resultierenden Bruchdehnungen sind bis zu dreimal größer als die der Duromere.

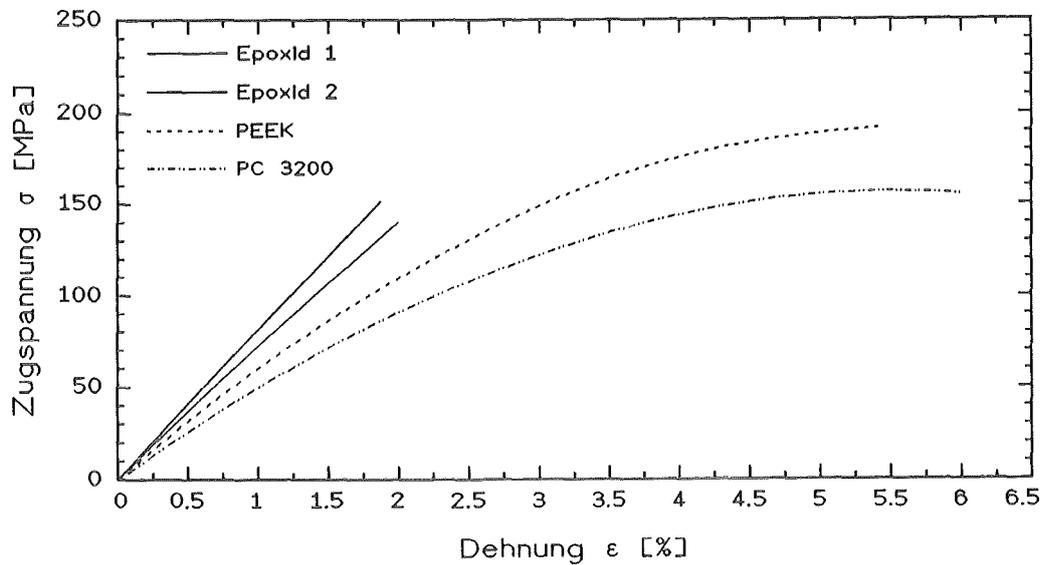


Bild 29 : Zug-Dehnungs-Diagramme der Matrixpolymere bei $T=77\text{K}$

Wie Tabelle 10 verdeutlicht, ist PEEK auch in Bezug auf das Ermüdungsverhalten unter zugschwellender Belastung den amorphen Matrixpolymeren, die ein einheitliches Dauerlastniveau σ_D von ca. 35% der statischen Festigkeit zeigen, überlegen.

Tabelle 10: Ermüdungsverhalten der Matrixpolymere unter zugschwellender Belastung bei $T = 77\text{K}$

	$\sigma_D (N=10^7)$ MPa	σ_D/σ_B %
Epoxid 1	40	32
Epoxid 2	52	37
PEEK /30/	111	58
PC 3200 /30/	50	32

4.1.2) Meßergebnisse und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter quasistatischer, longitudinaler Zugbelastung

4.1.2.1) Elastizitäts- und Festigkeitseigenschaften

Die experimentellen Resultate aller statischen Untersuchungen wurden mit Hilfe der zweiparametrischen Weibull-Verteilung nach Gl. (8.1) ausgewertet (s. Anhang). Die entsprechenden Weibullparameter sind im Anhang aufgeführt. Mittelwert und Standardabweichung der gemessenen Resultate wurden nach Gl. (8.8) und (8.9) bestimmt. Bei den mikromechanischen Berechnungen wurden grundsätzlich Schwankungen der Qualitätsmerkmale (dies betrifft vor allem den Faservolumengehalt) berücksichtigt.

Tabelle 11: Elastizitätseigenschaften der UD-Verbundsysteme unter quasistatischer longitudinaler Zugbelastung bei $T = 77 \text{ K}$

	Faser	Matrix	E_{11} GPa (gemessen)	E_{11} GPa (berechnet (2.21))	ν_{21} (gemessen)
1	AS4	PEEK	154.2 ± 5.3	140.9	0.35
2	AS4	Epoxid 1	143.8 ± 21.3	142.3 ± 10	0.37
3	AS4	Epoxid 2	150.9 ± 5.7	142.5 ± 16	0.33
4	T300	PEEK	150.6 ± 7.2	139.1 ± 2	0.41
5	T300	Epoxid 1	158.5 ± 7.3	141.5 ± 3.1	0.35
6	T300	Epoxid 2	157.3 ± 9.0	157.8 ± 11.3	0.36
7	T300	Epoxid (modif.)	141.2 ± 11.2	153.7	0.35
8	T300	PC 3200	148.5 ± 1.6	144.5	0.37
9	M40JB	Epoxid 1	229.6 ± 11.7	237.6 ± 8.5	0.31
10	M40JB	Epoxid 2	220.8 ± 11.0	224.5 ± 8.7	0.35

ν_{21} = Poissonzahl

(Für die mikromechanischen Berechnungen wurden die Kennwerte aus 3.1.2), 3.1.4) sowie die Matrixsteifigkeiten aus 4.1.1) herangezogen.)

Wie Tabelle 11 zeigt, werden die Steifigkeiten der untersuchten UD-Systeme durch die Steifigkeiten der verwendeten Fasern bestimmt. Die HT-Fasern AS4 und T300 unterscheiden sich nur wenig in ihren Steifigkeiten und verleihen den entsprechenden UD-Verbunden einheitliche Elastizitätsmoduli von 140-160 GPa. Die Verwendung der Hochmodul-Faser M40JB hat dagegen eine wesentlich größere Steifigkeit der Verbundsysteme von ca. 225 GPa zur Folge (Systeme 9 und

10). Der mikromechanische Ansatz gleicher Dehnungen von Faser und Matrix in der Mischungsregel (Gl. 2.21) liefert gute Abschätzungen der Verbundsteifigkeit in Faserrichtung.

Die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung der unidirektionalen Verbunde werden festgelegt durch

- die Festigkeit und Bruchdehnung der Kohlenstoffasern sowie deren Verteilung
- Versagensprozesse nach dem Bruch der schwächsten Fasern.

Je nach verwendetem Fasertyp variieren die Verbundzugfestigkeiten und Bruchdehnungen (Tabelle 12). So weisen die Systeme mit der AS4-Faser die höchste Zugfestigkeit auf, während die T300- und M40JB-Systeme bei niedrigeren Spannungen versagen.

Tabelle 12: Festigkeiten der UD-Verbundsysteme unter quasistatischer longitudinaler Zugbelastung bei $T = 77 \text{ K}$

	Faser	Matrix	σ_{11B} MPa (gemessen)	σ_{11B} MPa (berechnet (2.9))	ϵ_{11B} % (gemessen)
1	AS4	PEEK	2495 ± 91	2352	1.56 ± 0.07
2	AS4	Epoxid 1	2368 ± 176	2365 ± 165	1.57 ± 0.1
3	AS4	Epoxid 2	2442 ± 88	2372 ± 280	1.61 ± 0.1
4	T 300	PEEK	1641 ± 80	2101 ± 24	1.10 ± 0.05
5	T 300	Epoxid 1	1792 ± 96	2106 ± 70	1.14 ± 0.05
6	T 300	Epoxid 2	1701 ± 114	2390 ± 179	1.06 ± 0.1
7	T 300	Epoxid (modif.)	1664 ± 99	2320	1.06 ± 0.06
8	T 300	PC 3200	1698 ± 156	2192	1.08 ± 0.04
9	M40 JB	Epoxid 1	2104 ± 105	2746 ± 101	0.91 ± 0.03
10	M40 JB	Epoxid 2	1942 ± 99	2631 ± 139	0.88 ± 0.04

(Für die mikromechanischen Berechnungen wurden die Kennwerte aus 3.1.2), 3.1.4) sowie die Matrixfestigkeiten aus 4.1.1) herangezogen.)

In der mikromechanischen Berechnung nach der Mischungsregel (Gl. 2.9) wird davon ausgegangen, daß die Faserbruchdehnung die Verbundzugfestigkeit bestimmt. Diese Voraussetzung ist bei den Verbunden mit AS4-Faser erfüllt, denn die Faserbruchdehnung von 1.6% wird vollständig ausgenutzt. Die nach Gl. (2.9) berechneten Festigkeiten stimmen daher gut mit den experimentellen Resultaten

überein. Die gebrochenen Proben sind, unabhängig vom gewählten Matrixtyp, in Längsrichtung zerfasert (Bild 30).

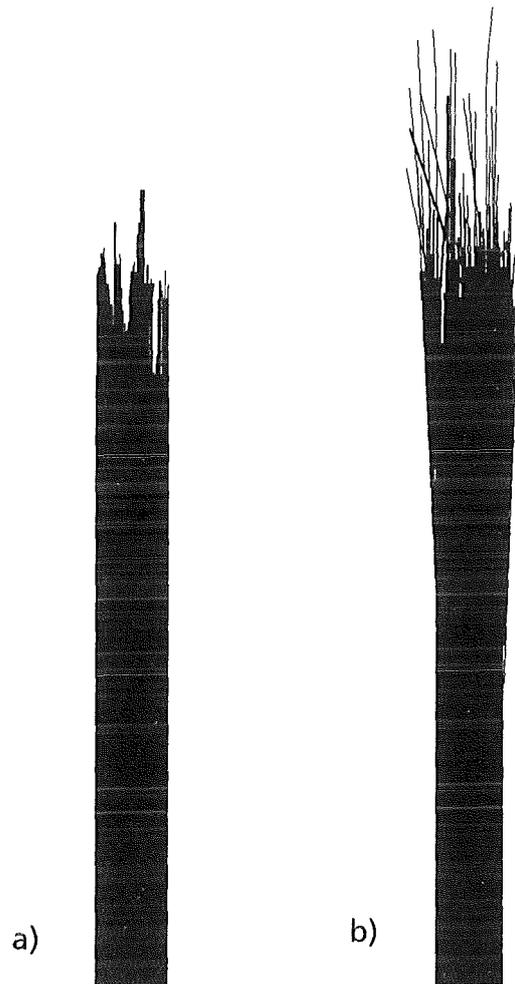


Bild 30 : Bruchbilder von Zugproben: a) AS4/PEEK b) AS4/Epoxid 1

Bei den Systemen mit T300- und M40JB-Fasern sind die Verbundbruchdehnungen dagegen kleiner als die der Faser. Demzufolge liefert Gl. (2.9) zu große Abschätzungen von σ_{11B} . Wie Tabelle 12 weiter zeigt, sind die Verbundbruchdehnungen für jeden Fasertyp charakteristisch. So liegt ϵ_B für die T300-Systeme bei ca. 1.1% und für die Systeme mit der M40JB-Faser bei ca. 0.9%. Im Gegensatz zu den AS4-Systemen versagen die Verbunde mit T300- und M40JB-Faser in glatten Bruchlinien (Bild 31).

Betrachtet man gemäß Gl. (8.1) die Verteilungsdichten $f(\sigma_{11B})$ der Zugfestigkeit (Bilder 32-33) bzw. $f(\epsilon_{11B})$ der Bruchdehnung (Bilder 34-35), so wird deutlich, daß diese Größen, wie schon der Elastizitätsmodul, durch die Faser bestimmt werden.

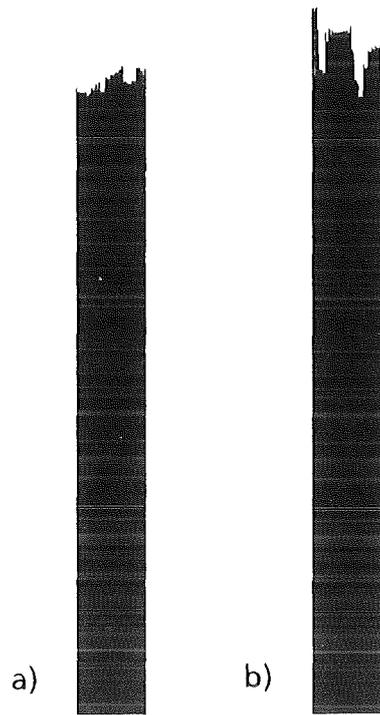


Bild 31 : Bruchbilder von Zugproben: a) T300/PEEK b) T300/Epoxid 1

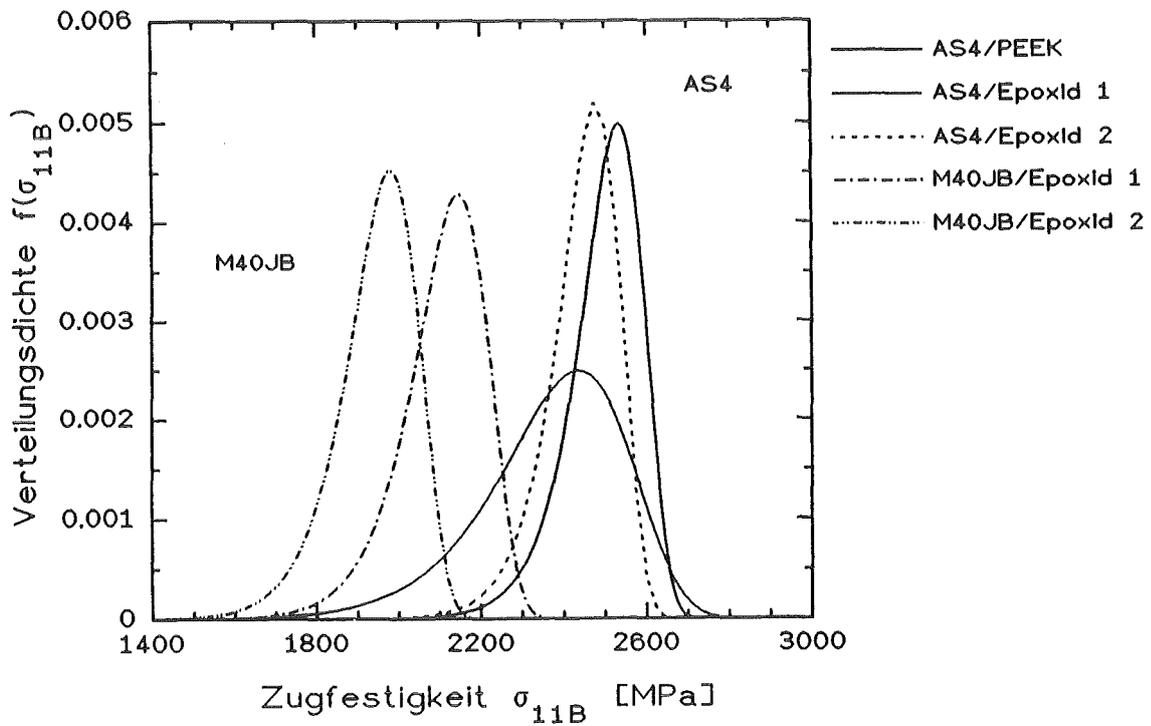


Bild 32 : Verteilungsdichten $f(\sigma_{11B})$ der Verbunde mit AS4- und M40JB-Faser

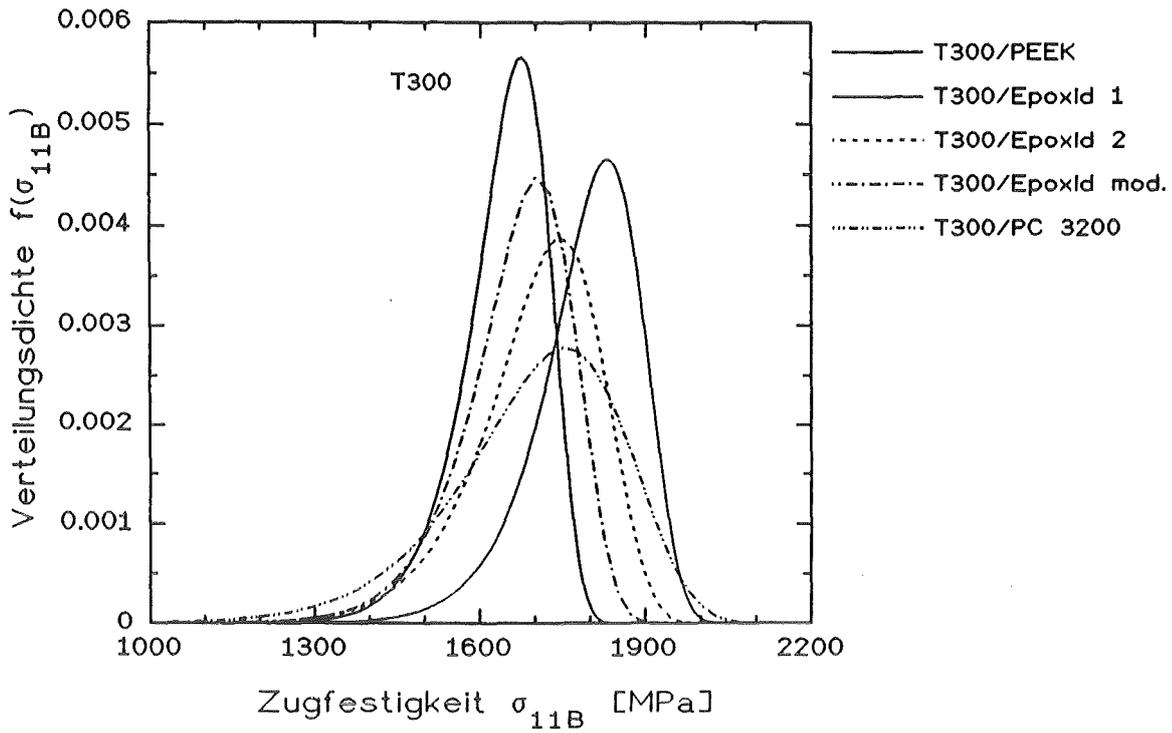


Bild 33 : Verteilungsdichten $f(\sigma_{11B})$ der Verbunde mit T300-Faser

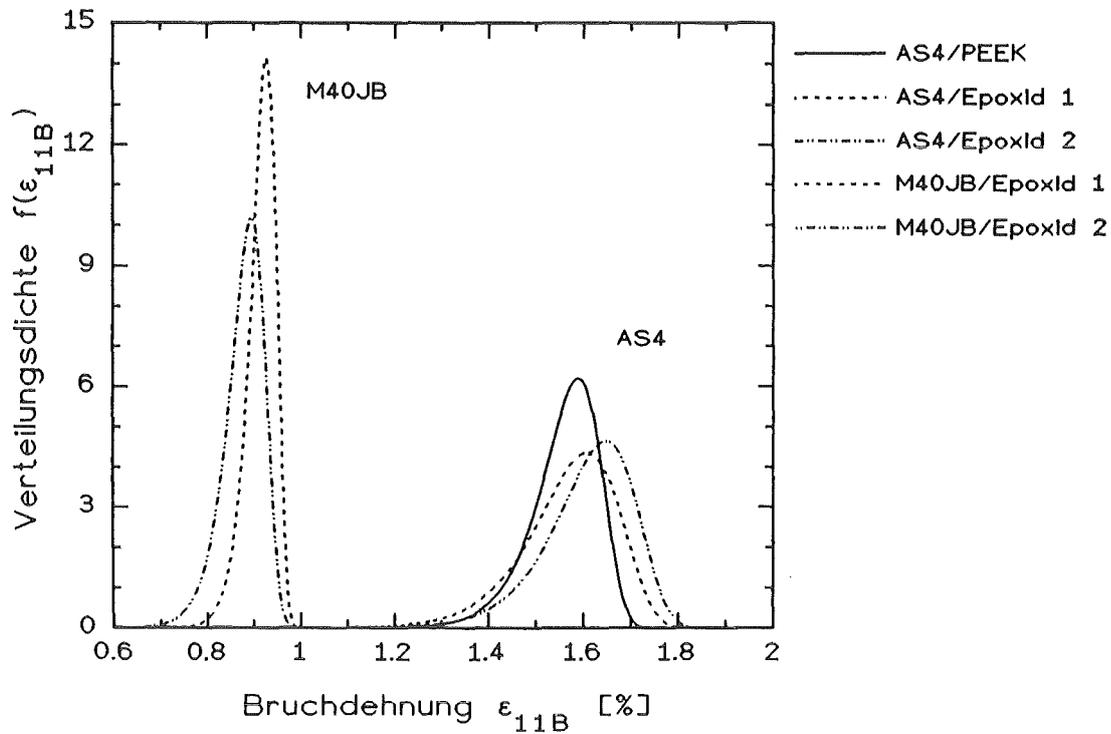


Bild 34 : Verteilungsdichten $f(\epsilon_{11B})$ der Verbunde mit AS4- und M40JB-Faser

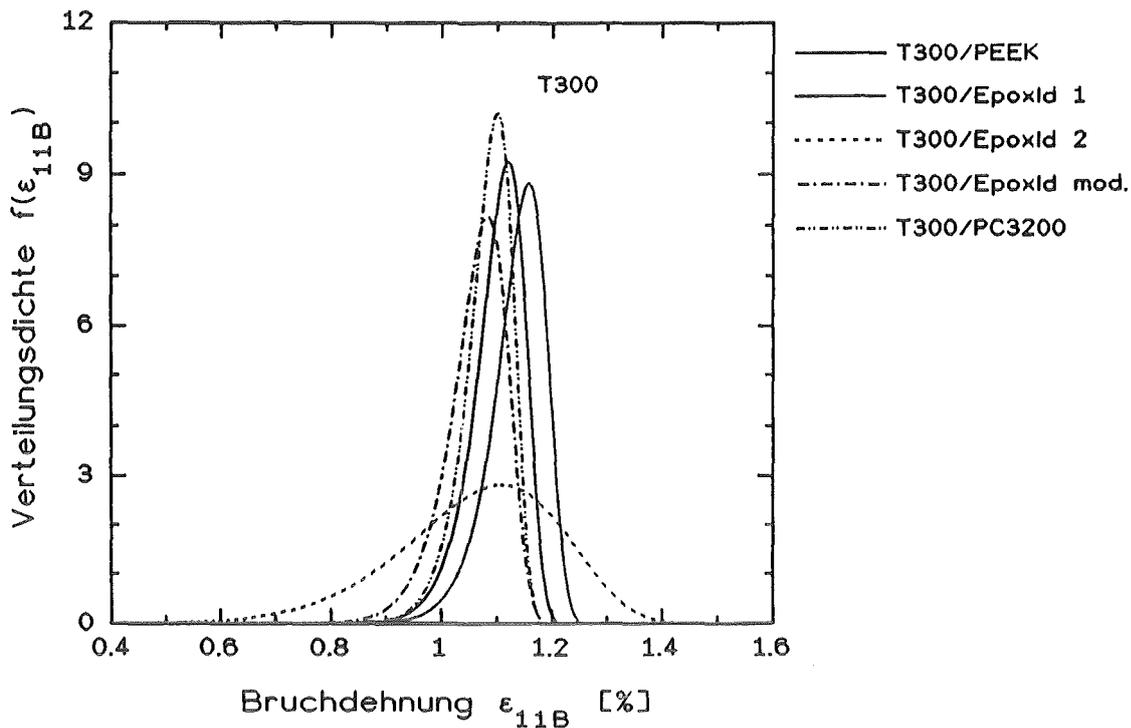


Bild 35 : Verteilungsdichten $f(\epsilon_{11B})$ der Verbunde mit T300-Faser

Dabei sind folgende Punkte hervorzuheben:

- Die Bruchdehnungen streuen schwächer als die Zugfestigkeiten.
- Die vergleichsmäßig größten Streuungen der Bruchdehnung zeigen die AS4-Verbunde.
- Größere Schwankungen des Faservolumengehaltes (T300/Epoxid 2), der Fehlerquote sowie eine schlechtere Haftung (AS4/Epoxid 1) führen zu breiteren Verteilungsdichten.

Bild 36 zeigt die entsprechenden Verteilungsfunktionen $F(\sigma_{11B})$ gemäß Gl. (8.2) sowie die im Experiment ermittelten Versagenswahrscheinlichkeiten P nach

$$P = \frac{i}{n+1} \quad (4.1)$$

mit

n ...Anzahl aller Meßwerte

$i=1,2,3,\dots,n$

$\sigma_{B1} < \sigma_{B2} < \sigma_{B3} < \dots < \sigma_{Bn}$

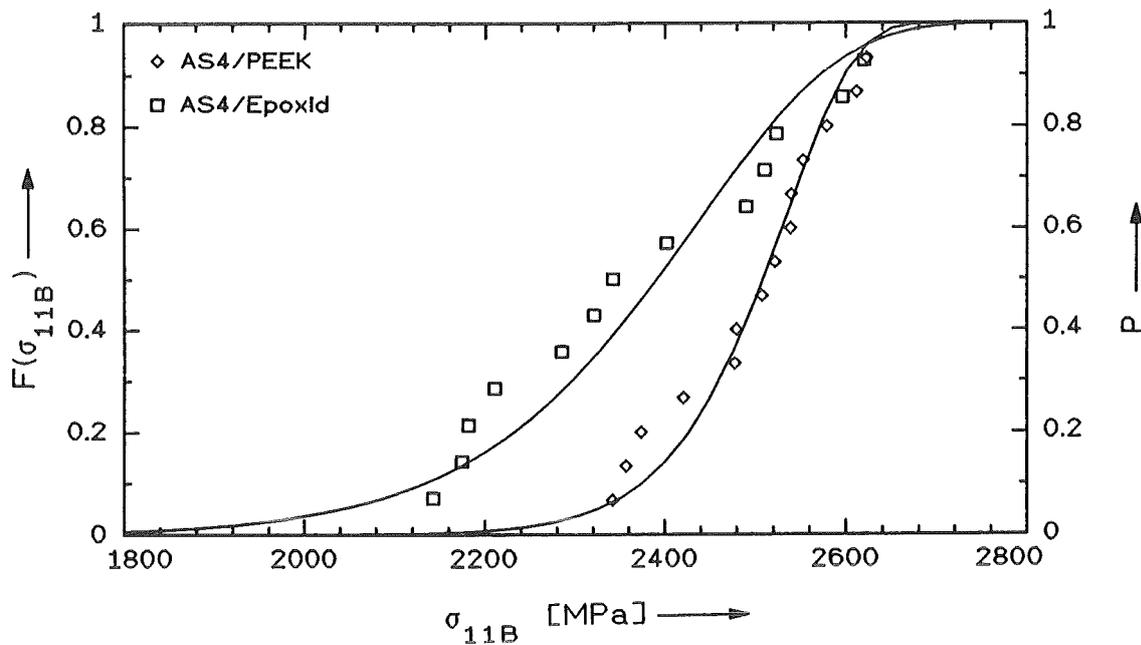


Bild 36 : Zugfestigkeitsverteilungen $F(\sigma_{11B})$ und P zweier Verbunde mit AS4-Faser

Die beiden Kurven gelten für AS4/PEEK, einem System mit guten, sowie AS4/Epoxid 1 mit schlechteren Qualitätsmerkmalen. Trägt man $\ln \ln (1/(1-P))$ gegen $\ln (\sigma_{11B})$ auf (Bild 37), so liegen die Punkte auf einer Geraden, deren Achsenabschnitt und Steigung ein Maß für die Lage- bzw. Formparameter α und β der Weibull-Verteilung Gl. (8.2) darstellen.

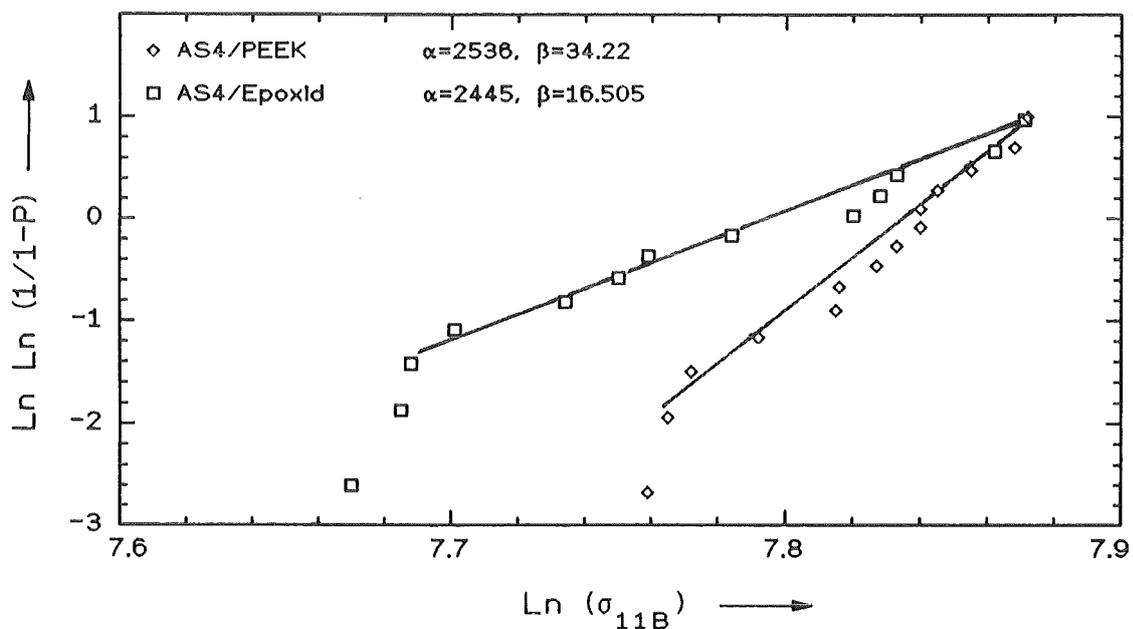


Bild 37 : Weibull-Verteilungen der Zugfestigkeit zweier Verbunde mit AS4-Faser

Die Bilder 36-37 belegen, daß eine niedrige Haftfestigkeit sowie größere, verarbeitungsbedingte Qualitätsschwankungen beim AS4/Epoxid zu einer geringfügig reduzierten Zugfestigkeit gegenüber AS4/PEEK bei gleichzeitig erhöhter Streuung der Meßwerte führen. Das breitere Streuband hat eine Reduktion des Formparameters β von 34.22 (AS4/PEEK) auf 16.05 (AS4/Epoxid 1) zur Folge.

Ähnliches wird für den Elastizitätsmodul dieser beiden Systeme festgestellt (Tabelle 11). Dies bedeutet letztendlich, daß die mittlere Bruchdehnung ε_{11B} von den genannten Faktoren weitgehend unberührt bleibt (Tabelle 12).

4.1.2.2) Schadensprozeß

Es wird davon ausgegangen, daß bei einer bestimmten Zugspannung σ_{11} zunächst die schwächsten Fasern brechen. Die Spannungskonzentrationen an diesen Punkten, d. h. die K-Faktoren gemäß

$$K = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \sqrt{a} \cdot \sigma \quad (4.2)$$

mit

a = Rißlänge

σ = wirkende Spannung

sind dann so groß, daß die Matrix sofort brechen wird. So kann beispielsweise mit Gl. (2.10) gezeigt werden, daß die resultierenden Schubspannungen aufgrund der hohen äußeren Belastung in jedem Fall größer sind als die Matrixscherfestigkeit.

Folglich breiten sich von den gebrochenen Fasern scharfe Matrixquerrisse aus und treffen auf die benachbarten Fasern. Entscheidend für den weiteren Versagensverlauf und die resultierende Verbundzugfestigkeit ist die Frage, ob die Matrixquerrisse die Schädigung weiterer Fasern bewirken. Diesbezüglich ergeben sich faserspezifische Unterschiede zwischen den einzelnen Verbundtypen:

T300-, M40JB-Faser (mit duroplastischer oder thermoplastischer Matrix):

Die Spannungskonzentrationen an der Spitze des Matrixquerrisses (Kap. 2.3.1) bewirken ein sofortiges Brechen weiterer Fasern (Bild 38). Der Riß läuft in einer glatten Linie durch den gesamten Probenquerschnitt (Bild 39, 40) und führt zum Versagen des Verbundes. Für den Verbund (T300/PC 3200) trifft dies, bedingt durch die schlechte Haftung, eingeschränkt zu.

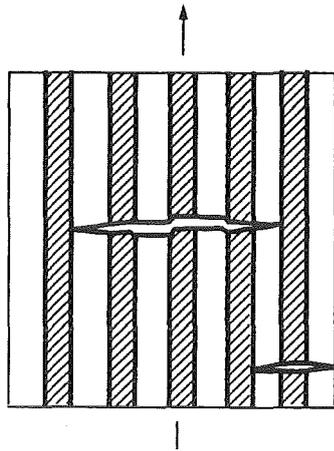


Bild 38 :

Schädigung benachbarter Fasern durch einen scharfen Querriß, der von einer gebrochenen Faser ausgeht (T300, M40JB-Faser mit duroplastischer oder thermoplastischer Matrix).

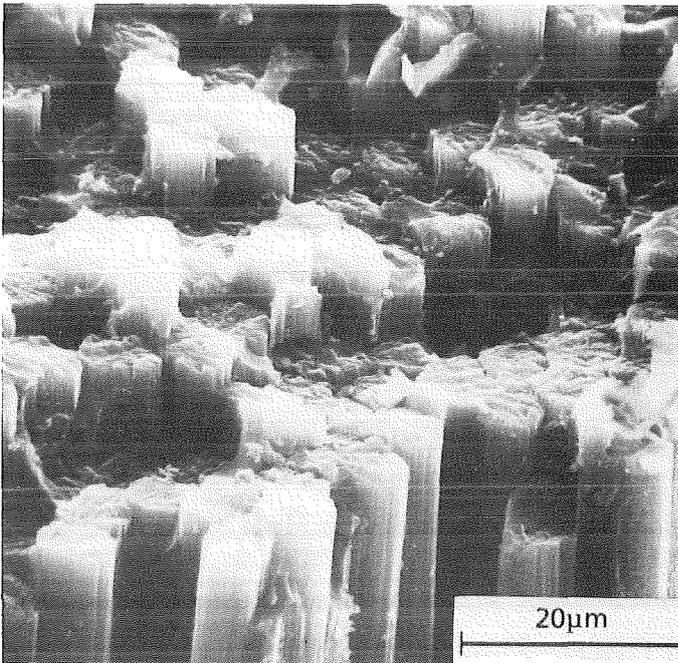


Bild 39 :

REM-Aufnahme einer gebrochenen Zugprobe des Systems T300/Epoxid 1
Betrachtungswinkel 40°

Die Frage, welche Spannungskomponente im Rißspitzenbereich zu den fortgesetzten Faserbrüchen führt, kann näherungsweise mit Hilfe von Gl. (2.9) und Gl. (2.13) beantwortet werden. Die gesamte Faserbelastung setzt sich zusammen aus der Komponente σ_f nach Gl. (2.9) sowie der zusätzlichen Belastung $\Delta\sigma_{1\max}$ durch die Spannungskonzentrationen an der Matrixrißspitze nach Gl. (2.13). Im Moment des Verbundbruches (σ_{11B}) beträgt die gesamte Faserbelastung ca. 3000 MPa für die T300- und ca. 3300 MPa für die M40JB-Verbunde. Da die entsprechenden Faserfestigkeiten (Tab. 4) darüber liegen, kann longitudinales Faserver-

sagen ausgeschlossen werden. Dagegen könnte die transversale Zugkomponente $\Delta\sigma_2$ (Bild 9) zu fortgesetztem transversalen Versagen der anisotropen Kohlenstofffasern und den glatten Bruchlinien führen.

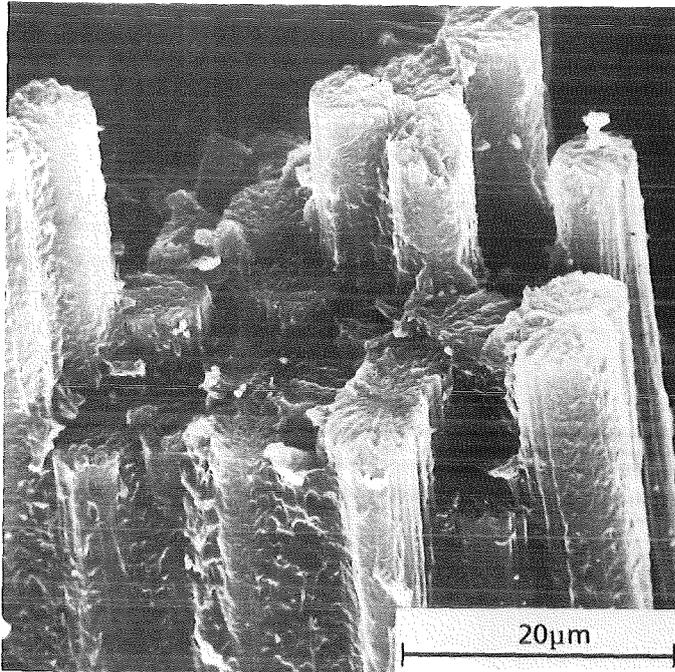


Bild 40 :

REM-Aufnahme einer gebrochenen Zugprobe des Systems T300/PEEK

Betrachtungswinkel 40°

AS4-Faser (mit duroplastischer oder thermoplastischer Matrix):

a) Bei den Verbunden mit AS4-Fasern ist zu erwarten, daß ähnliche Spannungskonzentrationen wie in den Systemen mit T300- und M40JB-Fasern auftreten.

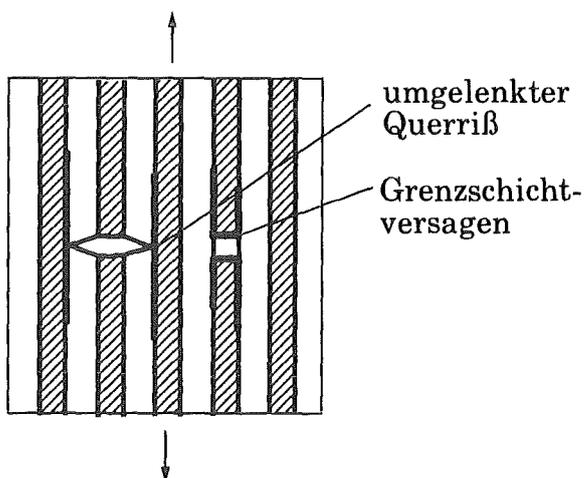


Bild 41 :

Längsrißausbreitung in Verbunden mit AS4-Faser und duroplastischer oder thermoplastischer Matrix

Nur führen diese nicht unbedingt zum Bruch weiterer Fasern. Stattdessen scheinen die Querrisse in Längsrichtung umgelenkt zu werden (Bild 41-43) und bewirken die Zerfaserung der Probe (Bild 30). Glatte Bruchflächen sind auf den Bereich von Faserbündeln begrenzt.

b) An einer gebrochenen Faser wird Grenzschichtversagen induziert (Bild 41, 42).

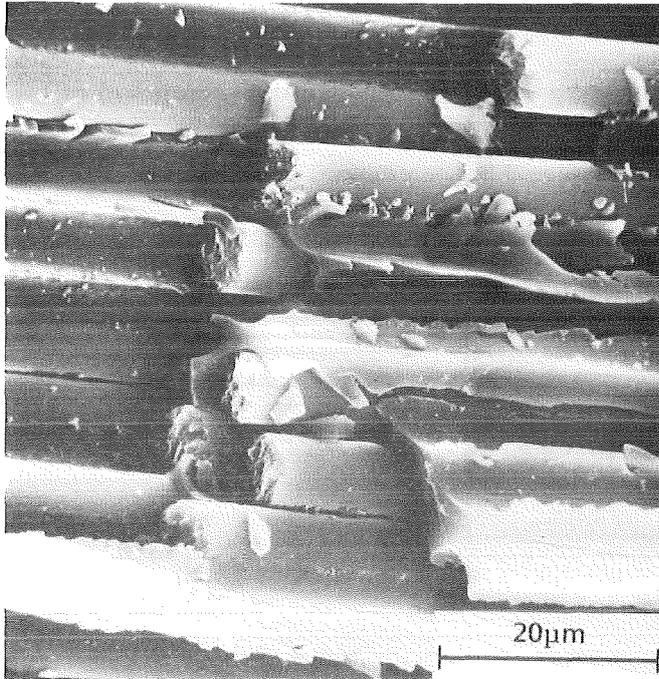


Bild 42:
REM-Aufnahme einer gebrochenen AS4/Epoxid 1-Zugprobe
Betrachtungswinkel 40 °

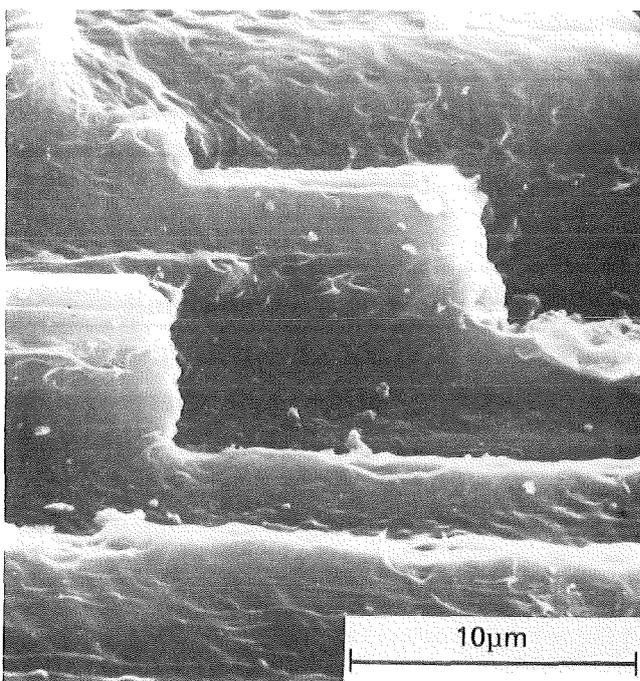


Bild 43:
REM-Aufnahme einer gebrochenen AS4/PEEK-Zugprobe

Der Bruch der schwächsten Fasern führt hier also nicht zum katastrophalen Versagen des Verbundes. Stattdessen kommt es zum sukzessiven, räumlich verteilten Brechen weiterer Fasern und zum Zerfasern des Verbundes. Warum gerade die Verwendung von AS4-Fasern zu einem derartigen Verhalten führt, kann an dieser Stelle nicht beantwortet werden.

Zusammengefaßt sei angemerkt, daß die Zugfestigkeiten und das Versagensverhalten der UD-Verbunde ausschließlich durch den verwendeten Fasertyp bestimmt werden. Aufgrund der hohen äußeren Belastung sind die Spannungskonzentrationen in der Matrix, sei es an gebrochenen Fasern (Gl. 2.10) oder an einer Rißspitze (Gl. 2.13 - 2.15) so groß, daß diese sofort versagt und keinen Einfluß auf den weiteren Schadensverlauf nimmt.

4.1.3) Meßergebnisse und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter quasistatischer, transversaler Zugbelastung

Bei Zugbelastung senkrecht zur Faserrichtung sind die Komponenten Faser, Grenzschicht und Matrix hintereinander geschaltet. Aufgrund der festen Koppelung bewirken die steifen Fasern eine Verformungsbehinderung der Matrix und führen zu Spannungskonzentrationen im Polymeren. Diese Kerbwirkung der Fasern schwächt den UD-Verbund in 90°-Richtung.

Tabelle 13: Elastizitätseigenschaften der UD-Verbundsysteme unter quasistatischer, transversaler Zugbelastung bei $T = 77 \text{ K}$

	AS4/PEEK	AS4/Epoxid 1	AS4/Epoxid 2
E_m , GPa	6.14 (PEEK)	8.08 (Epoxid 1)	7.25 (Epoxid 2)
E_{22} , GPa (gemessen)	14.3 +/- 2	15.9 +/- 1.3	14.5 +/- 0.8
E_{22} , GPa berechnet (2.22)	12.2	13.9	13.2
ν_{12} (gemessen)	0.080	0.082	0.098

(Für die mikromechanischen Berechnungen wurden die Kennwerte aus 3.1.2) und 3.1.4) sowie die Matrixsteifigkeiten aus 4.1.1) herangezogen)

Die elastischen Eigenschaften der UD-Verbunde unter Querkzugbelastung werden durch die Matrix bestimmt, wie Tabelle 13 für drei Verbundsysteme verdeutlicht. Dies bedeutet, daß eine höhere Matrixsteifigkeit, wie beim Epoxid, einen entsprechend größeren, transversalen Elastizitätsmodul E_{22} zur Folge hat. Diese Tatsache wird auch in der halbempirischen Berechnungsformel von Förster/Knappe (Gl. 2.22) berücksichtigt. Die Anisotropie der Kohlenstofffaser wird dabei über die Größe des transversalen Elastizitätsmoduls E_{f22} mit in die Rechnung einbezogen, d.h. $E_{f22} \ll E_{f11}$ für die Kohlenstofffaser.

Wie bereits von Ahlborn /61/ vorgeschlagen, führt die realistische Annahme von 15 GPa für E_{f22} zu befriedigenden Abschätzungen der transversalen Elastizitätseigenschaften mit maximalen Abweichungen von 15% vom experimentellen Wert.

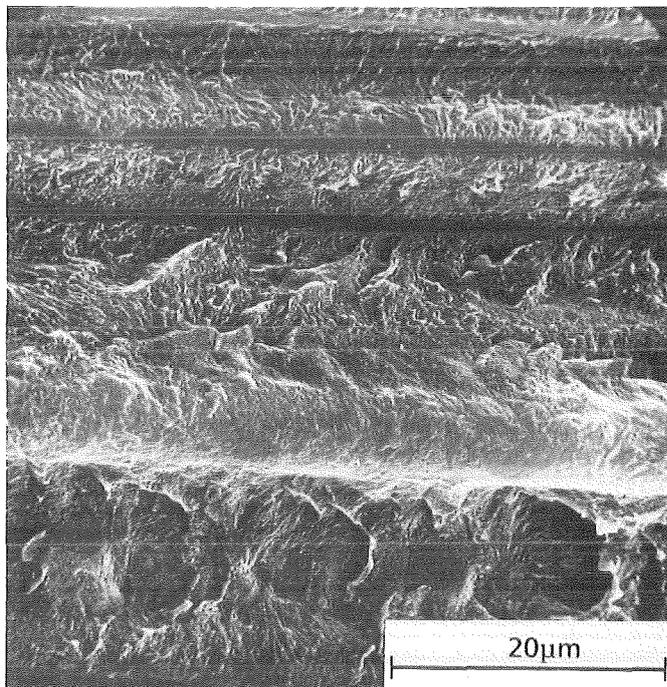


Bild 44:
REM-Aufnahme einer gebrochenen AS4/PEEK-Querkzugprobe

Das Versagen der schwächsten Komponente bestimmt die Querkzugfestigkeit σ_{22B} der UD-Verbunde. Für AS4/PEEK ist dies bei guter Haftung die Matrix (Bild 44), während beim AS4/Epoxid die Haftungsschicht versagt (Bild 45). Dementsprechend stark weichen die Querkzugfestigkeiten beider Systeme voneinander ab (Tabelle 14). AS4/PEEK verfügt aufgrund der ausgezeichneten Haftungseigenschaften /63, 64/, sowie einer guten Matrixfestigkeit (Kap. 4.1.1) über eine um mehr als doppelt so große Querkzugfestigkeit und Bruchdehnung als der Verbund mit der duroplastischen Matrix.

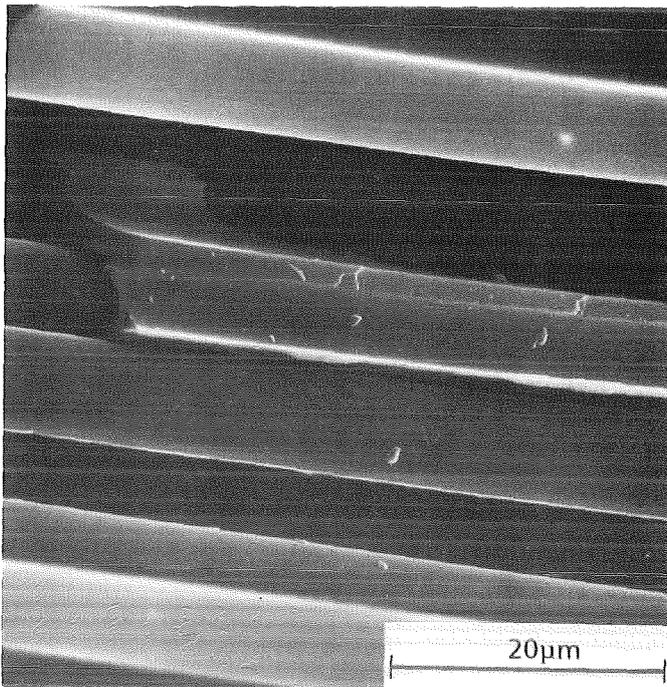


Bild 45:
REM-Aufnahme einer gebrochenen AS4/Epoxid 1-Querzugprobe

Tabelle 14: Festigkeitseigenschaften der UD-Verbundsysteme unter quasistatischer, transversaler Zugbelastung bei $T = 77\text{ K}$

	AS4/PEEK	AS4/Epoxid 1	AS4/Epoxid 2
σ_{22B} , MPa (gemessen)	106.7 +/- 13.4	40 +/- 0.7	41.2 +/- 4.2
σ_{22B} , MPa ber. (2.18), $E_{f22} = 15\text{ GPa}$ berechnet (2.19)	143.9 99.0	124.7 77.6	111.4 71.8
ϵ_{22B} , % (gemessen)	0.72 +/- 0.13	0.28 +/- 0.04	0.29 +/- 0.02

(Für die mikromechanischen Berechnungen wurden die Kennwerte aus 3.1.2) und 3.1.4) sowie die Matrixfestigkeiten aus 4.1.1) herangezogen)

Die Ansätze zur mikromechanischen Berechnung der transversalen Verbundzugfestigkeit nach Chamis (Gl. 2.18) und Noyes/Jones (Gl. 2.19) gehen von einer opti-

malen Haftung aus und liefern für die Systeme mit schlechter Haftung (AS4/Epoxyd), wie erwartet, zu große Abschätzungen von σ_{22B} .

Die Berechnung nach Gl. (2.18) führt allerdings auch bei guter Haftung (AS4/PEEK) zu überhöhten Werten der theoretischen, transversalen Zugfestigkeit. Der Grund hierfür liegt in der falschen Berücksichtigung der Anisotropie der Kohlenstoffaser (bei Annahme von $E_{f22} = 15 \text{ GPa}$, s. Gl. 2.22) und einer daraus resultierenden zu konservativen Einschätzung des Spannungskonzentrationsfaktors.

In Gl. (2.19) wird die Anisotropie der Fasern dagegen generell nicht berücksichtigt. Stattdessen liefert die Abschätzung der Spannungskonzentrationen mit einer e-Funktion aus dem Faservolumengehalt ϕ gute Voraussagen der Querkzugfestigkeit für AS4/PEEK.

4.1.4) Ermüdungseigenschaften und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter schwelloender, longitudinaler Zugbelastung

4.1.4.1) Wöhler-Diagramme

Die Beschreibung des Ermüdungsverhaltens von Faserverbunden unter zugschwellender Belastung erfolgt mit Hilfe von Wöhler-Kurven unter Auftragung der einfachen oder (auf die statische Zugfestigkeit) normierten Oberspannung σ_o gegen den Logarithmus der Lastwechselzahl N_B bis zum Bruch /9, 5, 91/. Bild 46 zeigt ein derartiges Diagramm für UD-Verbunde mit drei verschiedenen Fasern und einem Matrixtyp. Die Beschreibung der an die Meßwerte $\sigma_o(N_B)$ angenäherten Wöhler-Kurven erfolgte dabei nach /61/:

$$\sigma_o(N_B) = \sigma_D + \frac{\sigma_B - \sigma_D}{\exp(\log N_B / g)^h} \quad (4.3)$$

Die entsprechenden Formfaktoren g und h sowie die Meßwerte sind im Anhang aufgeführt.

Nach Aussage von Bild 46 werden sowohl die statische Zugfestigkeit als auch die Schwellfestigkeit unter zyklischer Zugbelastung durch die Wahl der Faser beeinflusst. Dabei weist das System mit der Hochmodul-Faser die höchste Schwellfestigkeit nach 10^7 Lastwechseln auf, während die Spannungsniveaus der Verbunde mit HT-Fasern weit darunter liegen.

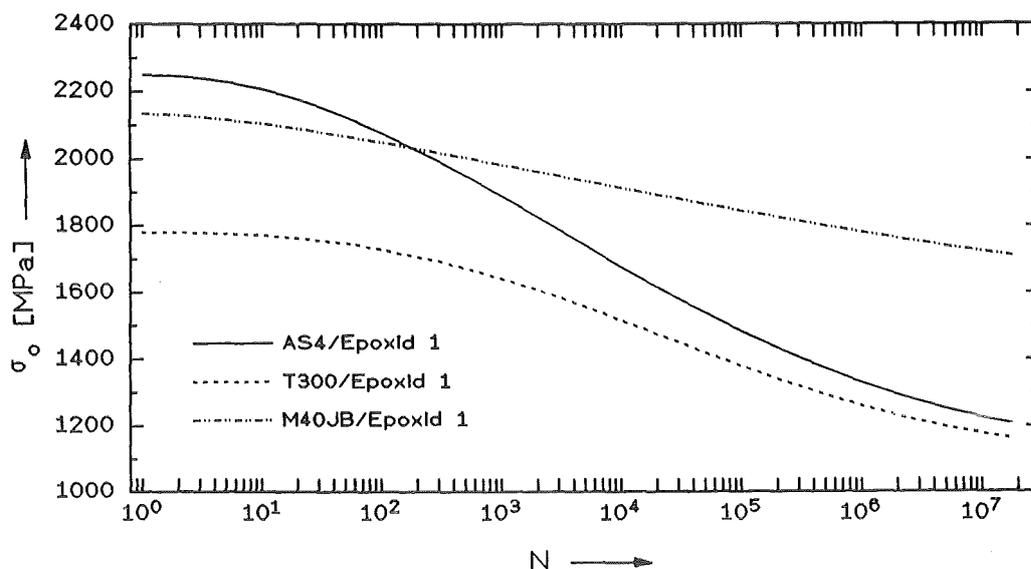


Bild 46 : S-N-Diagramme für Systeme verschiedener Fasern und einem Matrix-Typ (Epoxyd 1)

Wie bereits in zahlreichen Arbeiten für Raumtemperatur gezeigt wurde, gibt die Auftragung der Dehnungs- statt der Spannungsamplitude als Parameter mehr Aufschluß über die Bedeutung der Matrix für das Ermüdungsverhalten eines Verbundes /11-16/. Von Ahlborn /9/ wurde experimentell ermittelt, daß bei UD-Verbunden unter zugschwellender Belastung keine Moduldegradation auftritt, d. h. die Umrechnung der Oberspannung nach

$$\varepsilon_o = \frac{\sigma_o}{E_{11}(N=1)} \quad (4.4)$$

ist zum einen zulässig. Zum anderen ist die ε -N-Auftragung sinnvoll, da die beiden parallelgeschalteten Komponenten die gleiche äußere Dehnung erfahren, die Spannungen in Faser und Matrix sich hingegen stark voneinander unterscheiden /15/.

Vergleicht man die entsprechenden ε -N-Diagramme der betrachteten Verbunde (Bild 47), so zeigen diese ein asymptotisches Verhalten zu großen Lastwechselzahlen mit einem charakteristischen Dehnungsniveau aller drei Kurven von ca. 0.75% bei 10⁷ Lastwechseln. Unabhängig von der Wahl der Faser zeigt jede Matrix eine derartige charakteristische Oberdehnung (Bild 47-50). Die Ermüdung von unidirektionalen Faserverbunden stellt demnach einen dehnungskontrollier-

ten Prozeß dar, der bei kleinen Schwingamplituden bzw. hohen Lebensdauern vom Matrixverhalten bestimmt wird /8/.

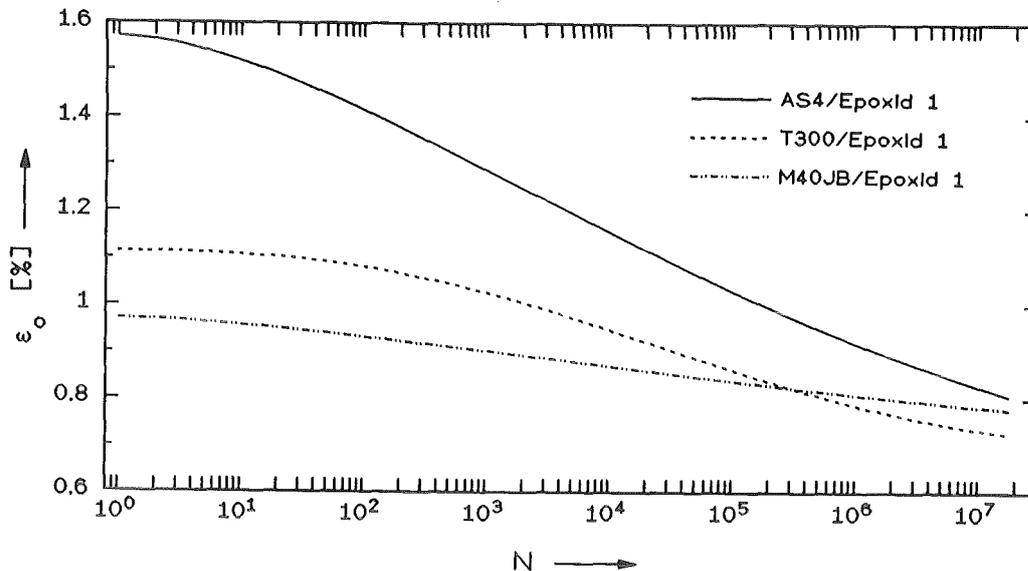


Bild 47 : ϵ -N-Diagramme für Systeme verschiedener Fasern und einem Matrix-Typ (Epoxid 1)

Die Steigung der ϵ -N-Kurve hängt davon ab, wie stark die statische Bruchdehnung und der Dehnungshorizont nach 10^7 Lastwechseln voneinander abweichen. Je niedriger die statische Bruchdehnung, umso flacher verläuft die entsprechende ϵ -N-Kurve (Bild 47, 50).

Die Verläufe der ϵ -N-Kurven, die ein Maß für die Wechselwirkungen zwischen Faser und Matrix darstellen, hängen nicht von den Verarbeitungsparametern oder der Faser/Matrix-Haftung ab:

- Trotz einer schlechten Faser/Matrix-Verteilung (Kap. 3.1.4) zeigt der T300/PEEK-Verbund das gleiche charakteristische Dehnungsniveau nach 10^7 Lastwechseln wie die AS4/PEEK-Kombination (Bild 48).
- Den Qualitätskontrollen (Kap. 3.1.4) zufolge weisen die Verbunde mit AS4- bzw. T300-Faser und Epoxid 1-Matrix schlechtere Haftungseigenschaften und höhere Fehlerquoten als das entsprechende System mit M40JB-Faser auf. Im Gegensatz zu den statischen Zugeigenschaften (Kap. 4.1.2.1) bleibt das Ermüdungsverhalten von diesen Faktoren unbeeinflusst (Bild 47).

Entsprechende Beobachtungen existieren für Verbunde mit modifizierter PEEK-Matrix /10/.

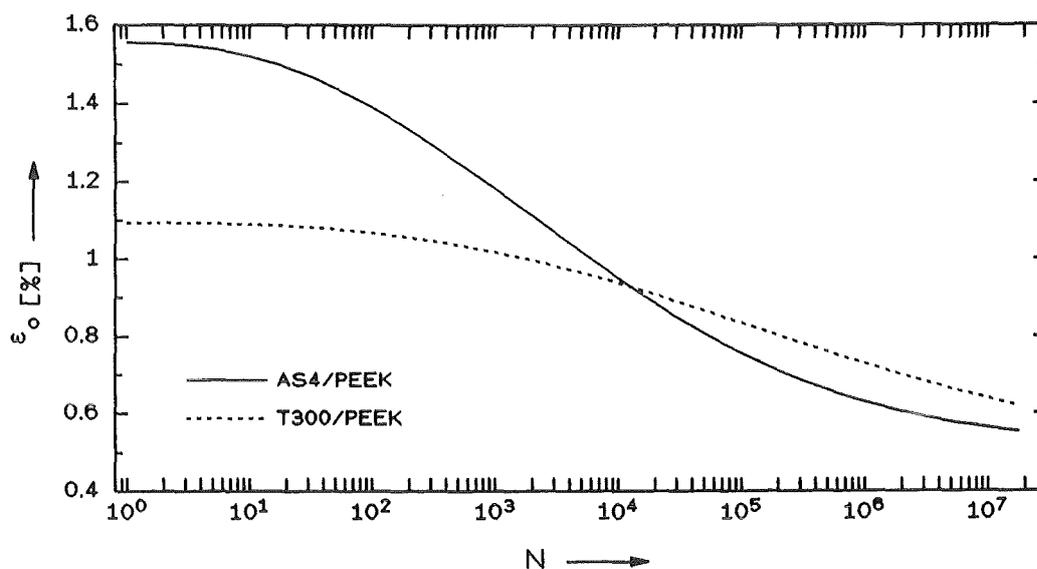


Bild 48 : ϵ -N-Diagramme für Systeme mit T300- und AS4-Faser in PEEK

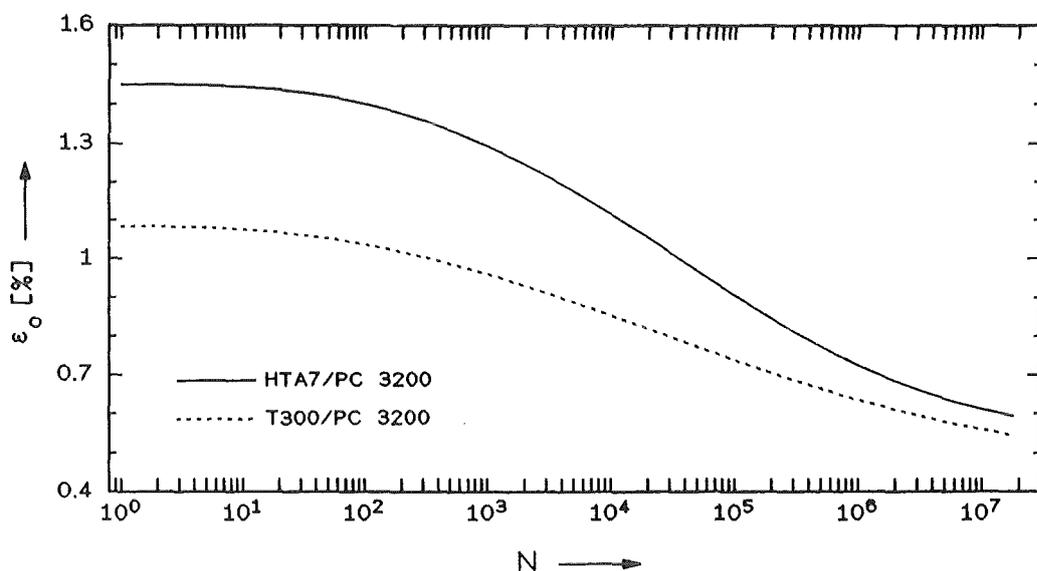


Bild 49 : ϵ -N-Diagramme für Systeme mit T300- und HTA7-Faser /61/ in PC 3200

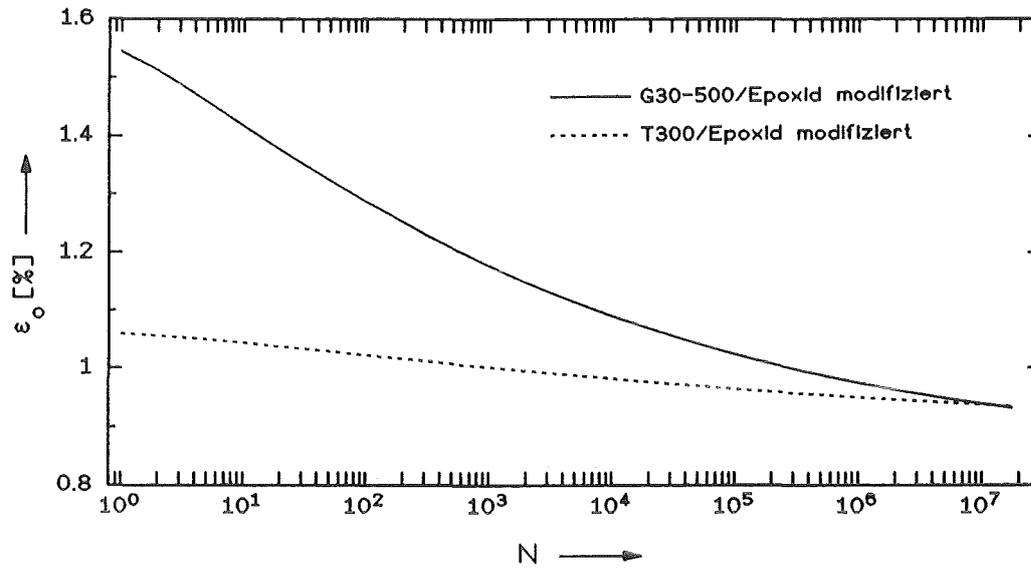


Bild 50 : ϵ -N-Diagramme für Systeme mit T300- und G30-500-Faser /10/ in modifiziertem Epoxid-Harz

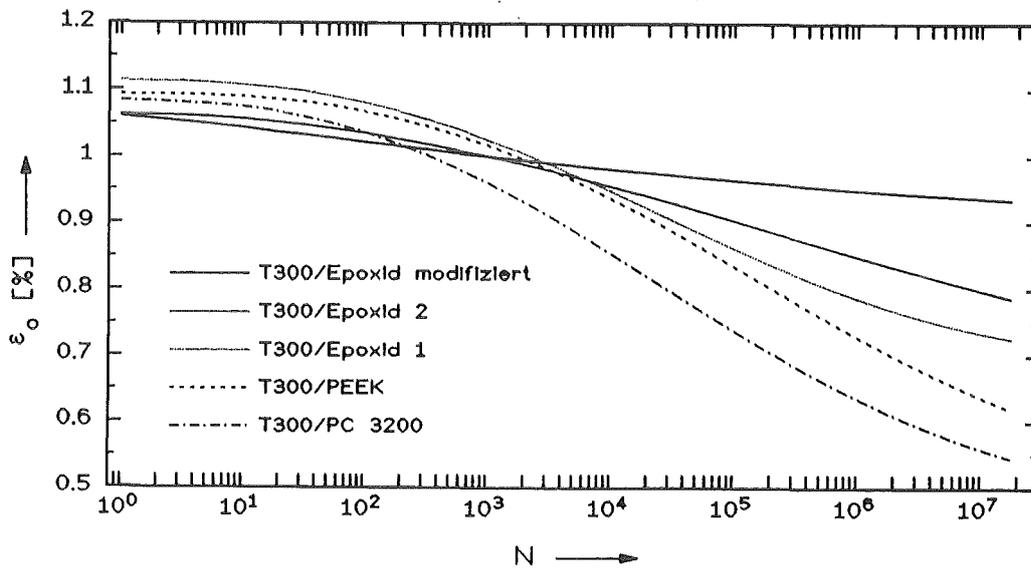


Bild 51 : ϵ -N-Diagramme für Systeme verschiedener Matrices und einem Fasertyp (T300)

Vergleicht man nun die ϵ -N-Diagramme verschiedener Matrices in Kombination mit einem bestimmten Fasertyp (Bild 51), so wird für das modifizierte Epoxidharz ein exzellentes Ermüdungsverhalten mit nahezu horizontalem Wöhler-Kurvenverlauf gefunden. Die Kombination T300/Epoxid (modifiziert) zeigt praktische keine Degradation mehr, d. h. $\epsilon_{11D} \approx \epsilon_{11B}$. Darunter liegen die ϵ -N-Diagramme der Systeme mit reiner duroplastischer Matrix (Epoxid 1 und 2). Den niedrigsten charakteristischen Dehnungshorizont nach 10^7 Lastwechseln zeigen die Verbunde mit den thermoplastischen Matrices PEEK und PC 3200.

4.1.4.2) Schadensanalyse

Die duroplastischen Matrices weisen eine Vielzahl von Querrissen auf, auch bei nachgewiesener schlechter Haftung. Die Querrisse entstehen an gebrochenen Fasern (Bild 52) oder kommen in dichter Staffelung entlang der Fasern vor (Bild 53). Besonders deutlich wird die Zerrüttung der Matrix im Rasterelektronenmikroskop bei einem Betrachtungswinkel von 70° (Bild 54).

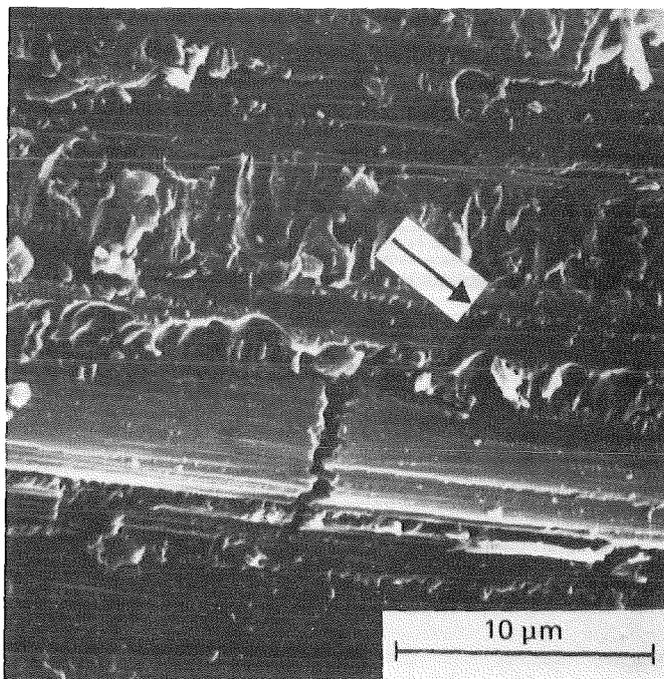


Bild 52 :
REM-Aufnahme einer gebrochenen Zugschwellprobe des Systems T300/Epoxid modifiziert:
Faserbruch erzeugt Matrixquerriß

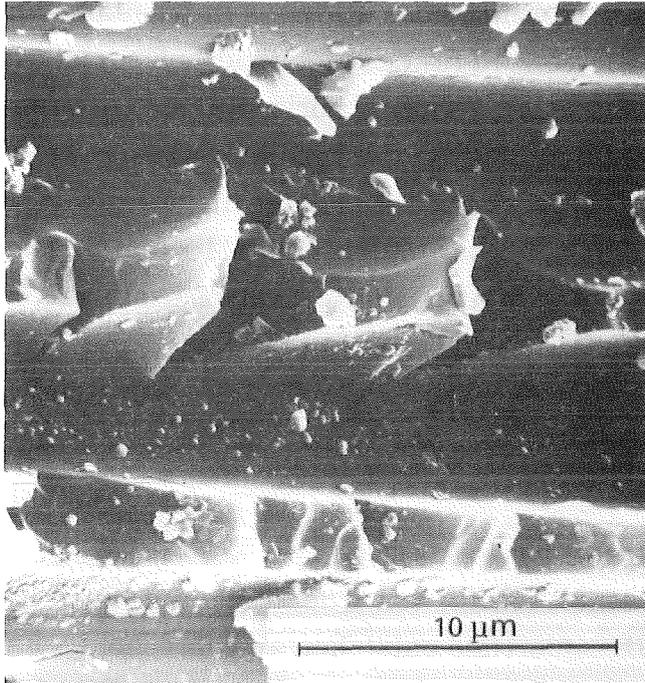


Bild 53 :
REM-Aufnahme einer gebrochenen Zugschwellprobe des Systems AS4/Epoxid 1

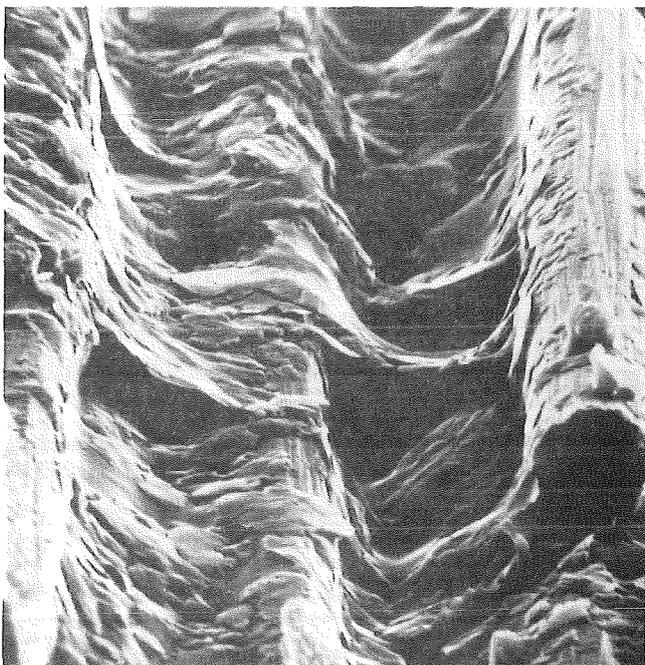


Bild 54 :
REM-Aufnahme einer gebrochenen Zugschwellprobe des Systems T300/Epoxid 1
Vergrößerung 7200fach,
Betrachtungswinkel 70°

Anhand der mechanischen Dämpfung (oder normierten Ridichte) $\Delta(\tan \delta)$ wird deutlich, da die beobachtete Querribildung bereits nach wenigen Lastspielzahlen einsetzt (Bild 55) und ein entsprechend hohes $\Delta(\tan \delta)$ -Niveau erzeugt.

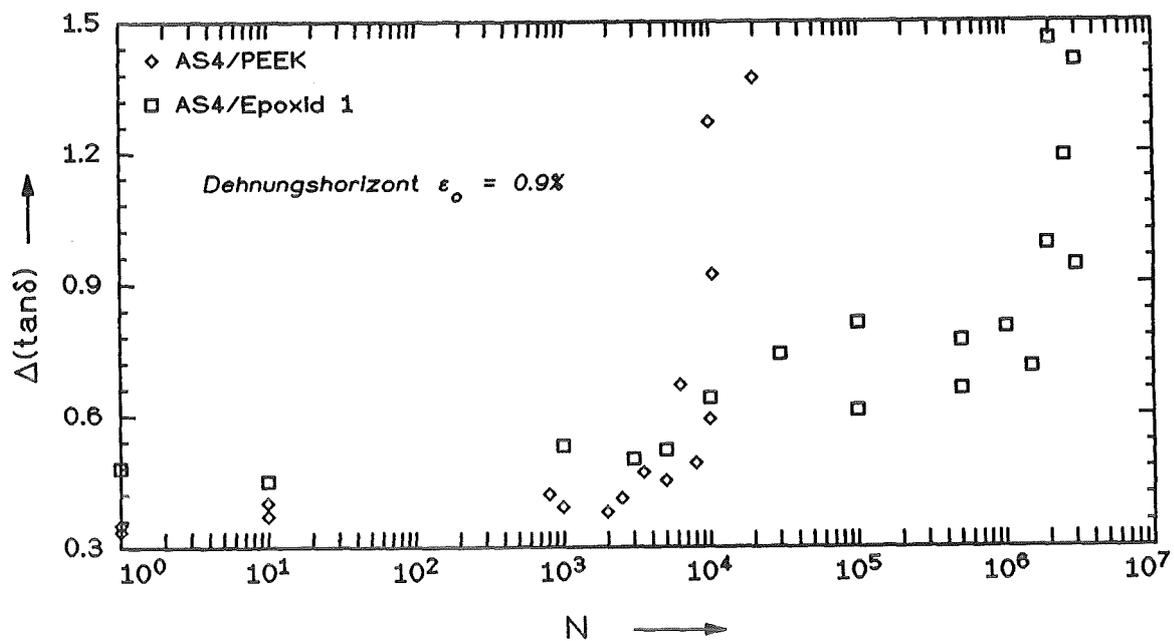


Bild 55 : Normierte Rißdichte $\Delta(\tan \delta)$ gegen die Anzahl der Lastwechsel N

Als Funktion der Lastwechselzahl steigt die normierte Rißdichte kontinuierlich an, bis sie ein kritisches Niveau erreicht, an dem unter Zerfaserung der Probe und Faserbrüchen Versagen eintritt.

Lediglich unter hohem Oberdehnungsniveau nahe der statischen Verbundbruchdehnung ($\varepsilon_0 > 0.9\%$) versagen die Proben der duroplastischen Matrices mit T300- bzw. M40JB-Faser in glatten Bruchlinien.

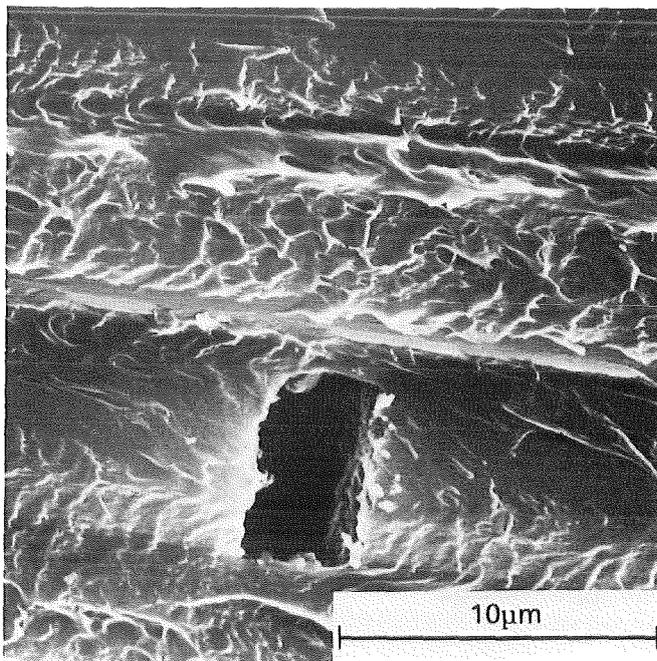


Bild 56 :
 REM-Aufnahme einer gebrochenen Zugschwellprobe des Systems AS4/PEEK:
 Deformation und Versagen der Matrix im Bereich einer gebrochenen Faser

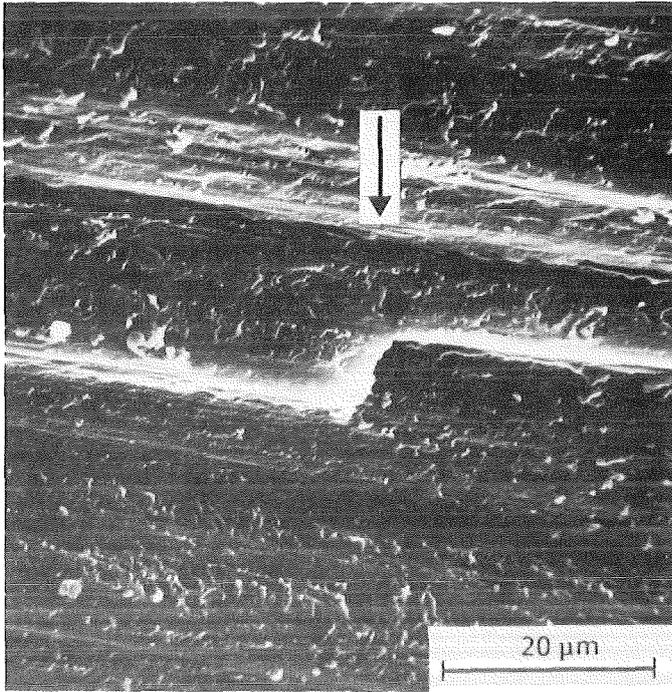


Bild 57:
REM-Aufnahme einer gebrochenen Zugschwellprobe des Systems T300/PEEK:
Längsriß

Die thermoplastischen Matrices weisen hingegen keine Querrisse auf. Die hohe Zähigkeit des Polymeren verhindert die Querrissbildung selbst an Punkten hoher Spannungen (Bild 56). Stattdessen wird über weite Bereiche Matrixversagen entlang der Fasern beobachtet (Bild 56, 57).

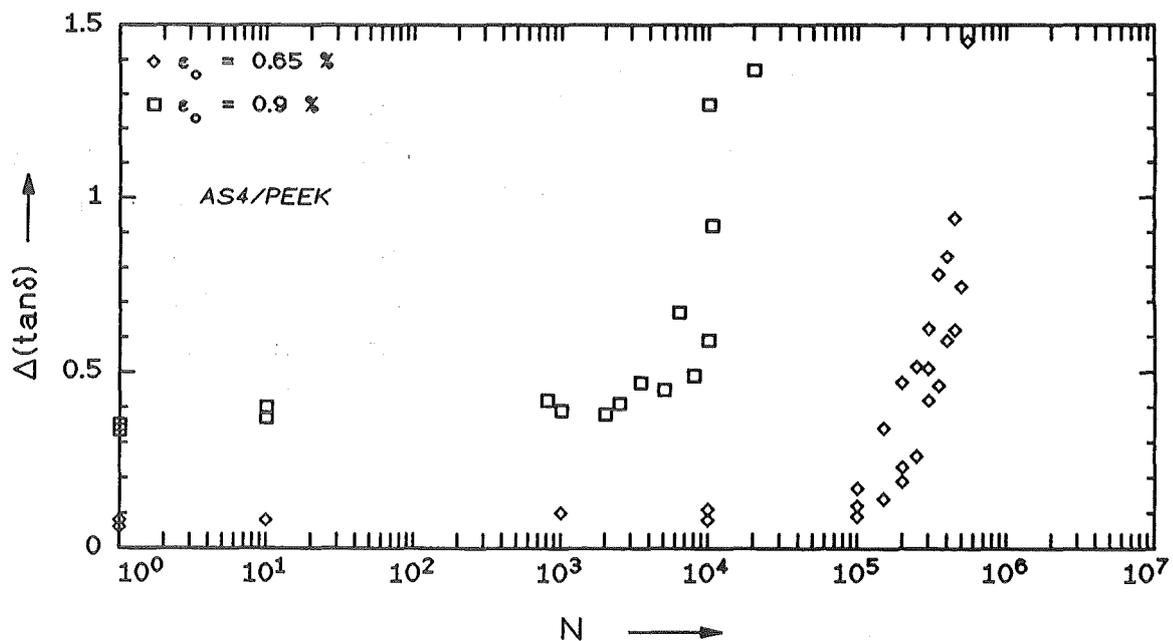


Bild 58: Abhängigkeit von $\Delta(\tan \delta)$ von der dynamischen Oberdehnung ϵ_0

Das Ausbleiben einer massiven Ribildung drckt sich auch in den $\Delta(\tan\delta)$ -Messungen aus. Das Niveau der normierten Ridichte ist niedriger als beim Epoxid (Bild 55). Wie zudem Bild 58 der $\Delta(\tan\delta)$ -Kurven fr AS4/PEEK und zwei verschiedene Oberdehnungen ε_0 verdeutlicht, verluft $\Delta(\tan\delta)$ unabhngig von der Hhe der Oberdehnung konstant bis kurz vor Eintreten des Bruches (Lediglich das Niveau der Ridichte hngt von ε_0 ab.). Dies bedeutet, da sich in der PEEK-Matrix unter zyklischer Zugbelastung keine weiteren Risse bilden. Erst kurz vor dem Versagen fhrt die Zerfaserung der Probe zu einem starken Anstieg von $\Delta(\tan\delta)$.

4.2) Torsionsbelastung

4.2.1) Statische und zyklische Eigenschaften der Matrixmaterialien

Tabelle 15 zeigt die statischen Schereigenschaften der reinen Matrixsysteme.

Tabelle 15: Elastizitts- und Festigkeitseigenschaften der Matrixpolymere unter quasistatischer Schubbelastung bei $T = 77\text{ K}$

	Scherfestigkeit τ_{12B} , MPa	Bruchdehnung γ_{12B} , mrad	Schubmodul G, GPa
Epoxid 1	53*	22*	2.37
Epoxid 2	81*	41*	2.34
PEEK	148	87	2.20
PC 3200	104	86	2.21

(* bezeichnen den maximal gemessenen Wert. Die Sprdigkeit der Epoxid-Harze bei 77K fhrt zum vorzeitigen Versagen im Bereich der Momenteneinleitungszone.)

Die Epoxide reagieren wieder sehr sprde und nahezu linear elastisch (Bild 59). Ihre Schersteifigkeiten sind etwas grer als die der Thermoplasten.

Die Thermoplasten zeigen, wie schon unter Zugbelastung, ein ausgeprgtes nicht-lineares Deformationsverhalten, verbunden mit hohen Bruchdehnungen. Die bei weitem hchste Scherfestigkeit und Bruchdehnung wird fr PEEK gefunden.

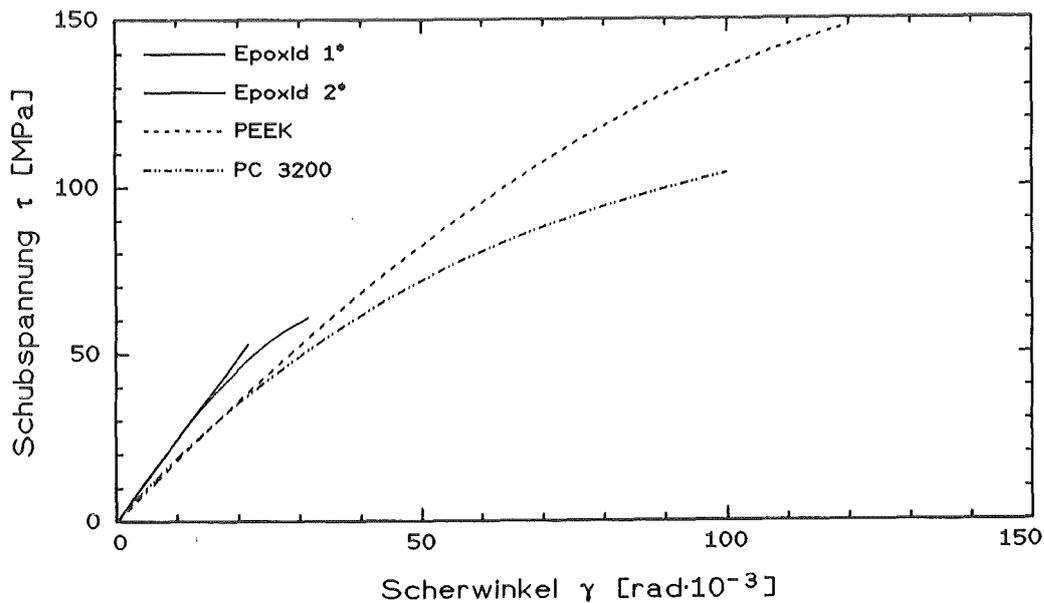


Bild 59: Schubspannungs-Scherungs-Diagramme der Matrixpolymere bei $T=77\text{ K}$ (* s. Tab. 15)

Bezüglich des Ermüdungsverhaltens gibt Bild 60 einen Vergleich der normierten Spannungs-Lebensdauer-Diagramme von PEEK unter zug- bzw. scherschwellernder Belastung. Dabei wird ein wesentlich größerer Spannungsabfall für scherschwellernde Belastung gefunden. Ein Grund hierfür mag in der schwachen sekundären van der Waals-Bindung der Makromoleküle untereinander liegen, welche unter zyklischer Scherbelastung leicht gelöst werden können.

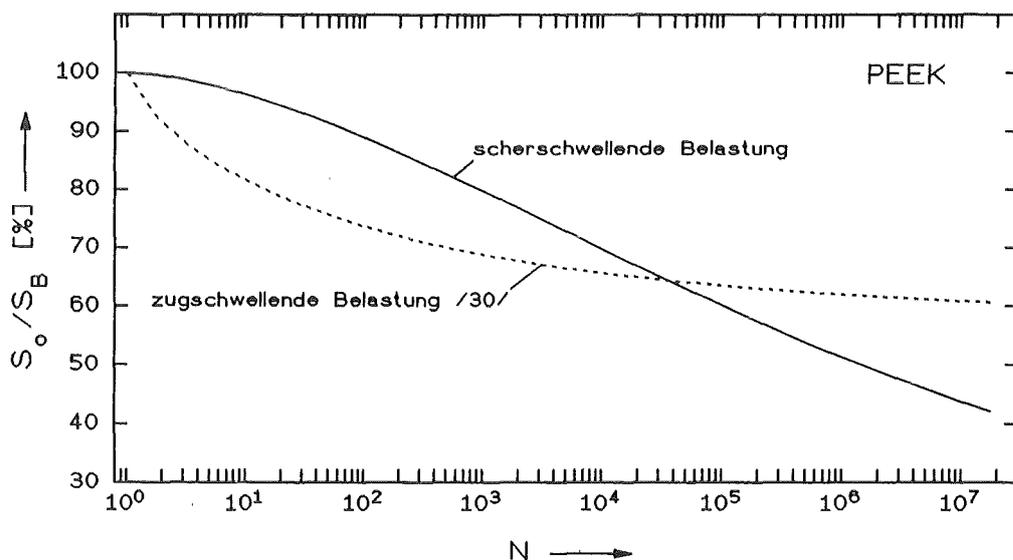


Bild 60: Normierte Spannungs-Lebensdauer-Diagramme für PEEK

$S_0 = \sigma_0$ für zugschwellernde Belastung

$S_0 = \tau_0$ für scherschwellernde Belastung

4.2.2) Meßergebnisse und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter quasistatischer Scherbelastung

Die Elastizitätseigenschaften eines UD-Verbundes unter Scherbelastung hängen in erster Linie vom Faservolumengehalt ϕ und der Schersteifigkeit $G_m(T)$ der Matrix ab. Alle drei Matrixpolymere weisen nahezu identische Schubmoduli auf (Tabelle 15). Von daher unterscheiden sich die Schubmoduli der entsprechenden Verbundsysteme nur wenig voneinander (Tabelle 16). Der höchste Wert von G_{12} für AS4/PEEK kann auf den vergleichsweise höheren Faservolumengehalt von 0.61 (gegenüber 0.60 und 0.55 der AS4/Epoxid-Verbunde) zurückgeführt werden [22].

Tabelle 16: Elastizitätseigenschaften der UD-Verbundsysteme unter quasistatischer Schubbelastung bei $T = 77 \text{ K}$

	AS4/PEEK	AS4/Epoxid 1	AS4/Epoxid 2
G_{12} , GPa (gemessen)	10.9 +/- 0.59	9.17 +/-0.52	9.12 +/-0.46
G_{12} , GPa berechnet (2.23)	10.0	10.41	8.84
berechnet (2.25)	9.92	10.22	8.22
berechnet (2.27)	10.0	9.45	5.18

(Für die mikromechanischen Berechnungen wurden die Kennwerte aus 3.1.2) und 3.1.4) sowie die Matrixsteifigkeiten aus 4.2.1) herangezogen.

Die Abschätzungen nach Puck (2.23), Tsai (2.25) und Sendeckyj (2.27) liefern, AS4/Epoxid 2 ausgenommen¹⁾, gute Abschätzungen des Schubmoduls bei tiefen Temperaturen. Bei diesen Berechnungen wurde von isotropen Fasereigenschaften ausgegangen (s. Gl. 2.24), d. h. die Anisotropie der Kohlenstofffaser spielt für die Scherelastizität des Verbundes keine Rolle.

Die interlaminare Scherfestigkeit eines UD-Verbundes wird bestimmt durch die Scherfestigkeit der Matrix $\tau_m(T)$ und die Haftung zwischen Faser und Matrix.

Das thermoplastische PEEK weist zum einen eine hervorragende kryogene Scherfestigkeit (Kap. 4.2.1) auf. Zum anderen ist die Faser-Matrix-Haftung sehr gut

1) Die Stichproben der Qualitätskontrolle wiesen für AS4/Epoxid 2 den niedrigsten Faservolumengehalt und den höchsten Fehlstellenanteil auf, welche in die mikromechanischen Abschätzungen mit einfließen.

(Kap. 4.1.3). Dies führt zu einer deutlich höheren interlaminaren Scherfestigkeit und Scherdehnung des AS4/PEEK-Verbundes gegenüber den Systemen mit duroplastischer Matrix (Tabelle 17).

Tabelle 17: Interlaminare Scherfestigkeiten UD-Verbundsysteme unter quasi-statischer Torsionsbelastung bei $T = 77\text{ K}$

	AS4/PEEK	AS4/Epoxid 1	AS4/Epoxid 2
τ_{12B} , MPa (gemessen)	151.5 +/- 4.5	109.8 +/- 2.3	120.7 +/- 10.7
τ_{12B} , MPa berechnet (2.20)	180		
Shu, Rosen /46/	188.4	-	-
Hashin /45/	148		
γ_{12B} , mrad (gemessen)	29.5 +/- 4.2	11.9 +/- 0.5	14.8 +/- 2.2

(Für die mikromechanischen Berechnungen wurden die Kennwerte aus 3.1.2) und 3.1.4) sowie die Matrixfestigkeiten aus 4.2.1) herangezogen.

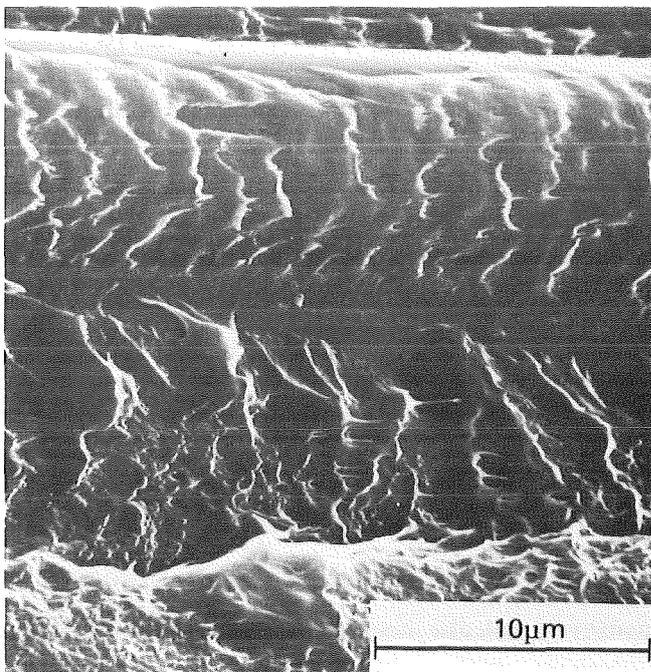


Bild 61 :
REM-Aufnahme einer gebrochenen AS4/PEEK-Torsionsprobe

Das Versagen geht beim AS4/PEEK von der Matrix aus (Bild 61), die ein gewisses Maß an Scherdeformation aufweist. Bei den duromeren Verbunden hingegen ver-

sagt, wie schon unter transversaler Zugbelastung, die Haftungsschicht (Aus diesem Grund wurde keine mikromechanische Berechnung der Scherfestigkeit vorgenommen.). Die spröde Matrix zeigt keinerlei Scherdeformation (Bild 62).

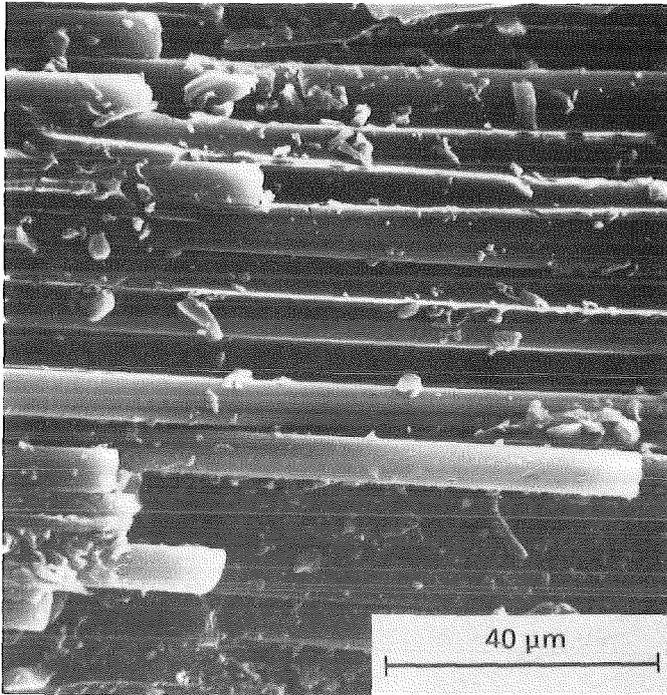


Bild 62 :
REM-Aufnahme einer gebrochenen AS4/Epoxid 1-Torsionsprobe

Die nach Adams & Doner /48/ berechnete Scherfestigkeit (2.20) sowie der von Shu, Rosen /46/ vorgeschlagene, obere Grenzwert liegen für den Fall optimaler Haftung (AS4/PEEK) ca. 20% über dem gemessenen Resultat (Tabelle 17). Die Scherfestigkeiten von Verbund und Matrix sind nahezu identisch, d.h. bei guter Faser/Matrix-Haftung und einem Faservolumengehalt von ca. 0.6 wird die Scherfestigkeit des Verbundes allein durch die Scherfestigkeit der Matrix bestimmt, wie von Hashin /45/ angenommen. Die Fasern führen weder zu ein Verstärkung noch einer Schwächung des Verbundes gegenüber dem Matrixpolymeren. Auch die gefundenen Porositäten führen diesbezüglich zu keiner Reduktion.

4.2.3) Ermüdungseigenschaften und Schadensprozeß der UD-Verbunde unter schwellender Scherbelastung

4.2.3.1) Wöhler-Diagramme

Bei ebener Schubbelastung sind die Komponenten des UD-Verbundes in Serie geschaltet und erfahren die gleiche äußere Spannung τ_{12} . Die entscheidende Größe ist daher die Spannung und nicht die Dehnung. Im folgenden werden τ -N-Diagramme (unter Auftragung der Oberspannung τ_o als Parameter) gezeigt. In Bild 63 sind die τ -N-Diagramme verschiedener UD-Verbundtypen dargestellt.

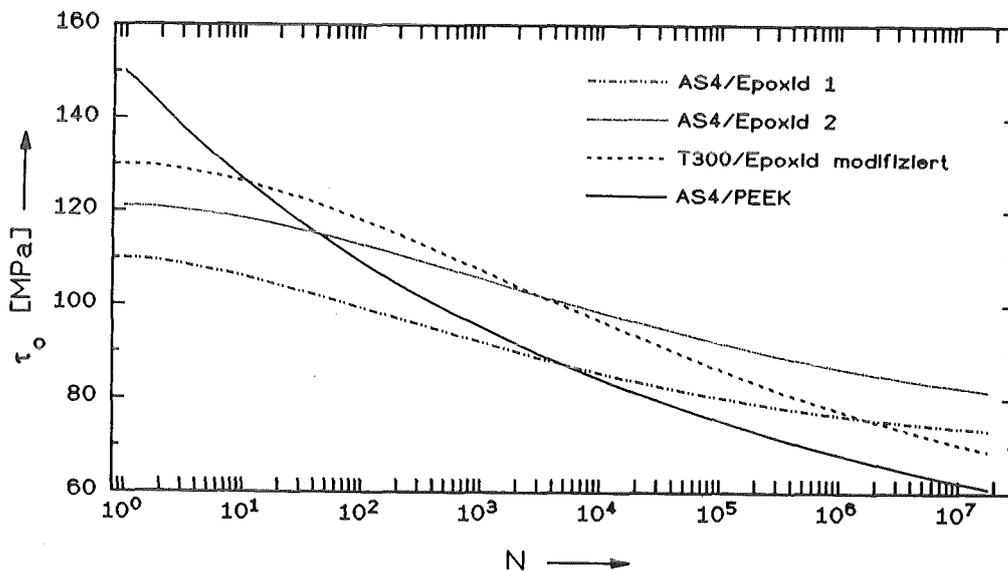


Bild 63 : τ -N-Diagramme für verschiedene UD-Verbundtypen

Der geringste Abfall der Schubspannungsamplitude mit zunehmender Lastwechselzahl wird für Verbunde mit den reinen, spröden Epoxid-Harzen gefunden, während die Verwendung rißzäher Matrices (Epoxid modifiziert, PEEK) mit vergleichsweise besseren Haftungseigenschaften (vergl. τ_{12B} in Bild 63) in schlechteren Scherermüdungseigenschaften der Verbunde resultiert.

Besonders deutlich wird diese Unterscheidung bei Auftragung der auf die statische Scherfestigkeit normierten Schubspannungsamplitude als Parameter (Bild 64). Die flachen Kurvenverläufe sind für Epoxid 1 und Epoxid 2 nahezu identisch. Am größten ist der Spannungsabfall für den thermoplastischen Matrix-Verbund. Dies bedeutet, daß die guten statischen Schereigenschaften von AS4/PEEK nicht auf das Ermüdungsverhalten übertragen werden können. Im Bereich hoher Le-

bensdauern sind die Systeme mit duroplastischen Matrizes überlegen. Dabei stellt sich ein matrixspezifisches Schwellfestigkeitsniveau nach 10^7 Lastwechseln ein.

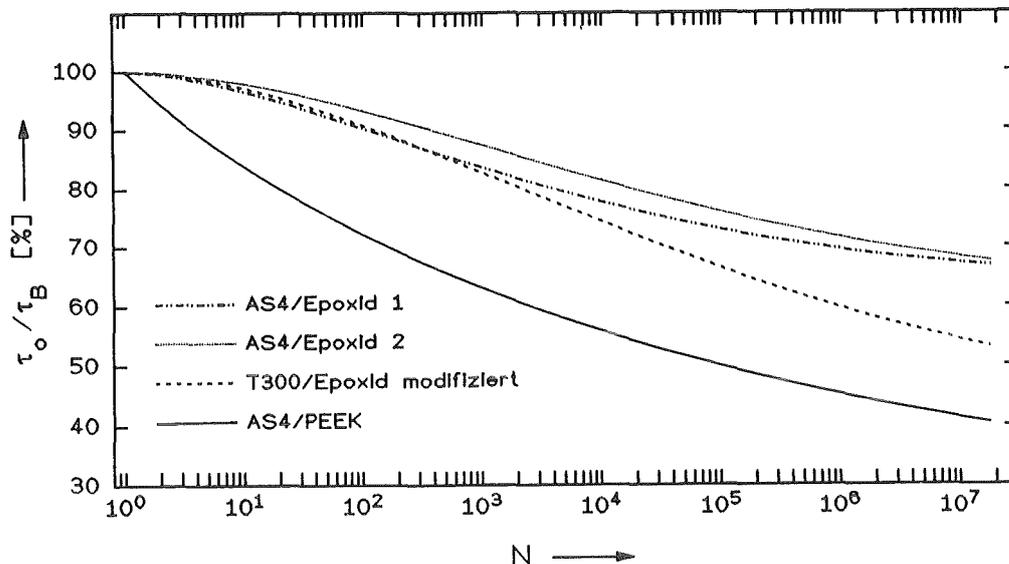


Bild 64 : normierte τ -N-Diagramme für verschiedene UD-Verbundtypen

Die schlechten Ermüdungseigenschaften des thermoplastischen Matrixverbundes lassen sich nicht unbedingt auf die in Kap. 3.1.4) festgestellten Defekte zurückführen. Dies verdeutlicht Bild 65, in dem die (auf die statische Scherfestigkeit) normierten τ -N-Diagramme von AS4/PEEK und reinem PEEK aufgetragen sind.

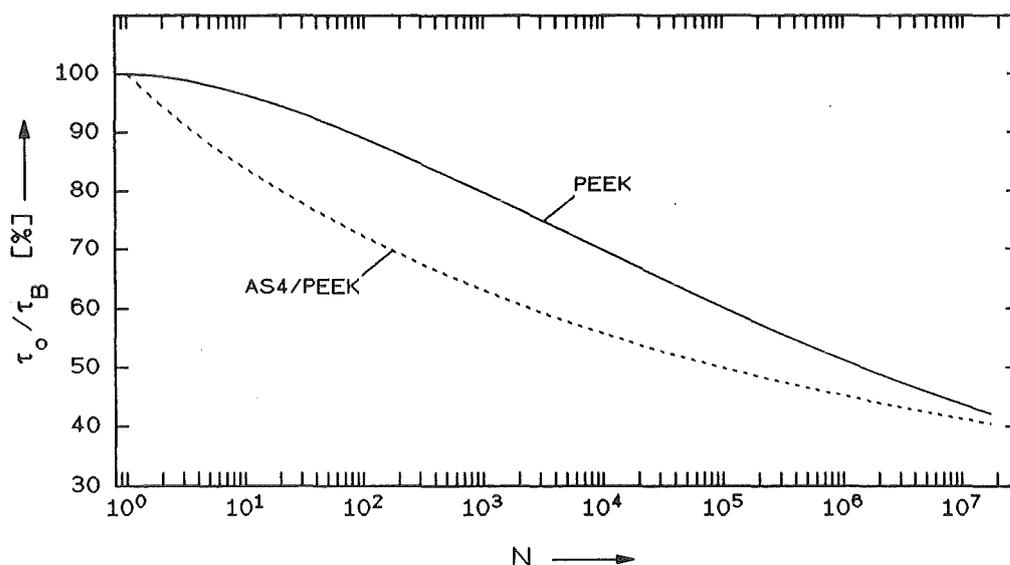


Bild 65 : normierte τ -N-Diagramme für AS4/PEEK und PEEK

Die im Verbund enthaltenen Porositäten bewirken zwar einen steileren Ab-fall der τ -N-Kurve; die Schwellfestigkeiten nach 10^7 Lastwechseln aber sind für Verbund und Matrix nahezu identisch.

4.2.3.2) Schadensanalyse

Duroplastische und thermoplastische Matrixverbunde weisen unterschiedliche Schädigungsbilder auf, wie die REM-Aufnahmen zeigen.

In den spröden Epoxiden wird eine Vielzahl von Mikrorissen entlang der Fasern, selbst bei nachgewiesener schlechter Haftung, gefunden (Bild 66).

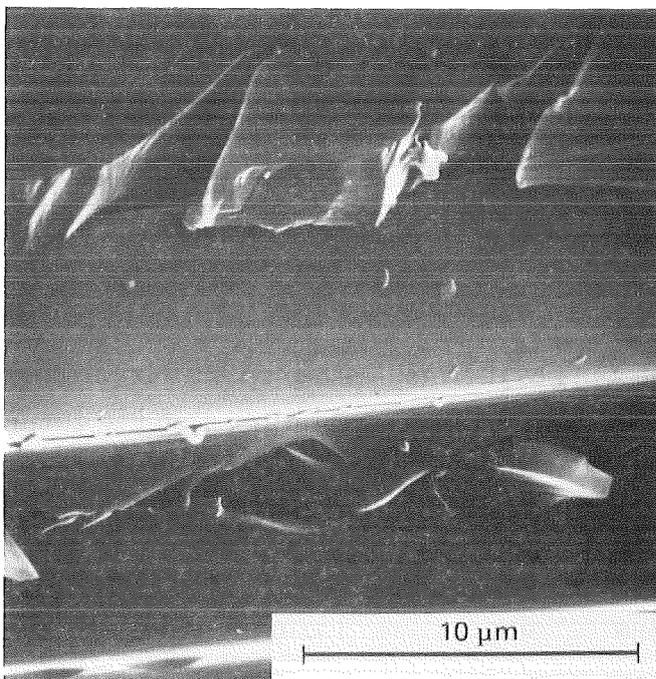


Bild 66 :

REM-Aufnahme einer gebrochenen Torsionsschwellprobe der Kombination AS4/Epoxid 1:

Mikrorißbildung in der Matrix entlang der Fasern

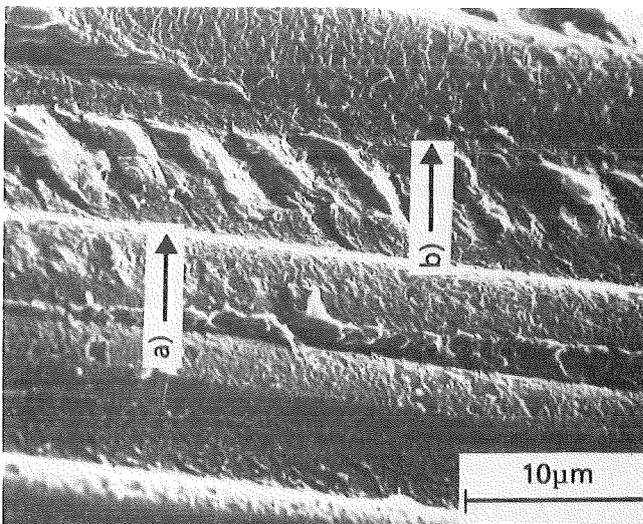


Bild 67 :

REM-Aufnahme einer gebrochenen Torsionsschwellprobe der Kombination AS4/PEEK:

a) Mikrorisse

b) Matrixversagen

Die rißzähe PEEK-Matrix zeigt dagegen nur vereinzelt Mikrorisse (Bild 67).
Stattdessen wird Matrixversagen im Polymeren entlang der Fasern beobachtet
(Bild 67-69).

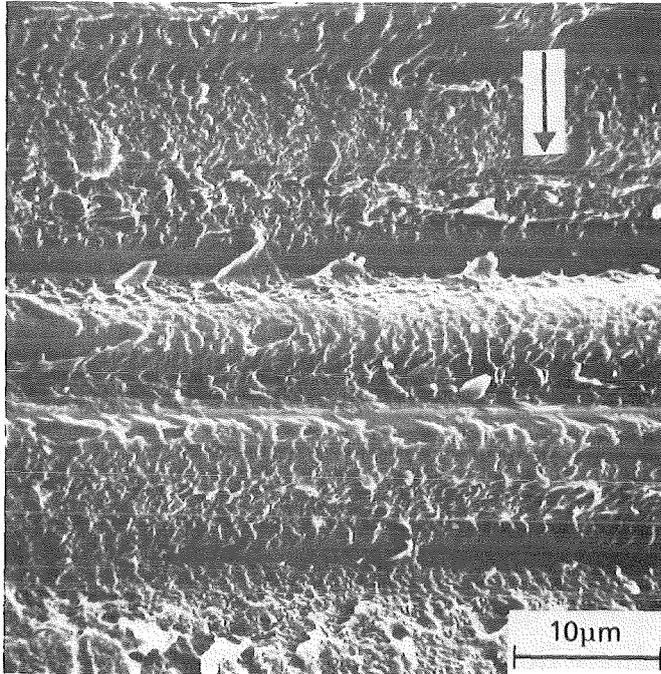


Bild 68 :
REM-Aufnahme einer ge-
brochenen Torsionsschwell-
probe der Kombination
AS4/PEEK:
Matrixversagen

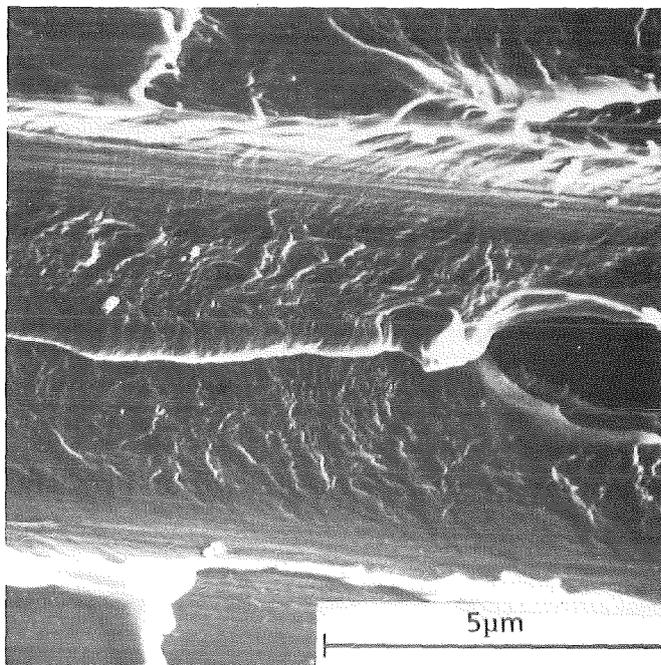


Bild 69 :
REM-Aufnahme einer ge-
brochenen Torsionsschwell-
probe der Kombination
AS4/PEEK:
Längsriß an Pore

5) Diskussion spezieller Versuchsergebnisse

5.1) Statische Eigenschaften der UD-Verbunde

Die thermoplastische PEEK-Matrix weist eine hohe Zähigkeit, nichtlineares Deformationsverhalten und eine große Dehnbarkeit bei 77 K auf. Die Zug- und Schereigenschaften sind besser als die der duroplastischen Matrixpolymere. Zudem haftet PEEK sehr gut auf der Kohlenstoffaser. Dies führt zu hervorragenden kryogenen Scher- und Querkzugfestigkeiten des AS4/PEEK-Verbundes. Hierbei wird die maximale Verbundscherfestigkeit τ_c erreicht, welche durch das schwächste Glied, hier τ_{PEEK} gegeben ist. Dies gilt auch für die Rohre, d.h. die dort enthaltenen Porositäten beeinträchtigen die statischen Schereigenschaften nur unwesentlich. Die Festigkeiten der entsprechenden Verbunde mit Epoxid-Matrix fallen vor allem aufgrund der schlechteren Haftung niedriger aus.

Bei longitudinaler Zugbelastung spielen die Matrixeigenschaften und die Haftfestigkeit hingegen eine untergeordnete Rolle. Der Versagensmechanismus wird durch den Bruch der schwächsten Fasern eingeleitet. Die an diesen Punkten induzierten Spannungskonzentrationen sind aufgrund der hohen äußeren Belastung so groß, daß die Matrix sofort versagt. Demzufolge breiten sich Matrixquerrisse von den gebrochenen Fasern aus und treffen auf deren Nachbarn.

Bei Verbunden mit T300- und M40JB-Fasern (und duroplastischer oder thermoplastischer Matrix) bewirken die Spannungskonzentrationskomponenten an der Rißspitze fortgesetzte Faserschädigung, und die Verbunde versagen vorzeitig in glatten Bruchlinien. Bei den Verbunden mit AS4-Fasern bleibt die Faserschädigung auf einzelne Faserbündel beschränkt. Die Querrisse werden in Längsrichtung umgelenkt. Es kommt zum räumlich verteilten Brechen der schwächsten Fasern und zur Zerfaserung der AS4-Verbunde.

Als Folge dieser Schadensverläufe sind die kryogene Zugfestigkeit und Bruchdehnung eindeutig faserkontrolliert.

5.2) Vergleich der Ermüdungseigenschaften der UD-Verbunde unter Zug- und Scherbelastung

Im Folgenden sind die schematischen ε -N-Diagramme für den zugschwellenden Belastungsfall (Bild 70) sowie die τ -N-Diagramme für zyklische Scherbelastung (Bild 71) dargestellt.

Im Bereich niedriger Lastwechselzahlen zeigen die ε -N-Diagramme kaum eine Abweichung von den faserkontrollierten, statischen Verbundeigenschaften.

Im Bereich hoher Lastwechselzahlen sind die Aussagen der ε -N- und τ -N-Diagramme identisch. Danach wird die Lebensdauer eines unidirektionalen Verbundes durch das Matrixverhalten kontrolliert. (Die ε -N-Kurven von Verbunden eines Matrixtyps zeigen dabei ein asymptotisches Verhalten bei niedrigen Dehnungshorizonten.)

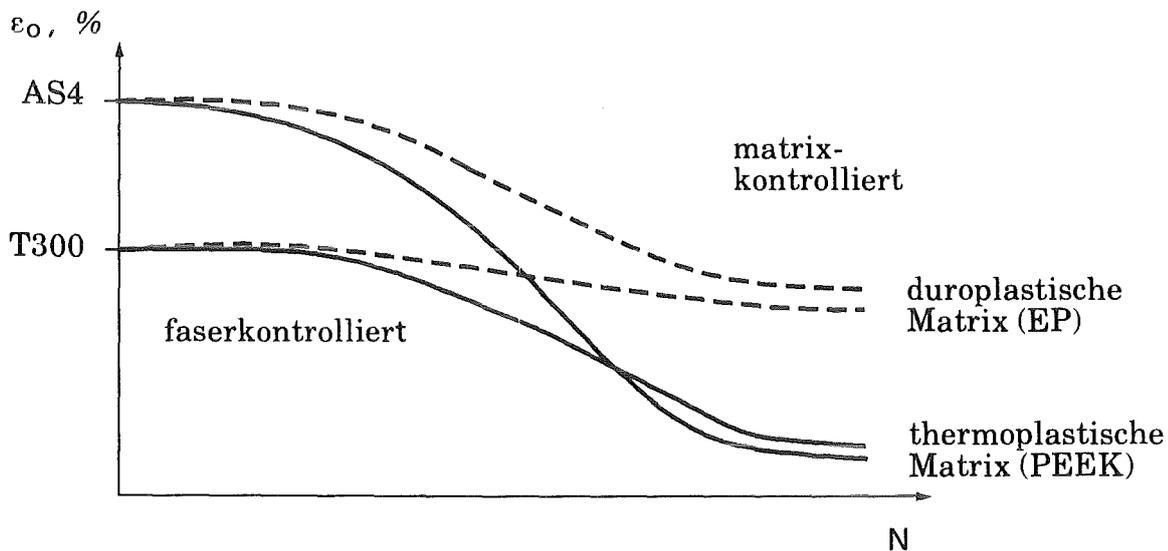


Bild 70: Schematisches ε -N-Diagramm für Verbunde zweier Fasertypen und einer duroplastischen bzw. thermoplastischen Matrix (PEEK)

Der Abfall der zyklischen Oberdehnung ε_0 bzw. der Schubspannungsamplitude τ_0 ist am größten für die Verbunde mit thermoplastischer Matrix (PEEK, PC 3200). Hinsichtlich der Lebensdauer unter schwellender Belastung sind die Verbunde mit duroplastischer Matrix überlegen.

Die einzige Ausnahme dieser Systematik bildet die Kombination T300/Epoxid (modifiziert): Für zugschwellende Belastung wird ein hervorragendes Ermüdungsverhalten mit nahezu horizontalem Wöhler-Kurven-Verlauf gefunden, während das τ -N-Diagramm einen deutlichen Schubspannungsabfall aufweist.

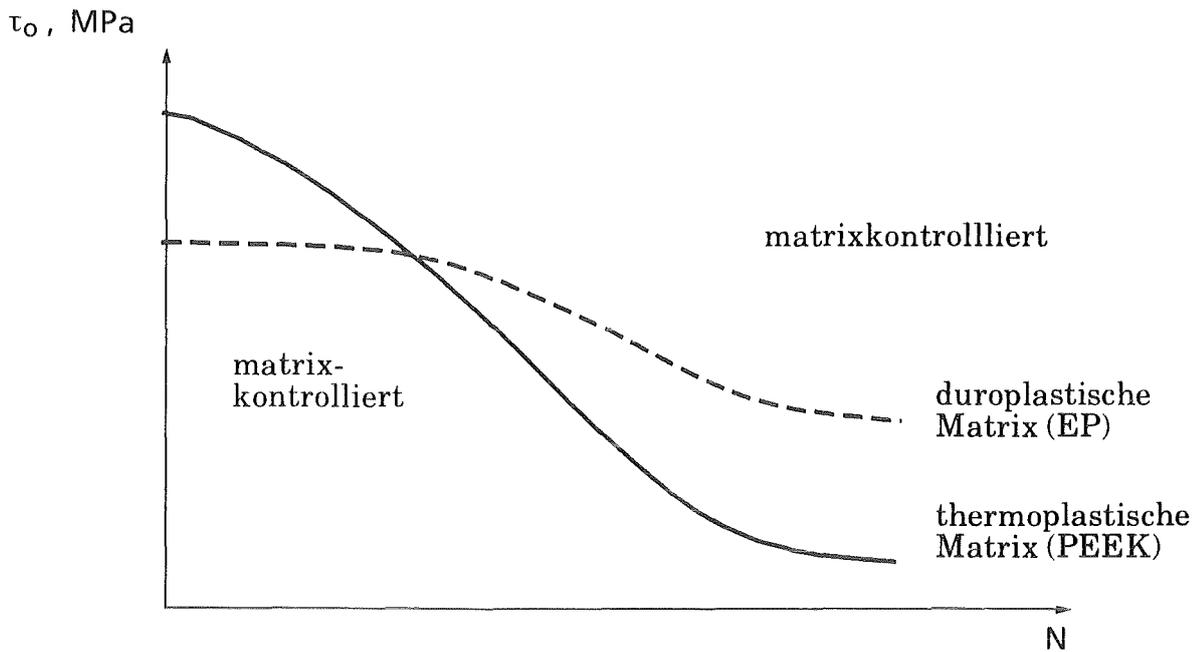


Bild 71: Schematisches τ -N-Diagramm für Verbunde mit einer duroplastischen bzw. thermoplastischen Matrix (PEEK)

Das unterschiedliche Ermüdungsverhalten resultiert aus matrixspezifischen Schadensprozessen:

Zyklische Zugbelastung

Wie bereits in Kap. 2.3.1) angedeutet, neigen die spröden, duroplastischen Polymere unter kryogenen Temperaturen zur vorzeitigen Querrißbildung. Diese Annahme findet für den zyklischen Belastungsfall ihre Bestätigung in den Untersuchungen zur Schadensanalyse (REM, normierte Rißdichte). Danach entstehen bereits nach wenigen Lastwechseln an Punkten hoher Spannungen (z.B. gebrochene Fasern) zahlreiche Matrixquerrisse im Duromeren. Die begrenzte Haftung ermöglicht zudem die Bildung lokal begrenzter Delaminationen (Bild 72).

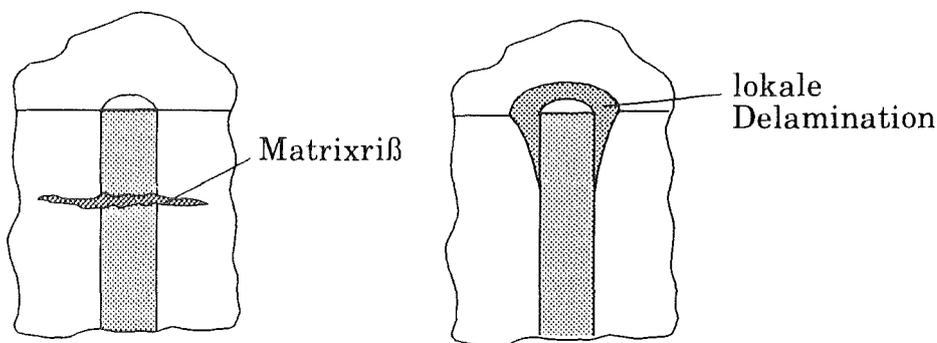
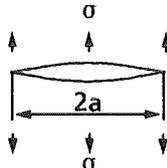
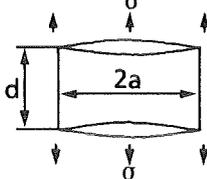
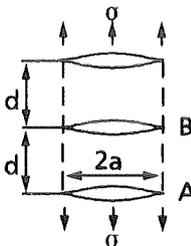
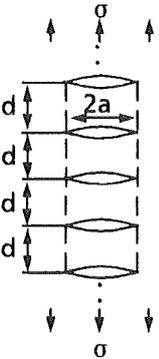


Bild 72: Schadensmechanismen an einer gebrochenen Faser /15, 41/

Tabelle 16: Normierte K-Faktoren für einzelne und mehrere Querrisse in homogenem Material /94/

$2a = 5 \text{ } \mu\text{m}$ $d = 6.25 \text{ } \mu\text{m}$	$\frac{K_I}{\sigma \sqrt{\pi a}}$
	1
	0.8727
	0.8505 (A) 0.75 (B)
	0.31...0.39

Für die Fortsetzung des Schädigungsprozesses gibt es zwei Möglichkeiten:

- Die Querrisse treffen auf benachbarte Fasern, werden umgelenkt und erzeugen Delaminationen von begrenzter Ausdehnung (Bild 10, S. 19). Auf diese Weise werden die an der Rissspitze wirkenden Schubspannungen entschärft (s. Kap. 2.3.1). Ausgehend von diesem Cook-Gordon-Effekt beschreibt Heitzer mit FEM-Methoden die stabilisierenden Wechselwirkungen eines Matrixquerrisses mit einem Grenzflächenriß /93/.
- Im Wechselwirkungsfeld mehrerer gebrochener Fasern bilden sich weitere Querrisse in der Epoxid-Matrix. Diese verbrauchen Bruchenergie und sind

mit niedrigeren Spannungskonzentrationen behaftet als ein einzelner Ri, d.h. weitere Faserschdigung ist auszuschlieen.

Mit fortlaufender Lastwechselzahl entstehen zunehmend mehr Querrisse in der Epoxid-Matrix (= kontinuierlicher Anstieg der Ridichte), die sukzessive geringere K-Faktoren aufweisen, wie in Tabelle 16 fr homogenes Material gezeigt ist. Auf diese Weise entschrft sich der beschriebene Schdigungsmechanismus von selbst. Die Schdigung ist unterkritisch, denn die Spannungsbertragungsfunktion der Matrix zwischen benachbarten Fasern wird nur lokal beeintrchtigt. Erst wenn die Schdigungsrate ein kritisches Niveau erreicht, tritt das Versagen des Verbundes ein.

Die hohe Zhigkeit und Festigkeit der PEEK-Matrix auf der einen und die starke Haftung auf der anderen Seite verhindern weitgehend die Bildung von Mikrorissen und lokalen Delaminationen, wie in Kap. 2.3.1) angedeutet. Die normierte Ridichte ($\Delta\tau_n\delta$) verluft whrend des Ermdungsprozesses konstant auf niedrigem Niveau bis kurz vor Einsetzen des Bruches. Dies bedeutet, da der Ermdungsproze fr diese Verbundtypen nicht durch Bildung und Ausbreitung von Rissen sondern vielmehr durch die Ermdung der Matrix selbst gekennzeichnet ist. Wie die identischen Aussagen der ϵ -N- und τ -N-Diagramme belegen, spielt hierbei die zyklische Scherbelastung der Matrix eine dominante Rolle:

So knnen die hohen Scherbelastungen der Matrix, z.B. an gebrochenen Fasern, nicht wirkungsvoll abgebaut werden. Die PEEK-Matrix erfhrt also keine lokale Stabilisierung wie das Epoxid-Harz. Vielmehr fhrt die resultierende hohe zyklische Belastung zur vorzeitigen Lsung der schwachen van der Waals-Bindungen der Makromolekle untereinander und zum Ermdungsversagen der Matrix entlang der Fasern. Im Gegensatz zum Duromeren wird hierbei die Spannungsbertragungsfunktion der Matrix ber weite Bereiche aufgehoben, und es resultieren zunehmende Spannungskonzentrationen in den Fasern. Die Folge sind weitere Faserbrche und schlielich das Versagen des Verbundes.

Zyklische Scherbelastung

Entscheidend fr die Lebensdauer der UD-Verbunde unter scherschwellender Belastung sind matrixspezifische Bruchprozesse. Bedingt durch ihre chemische Struktur verhalten sich Duroplaste und Thermoplaste diesbezglich unterschiedlich. Whrend bei den Epoxiden primre kovalente Bindungen aufzubrechen sind, wird beim PEEK durch das Lsen der sehr viel schwcheren, sekundren van der Waals-Bindungen ("molecular pullout" /95/) der vorzeitige Scherbruch in der Matrix entlang der Fasern eingeleitet.

Dies bedeutet, daß beim Epoxid der Ermüdungsprozeß durch die Rißausbreitung im Matrixpolymeren gesteuert wird, während beim thermoplastischen PEEK die Duktilität der Matrix die Bildung von Mikrorissen unterdrückt. Stattdessen bestimmt hier der Ermüdungsprozeß der Matrix selbst die Lebensdauer des Verbundes.

Faßt man die Ergebnisse zusammen, so zeigt sich, daß die zyklischen Schereigenschaften der Matrix, d.h. die Spannungsübertragung zwischen zwei benachbarten Fasern sowohl unter scher- als auch unter zugschwellender Belastung ausschlaggebend sind für das Ermüdungsverhalten des UD-Verbundes. Aus diesem Grunde stellt das Ermüdungslimit bei beiden Belastungsarten eine matrixkontrollierte Eigenschaft dar. Es kennzeichnet die Zugdehnungs- bzw. Schubspannungsamplitude, unterhalb der keine Rißausbreitung (Epoxid) bzw. kein Matrixversagen (PEEK) mehr erfolgt.

Die Ermüdungseigenschaften der Matrixpolymere unter zugschwellender Belastung spielen hingegen für das Verhalten des Verbundes eine untergeordnete Rolle. So ist das Ermüdungsverhalten von PEEK selbst zwar besser als das der Epoxid-Harze. Trotzdem zeigt ein Verbund mit Epoxid-Matrix eine höhere Dauerfestigkeit unter zugschwellender Belastung.

5.3) Einfluß der Verarbeitungsqualität auf das Ermüdungsverhalten

Wie bereits gezeigt wurde, üben Qualitätsschwankungen bezüglich der Verarbeitung keinen gravierenden Einfluß auf das Ermüdungsverhalten eines UD-Verbundes unter zugschwellender Belastung aus /10/. Die vorliegenden Resultate bestätigen diese Beobachtung sowohl für zug- als auch für scherschwellende Belastung.

Grundsätzlich ist jedes Laminat mit Fehlstellen behaftet. Zudem führen die thermischen Vordehnungen infolge des schockartigen Abkühlens von 293 K auf 77 K zu Schädigungen. Entscheidend für die Lebensdauer des UD-Verbundes ist aber nicht die Anzahl der Defektstellen sondern die Höhe der Belastungsamplitude, unter der an diesen Punkten überhöhter Spannungen die Rißausbreitung im Epoxid bzw. die Ermüdung der PEEK-Matrix einsetzt.

5.4) Einfluß der Faser/Matrix-Haftung auf die Festigkeiten und das Ermüdungsverhalten

Eine gute Faser/Matrix-Haftung wie beim AS4/PEEK-Verbund führt zu verbesserten Querkzug- und interlaminaren Scherfestigkeiten.

In Bezug auf die Ermüdungseigenschaften unter zyklischer Zug- und Scherbelastung spielt die Haftung eine wichtige Rolle. So zeigen die duroplastischen Matrixverbunde mit schlechterer Haftung ein besseres Ermüdungslimit als die AS4/PEEK-Verbunde. Die begrenzte Haftung ermöglicht die Bildung lokaler Delaminationen zum Abbau von Spannungsüberhöhungen. Die Delaminationslänge ist dabei eine direkte Funktion der Grenzflächenscherfestigkeit und liegt in der Größenordnung von einigen Faserdurchmessern /15/. Bei sehr guter Haftung hingegen wird dieser Prozeß unterdrückt (AS4/PEEK). Angestrebt werden sollte deshalb eine mittlere Haftfestigkeit zwischen Faser und Matrix.

6) Zusammenfassung

In der vorgelegten Arbeit wurden die kryogenen mechanischen Eigenschaften und der Schadensablauf von unidirektionalen Kohlenstoffaserverbunden unter quasistatischer bzw. zyklischer Zug- oder Schubbelastung untersucht.

Die Zugversuche wurden mit taillierten Flachproben durchgeführt. Die Schubbelastung erfolgte mittels Torsion dünnwandiger, umfangsgewickelter Rohre. Eine experimentelle und theoretische Überprüfung der Probenformen stellte sicher, daß

- homogene Spannungszustände in den Meßbereichen herrschen.
- die Spannungsüberhöhungen in den Kraft- bzw. Momenteneinleitungszonen unkritisch sind und kein vorzeitiges Versagen im Einspannbereich verursachen.

Die statischen Elastizitäts- und Festigkeitseigenschaften der untersuchten UD-Verbunde bei Belastung in Faserrichtung werden durch die verwendete Faser bestimmt. Faserspezifische Schadensverläufe geben den Ausschlag für Zugfestigkeit und Bruchdehnung. Bei quasistatischer, transversaler Zug- oder ebener Schubbelastung sind dagegen die Eigenschaften von Matrix und Grenzschicht entscheidend für die Festigkeit der untersuchten Verbunde. Die hohe Zähigkeit thermoplastischer Matrices sowie eine optimale Faser/Matrix-Haftung führen diesbezüglich zu den höchsten kryogenen Festigkeiten (AS4/PEEK).

Als Parameter für das Ermüdungsdiagramm eines UD-Verbundes unter zugschwellender Belastung wurde die Oberdehnung gewählt. Die Dehnung ist der Spannung vorzuziehen, weil Faser und Matrix parallel geschaltet sind und die gleiche Dehnung erfahren. Die Spannungen in beiden Komponenten sind dagegen unterschiedlich, je nach Faservolumengehalt und den Elastizitätsmoduli der bei-

den Phasen. Separat wurde gezeigt, daß bei UD-Verbunden der Modul keine merkliche Degradation erfährt /9/. Folglich ist die ϵ -N-Darstellung zulässig. Bei scherschwelliger Belastung hingegen wurde die Schubspannung als Parameter gewählt, da die in Serie geschalteten Komponenten in diesem Fall die gleiche Spannung erfahren.

Unter großen Belastungsamplituden bestimmen die statischen Eigenschaften der Verbunde den Verlauf der Wöhler-Diagramme. Im Bereich hoher Lastwechselzahlen hingegen wird das Ermüdungsverhalten für beide Belastungsarten durch die Matrix (und die damit verbundenen Haftungseigenschaften) kontrolliert.

Duroplastische Matrix-Verbunde zeigen dabei einen progressiven Schädigungsmechanismus und hohe Schwellfestigkeiten. Die nach wenigen Lastwechseln einsetzende Schädigung in Form von lokalen Mikrorissen in der Matrix und Delaminationen baut Schubspannungsüberhöhungen an Fehlstellen des Verbundes ab, ohne dabei die Spannungsübertragungsfunktion der Matrix zwischen den Fasern wesentlich zu beeinträchtigen.

Thermoplastische Matrix-Verbunde (AS4/PEEK) zeigen einen diskontinuierlichen Anstieg der normierten Rißdichte und niedrige Schwellfestigkeiten. Die hohe kryogene Zähigkeit der Matrix sowie die starke Faser/Matrix-Haftung unterbinden weitgehend eine lokalisierte Schädigung wie beim Duromeren. Die fortbestehenden Spannungsüberhöhungen führen zum vorzeitigen Scherermüdungsversagen der Matrix entlang der Fasern. Dabei wird die Spannungsübertragungsfunktion der Matrix weitreichend aufgehoben, was zum vorzeitigen Bruch führt. Bei rißzäher Matrix und schlechter Haftfestigkeit (T300/PC 3200) wird der gleiche Prozeß durch Grenzschichtversagen beschleunigt.

Die niedrige Steifigkeit, die hohe kryogene Bruchdehnung und gute Haftungseigenschaften des thermoplastischen PEEK bewirken wohl hervorragende statische Eigenschaften der entsprechenden Verbunde. Auf der anderen Seite verhindern gerade diese Faktoren einen Schädigungsmechanismus, der eine Stabilisierung des Verbundes unter zugschwelliger Belastung bewirkt wie bei den duroplastischen Matrices.

Das beste Dauerschwingverhalten unter zugschwelliger Belastung wird für UD-Verbunde mit modifizierten Epoxid-Harzen erzielt. Dagegen sind die Ermüdungseigenschaften dieser Verbunde unter zyklischer Scherbelastung unbefriedigend. Neuere Epoxid-Harz-Systeme sind mit Thermoplasten modifiziert, um unter Beibehaltung der vernetzten Molekülstruktur und leichteren Verarbeitbarkeit eine höhere Zähigkeit zu erreichen. Weitere Untersuchungen, vor allem bei zyklischer

Scherbelastung, sind erforderlich, um das mechanische Verhalten dieser neuen Systeme besser zu verstehen. Von Interesse ist vor allem die Frage, wie sich die Thermoplast-Modifizierung auf das kryogene Ermüdungsverhalten auswirkt.

7) Literaturverzeichnis

- /1/ Bansemir, H.; Haider, O.
Basic material data and structural analysis of fibre composite components for space application,
Cryogenics, 31 (1991) pp. 298-306
- /2/ Okada, T.; Nishijima, S.; Tkahata, K.; Yamamoto, J.
Research and development of insulating materials for large helical device,
Cryogenics, 31 (1991) pp. 307-311
- /3/ Callaghan, M.T.
Use of resin composites for cryogenic tankage,
Cryogenics, 31 (1991) pp. 282-287
- /4/ Kasen, M.B.
Cryogenic properties of filamentary-reinforced composites: an update,
Cryogenics, 21 (1981) pp. 323-340
- /5/ Hartwig, G.; Knaak, S.
Fibre-epoxy composites at low temperatures,
Cryogenics, 24 (1984) pp. 639-647
- /6/ Ahlborn, K.
Fatigue behaviour of carbon fibre reinforced plastics at cryogenic temperatures,
Cryogenics, 28 (1988) pp. 267-272
- /7/ Ahlborn, K.
Cryogenic mechanical response of carbon fibre reinforced plastics with thermoplastic matrices to quasi-static loads,
Cryogenics, 31 (1991) pp. 252-256

- /8/ Pannkoke, K.; Knaak-Dojan, S.
Static and fatigue properties of unidirectional CFRP under tensile and shear loading at cryogenic temperatures,
Proc. ECCM-5 (1992) pp.267-272
- /9/ Ahlborn, K.
Durability of carbon fibre reinforced plastics with thermoplastics matrices under cyclic mechanical and cyclic thermal loads at cryogenic temperatures,
Cryogenics, 31 (1991) pp. 257-260
- /10/ Pannkoke, K.; Wagner, H.J.
Fatigue properties of unidirectional carbon fibre composites at cryogenic temperatures,
Cryogenics, 31 (1991) pp.248-251
- /11/ Hahn, H.T.
Fatigue behavior and life prediction of composite laminates,
ASTM STP 674 (1979) pp.383-417
- /12/ Harris, B.; Reiter, H.; Adam, T.; Dickson, R.F.; Fernando, G.
Fatigue behaviour of carbon fibre reinforced plastics,
Composites, 21 (1990) pp.232-242
- /13/ Curtis, P.T.
An investigation of the mechanical properties of improved carbon fibre composite materials,
RAE, TR 86021 (1986) UK
- /14/ Baron, C. H.; Schulte, K.; Harig, H.
Influence of fibre and matrix failure strain on static and fatigue properties of CFRP,
Comp. Sci. and Tec., 29 (1987) pp.257-272
- /15/ Talreja, R.
Fatigue Of Composite Materials,
Technomic Publ., Lancaster (1987)

- /16/ Lorenzo, L.; Hahn, H.T.
Fatigue failure mechanisms in unidirectional composites,
ASTM STP 907 (1986) pp.210-232
- /17/ Sturgeon, J.B.; Rhodes, F.S.; Moore, B.B.
The fatigue behaviour of carbon fibre composites with laminate con-
structions of 0, 0 +/-45 and 90/-45,
RAE, TR 78031 (1978) UK
- /18/ Curtis, P.T.; Moore, B. B.
A comparison of plain and double waisted coupons for static and fatigue
tensile testing of unidirectional GRP and CFRP,
RAE, TR 82031 (1982) UK
- /19/ Dharan, C.K.H.
Fatigue failure in graphite fibre and glass fibre-polymer composites,
J. of Mat. Sci., 10 (1975) pp.1665-1670
- /20/ Hartness, J.T.; Kim, R. Y.
Comparative study on fatigue behaviour of polyetheretherketone and
epoxy with reinforced graphite cloth,
Proc. 28th National SAMPE Symposium, (1983) pp. 535-544
- /21/ Kim, R. Y.; Hartness, J.T.
Evaluation of fatigue behaviour of polyetheretherketone/graphite fa-
bricated from prepreg tape,
Proc. 29th National SAMPE Symposium, (1984) pp. 765-776
- /22/ Purslow, D.
The shear properties of unidirectional carbon fibre reinforced plastics
and their experimental determination,
Aeronautical Research Council Current Paper CP 1381, (1977)
- /23/ Barnes, J.A.
Torsion testing of filament wound composite structures,
PhD Thesis, University of Cambridge (1986)

- /24/ Hahn, H.T.; Erikson, J.
Characterization of composite laminates using tubular specimens,
AFML-TR77-144, (1977)
- /25/ Swanson, S.R.; Toombes, G.R.; Beckwith, S.W.
In-plane shear properties of composites using torsion tests of thin-wall
tubes,
Proc. 29th National SAMPE Symposium, (1984) pp. 567-577
- /26/ Barnes, J.A.; Kumosa, M.; Hull, D.
Mixed-mode crack propagation in hoop wound composite cylinders te-
sted in torsion,
Proc. ECCM-3 (1988) pp.3.429-3.438
- /27/ Fuczak, R.
Torsional fatigue behaviour of graphite-epoxy cylinders,
Proc. ICCM-2 (1978) pp.635-648
- /28/ Bredemo, R.
Fatigue of filament wound tubes,
Proc. ECCM-5 (1992) pp.273-278
- /29/ Wang, S.S.; Chim, E.S.-M.; Socie, D.F.; Gauchel, J.V.; Olinger, J.L.
Tensile and torsional fatigue of fiber-reinforced composites at cryogenic
temperatures,
J. of Eng. Mat. and Techn./Trans. ASME, 104 (1982) pp.121-127
- /30/ Hartwig, G.; Knaak, S.
Fatigue behaviour of polymers,
Cryogenics, 31 (1991) pp. 231-233
- /31/ Schneider, W.
Wärmeausdehnungskoeffizienten und Wärmespannungen von Glasfa-
ser/Kunststoff-Verbunden aus unidirektionalen Schichten,
Kunststoffe, 61 (1971) S. 273-277

- /32/ Hartwig, G.
Thermal expansion of fibre composites,
Cryogenics, 28 (1988) pp.255-266
- /33/ Schwarz, G.
Thermal expansion of polymers from 4.2 K to room temperature,
Cryogenics, 28 (1988) pp.248-254
- /34/ Schwarz, G.; Krahn, F.; Hartwig, G.
Thermal expansion of carbon fibre composites with thermoplastic ma-
trices,
Cryogenics, 31 (1991) pp.244-247
- /35/ Jones, R.M.
Mechanics Of Composite Materials,
Mc Graw-Hill (1975)
- /36/ Hull, D.
An introduction to composite materials,
Cambridge University Press, Cambridge (1981)
- /37/ Curtis, P.T.
A computer model of the tensile failure process in unidirectional com-
posites,
Comp. Sci. and Tec., 27 (1986) pp.63-86
- /38/ Rosen, B.W.
Tensile failure of fibrous composites,
AIAA Journal, 2 (1964) pp.1985-1991
- /39/ Hartwig, G.
Private Mitteilung
- /40/ Aveston, J.; Kelly, A.
Theory of multiple fracture of fibrous composites,
J. of Mat. Sci., 8 (1973) pp.352-362

- /41/ Reifsnieder, K.L.
Damage and damage mechanics,
in: Composite Materials Series, 4 (Fatigue of composite materials)
(1991) pp.11-77, R.B.Pipes series ed., Elsevier Publ., Amsterdam
- /42/ Cook, J.; Gordon, J.E.
A mechanism for the control of crack-propagation in all-brittle systems,
Proc. R. Soc. London, A282 (1964) pp.508-520
- /43/ Chamis, C.C.
Micromechanics strength theories,
in: Composite Materials, 5 (1974) pp.126-131, L.J. Broutmann ed., Academic Press, New York
- /44/ Noyes, J.V.; Jones, B.H.
Analytical design procedures for the strength and elastic properties of multi-layer fibrous composites,
AIAA-Paper, 68-336 (1968)
- /45/ Hashin, Z.
Theory of fibre reinforced materials,
NASA CR 1974 (1972)
- /46/ Shu, L.S.; Rosen, B.W.
Strength of fibre reinforced composites by limit analysis method,
J. Comp. Mat., 1 (1967) pp.366-381
- /47/ Chamis, C.C.
Failure criteria for filamentary composites,
NASA Technical Note D5367 (1969)
- /48/ Adams, D.F.; Doner, D.R.
Transverse normal loading of a unidirectional composite,
J. Comp. Mat., 1 (1967) pp.152-164

- /49/ Reynolds, W.N.; Hancox, N.L.
Shear strength of the carbon-resin bond in carbon fibre reinforced epoxies,
J. App. Phys., D4 (1971) pp.1747-1753
- /50/ Chamis, C.C.; Sendekyj, G.P.
Critique on theories predicting thermoelastic properties of fibrous composites,
J. Comp. Mat., 2 (1968) pp.332-358
- /51/ Förster, R.; Knappe, W.
Experimentelle und theoretische Untersuchungen zur Reißbildungsgrenze an zweischichtigen Wickelrohren aus Glasfaser/Kunststoff unter Innendruck,
Kunststoffe, 61 (1971) S. 583-588
- /52/ Puck, A.
Zur Beanspruchung und Verformung von GFK-Mehrschichtverbund-Bauelementen,
Kunststoffe, 12 (1967) S. 284-293
- /53/ Mallick, P.K.
Fiber-Reinforced Composites,
Marcel Dekker, INC. (1988)
- /54/ Halpin, J.C.; Tsai, S.W.
Environmental factors in composite materials design,
AMFL TR 67-423 (1970)
- /55/ Hewitt, R.L.; de Malherbe, M.C.
An approximation for the longitudinal shear modulus of continuous fibre composites,
J. Comp. Mat., 4 (1970) pp.280-282
- /56/ Jones, B.H.; Noyes, J.V.
Effects of voids on the transverse and in-plane shear strength and elastic properties of fibrous composites,
Douglas Aircraft Co. Paper 4706, (1967)

- /57/ Sendekyj, G.P.
Longitudinal shear deformation of composites - effective shear modulus,
J. Comp. Mat., 4 (1970) pp.500-512
- /58/ Technische Informationsschrift C-I-2, Shell Chemie
- /59/ Technical Information RES:69:3, Shell Chemicals
- /60/ Weiß, R.
Die Natur der Haftung an der Faser/Matrix-Grenzfläche von kohlenstofffaserverstärkten Polymer-Verbundkörpern und deren Modifizierbarkeit zur Erzielung maßgeschneiderter Verbundkörpereigenschaften,
Dissertation, Universität Karlsruhe (1984)
- /61/ Ahlborn, K.
Mechanische Eigenschaften kohlenstofffaserverstärkter Thermoplaste für die Anwendung in der Tieftemperaturtechnologie,
Dissertation, Universität Karlsruhe (1989)
- /62/ Seferis, J.C.; Velisaris, C.N.
Crystallization kinetics of PEEK matrices,
Polym. Eng. Sci., 26 (1986) pp.1574-1581
- /63/ Saiello, S.; Kenny, J.; Nicolas, L.
Interface morphology of carbon/fibrePEEK composites,
J. of Mat. Sci., 25 (1990) pp.3493-3496
- /64/ Peacock, J.A.; Fife, B.; Nield, E.; Barlow, C.W.
A fibre matrix interface study of some experimental PEEK/carbon-fibre composites,
Proc. ICCI-1-Conf., North-Holland, Amsterdam, (1986) pp.143-149
- /65/ Weiß, R.
Fabrication techniques for thermoplastic composites,
Cryogenics, 31 (1991) pp.319-322

- /66/ Weiß, R.
Private Mitteilung
- /67/ Bader, M.; Verpoest, I.; Desaeger, M.; Ivens, J.; Peters, P.; Albertsen, H.; Pereira Dos Reis, M.; Sa Da Costa, V.; Bothelo Do Rego, A.M.; Lopes Da Silva, J.D.; Robinson, R.; Hodge, D.
The influence of fibre surface treatment on the mechanical behaviour of carbon-fibre reinforced plastics composites,
Proc. ECCM-5 (1992) pp.367-372
- /68/ Albertsen, H.; Peters, P.
The influence of fibre surface treatment on interphase properties in CFRP,
Proc. ECCM-5 (1992) pp.391-396
- /69/ Fitzer, E.; Jäger, H.
Oberflächenbehandlung von Kohlenstoffasern und mechanische Eigenschaften von Laminaten,
Z. f. Werkstofftechnik, 16 (1985) pp.215-255
- /70/ ICI Fiberite
APC-2 Data Sheet 2: Making consolidated sheet from aromatic polymer composite, APC-2
- /71/ Weiß, R.
Influence of production parameters on the mechanical behaviour of CF/PEEK,
Proc. ECCM-4 (1990) pp.1007-1012
- /72/ ICI Fiberite
APC-2 Data Sheet 5: Fabricating with aromatic polymer composite, APC-2
- /73/ ICI Fiberite
APC-2 Data Sheet 1: Product forms of aromatic polymer composite, APC-2

- /74/ ICI Fiberite
APC-2 Data Sheet 3: Property data of aromatic polymer composite,
APC-2
- /75/ Krautkrämer GmbH,
Taschenbuch über grundlegende Verfahren der Ultraschall-
Werkstoffprüfung
- /76/ Mayer, A.; Pannkoke, K.
Experimentelle Überprüfung des Ermüdungsverhaltens von Faserver-
bundwerkstoffen mit unterschiedlichen Probenformen bei 77 K mit
Flüssigkeits- und Gaskühlung,
KfK-Bericht 4887 (1991) Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
- /77/ Eisenreich, T.J.; Cox, D.S.
Modification of the ASTM D3039 tensile specimen for cryogenic appli-
cations,
Adv. in Cryog. Eng. Mat., 38 (1992) pp. 437-444
- /78/ Kern, K.
Finite Elemente Analyse kohlenstoffaserverstärkter Kunststoffproben
zur Optimierung der Krafteinleitung,
Diplomarbeit, RWTH Aachen (1991)
- /79/ Kasen, M.B.
Current status of interlaminar shear testing of composite materials at
cryogenic temperatures,
Adv. in Cryog. Eng. Mat., 36 (1990) pp. 787-792
- /80/ Wilson, D.
An overview of test methods used for shear characterization of advan-
ced composite materials,
Adv. in Cryog. Eng. Mat., 36 (1990) pp. 793-810
- /81/ Okada, T.; Nishijima, S.
An investigation of interlaminar shear behaviour of organic composites
at low temperatures,
Adv. in Cryog. Eng. Mat., 36 (1990) pp. 811-817

- /82/ Evans, D.; Johnson, I.; Jones, H.; Hughes, D.D.
Shear testing of composite structures at low temperatures,
Adv. in Cryog. Eng. Mat., 36 (1990) pp. 819-826
- /83/ Becker, H.
Problems of cryogenic interlaminar shear testing,
Adv. in Cryog. Eng. Mat., 36 (1990) pp. 827-834
- /84/ Lee, S.; Munro, M.
Evaluation of in-plane shear test methods for advanced composite materials by the decision analysis technique,
Composites, 17 (1986) pp. 13-22
- /85/ Swanson, S.R.; Messick, M.; Toombes, G.R.
Comparison of torsion tube and Iosipescu in-plane shear test results for a carbon fibre reinforced epoxy composite,
Composites, 16 (1985) pp. 220-224
- /86/ Vicario, A.A.; Rizzo, R.R.
Effect of length on laminated thin tubes under combined loading,
J. Comp. Mat., 4 (1970) pp.273-276
- /87/ Pagano, N.J.; Whitney, J.M.
Geometric design of composite cylindrical characterization specimens,
J. Comp. Mat., 4 (1970) pp.360-378
- /88/ Pagano, N.J.
Stress gradients in laminated composite cylinders,
J. Comp. Mat., 5 (1971) pp.260-265
- /89/ Sims, G. D.; Bascombe, D.
Continuous monitoring of fatigue degradation in composites by dynamic mechanical analysis,
Proc. ECCM-3 (1988) pp.4.161-4.171
- /90/ Hartwig, G.; Schwarz, G.
Correlation of dielectric and mechanical damping at low temperatures,
Adv. in Cryog. Eng. Mat., 30 (1984) pp. 61-70 (1977)

- /91/ Gu, Y.H.; Abdelsalam, M.K.
Fatigue life of composites at room and cryogenic temperatures,
Adv. in Cryog. Eng. Mat., 36 (1990) pp.929-936
- /92/ Fernando, G.; Dickson, R.F.; Adam, T.; Reiter, H.; Harris, B.
Fatigue behaviour of hybrid composites: Part 1 Carbon/Kevlar hybrids,
J. of Mat. Sci., 23 (1988) pp.3732-3743
- /93/ Heitzer, J.
The interaction of a crack with an interface crack as a theoretical model for debonding,
Int. J. of Fracture, 46 (1990) pp.271-295
- /94/ Murakami, Y.
Stress Intensity Factors Handbook,
Pergamon Press 1987
- /95/ Franz, H.E.
Beitrag zu Schwingbruchmorphologien in faserverstärkten Kunststoffen,
Mat.-wiss. u. Werkstofftech., 22 (1991) pp.435-444
- /96/ Dubbel
Taschenbuch für den Maschinenbau, 16. Auflage,
Springer Verlag

8) Anhang

8.1) Statistische Auswertemethode

Zur statistischen Auswertung der Meßergebnisse aus den statischen Versuchen wird eine zweiparametrische Weibullverteilung mit folgender Verteilungsdichtefunktion herangezogen

$$f(x) = \left(\frac{\alpha}{\beta}\right) \cdot \left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta-1} \cdot \exp\left[-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta}\right] \quad (8.1)$$

$f(x)dx$ (Bild 72a) bezeichnet die Wahrscheinlichkeit, daß ein Wert im Bereich x , $x + dx$ liegt.

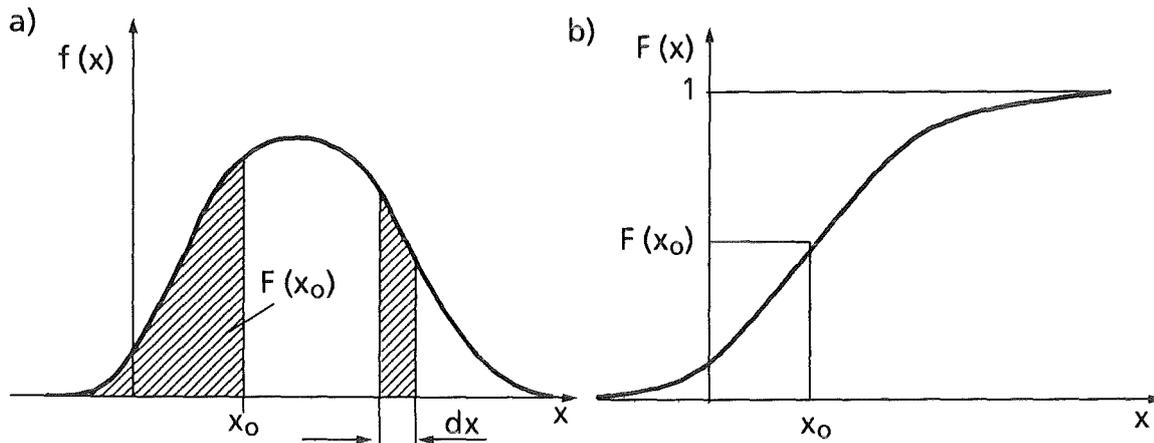


Bild 72: Weibull-Verteilungsdichtefunktion $f(x)$, (a) und Verteilungsfunktion $F(x)$, (b)

Durch die Integration von $f(x)$ erhält man die entsprechende Verteilungsfunktion $F(x)$:

$$F(x, \alpha, \beta) = \int_{-\infty}^x f(x, \alpha, \beta) dx = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta}\right] \quad (8.2)$$

$F(x_0)$ (Bild 72b) ist gleich dem relativen Anteil der Meßwerte kleiner als x_0 . Die charakteristischen Lage bzw. Formparameter α und β der Weibull-Verteilung lassen sich mit Hilfe der Maximum-Likelihood-Methode rechnerisch ermitteln.

Hierbei wird eine sogenannte Likelihood-Funktion L definiert [96], die sich aus dem Produkt der Verteilungsdichten $f(x_i)$ der einzelnen Stichprobenwerte x_i zu-

sammensetzt. L ist proportional der Wahrscheinlichkeit, die gemessenen x_i zu erhalten.

$$L = n! \prod_{i=1}^n f(x_i) \quad (8.3)$$

Die Bestimmung von α und β folgt aus der Forderung $L = \max$. Es gilt dann

$$\frac{dL}{d\alpha} = \frac{dL}{d\beta} = 0 \quad (8.4)$$

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

$$\frac{d \ln L}{d\alpha} = \frac{d \ln L}{d\beta} = 0 \quad (8.5)$$

α und β werden durch Lösung von (8.5) gefunden. Nach Einsetzen von $f(x)$ und einigen Umformungen ergibt sich:

$$\alpha(x, \beta) = \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i^\beta \right]^{1/\beta} \quad (8.6)$$

$$\sum_{i=1}^n \left[\frac{1}{\beta} - \ln \alpha(x_i, \beta) + \ln x_i - \left(\frac{x_i}{\alpha(x_i, \beta)} \right)^\beta \cdot \ln \left(\frac{x_i}{\alpha(x_i, \beta)} \right) \right] = 0 \quad (8.7)$$

Der Mittelwert μ_x und die Standardabweichung σ_x der zweiparametrischen Weibull-Verteilung hängen mit den Parametern α und β folgendermaßen zusammen:

$$\mu_x(\alpha, \beta) = \alpha \cdot \Gamma\left(\frac{1}{\beta} - 1\right) \quad (8.8)$$

$$\sigma_x(\alpha, \beta) = \alpha \cdot \left[\Gamma\left(\frac{2}{\beta} + 1\right) - \left(\Gamma\left(\frac{1}{\beta} + 1\right)\right)^2 \right]^{1/2} \quad (8.9)$$

mit der tabellierten Gammafunktion Γ .

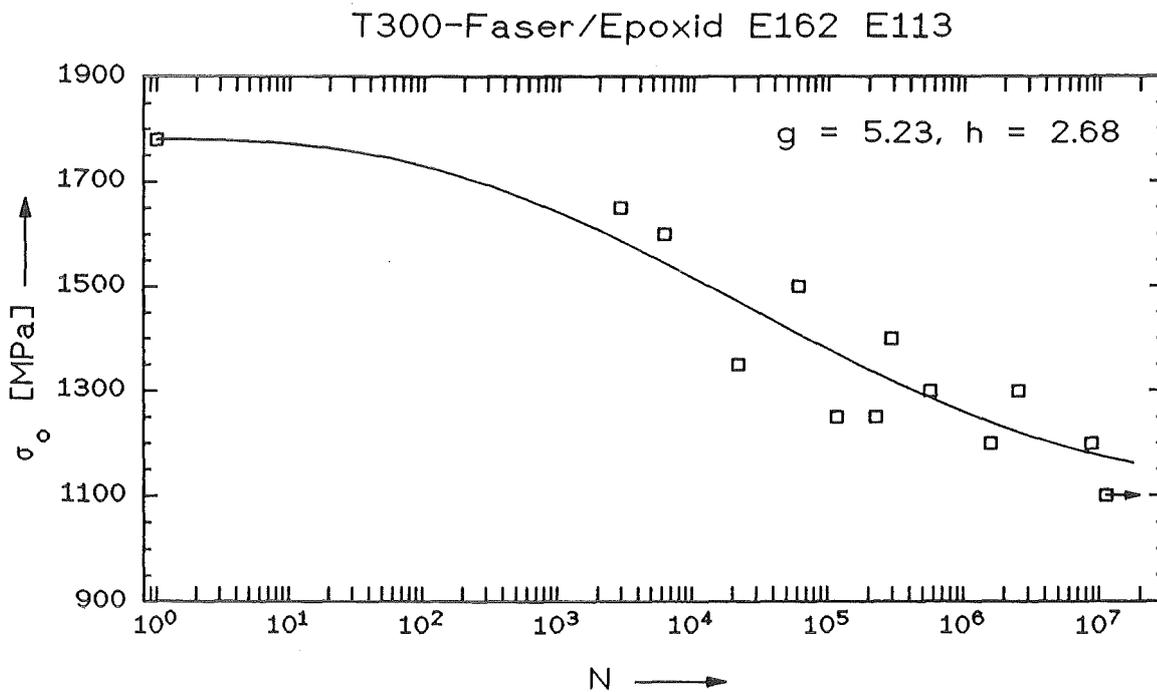
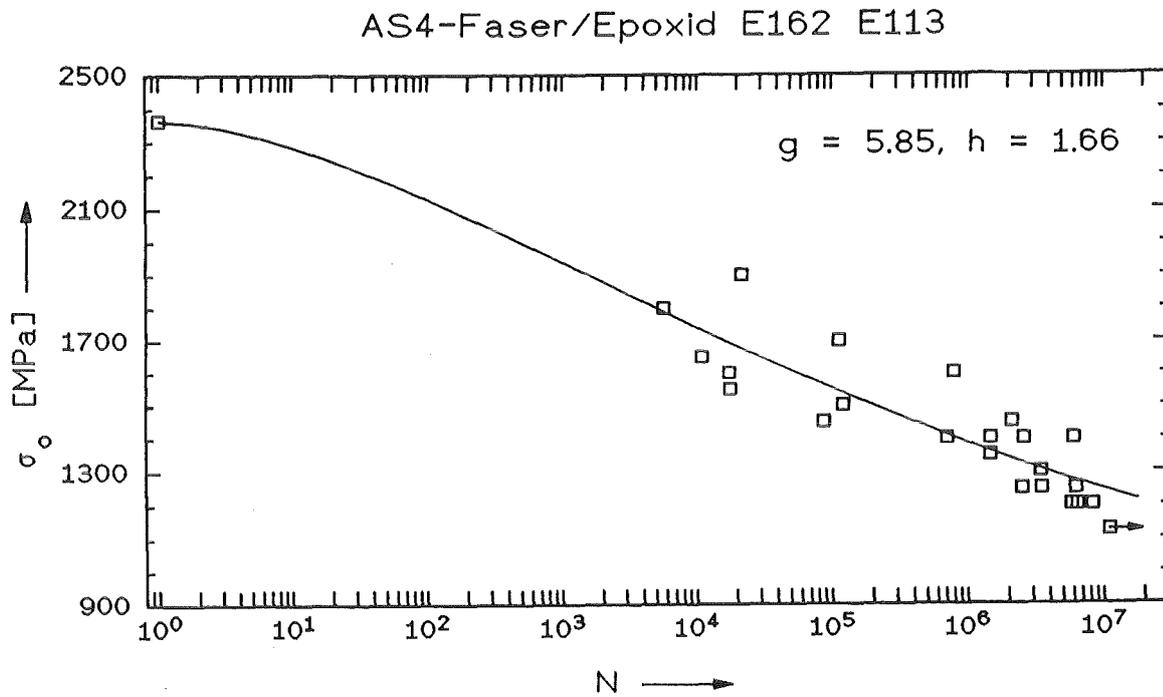
Tabelle 17: Weibullparameter α und β für die Festigkeit, Bruchdehnung und Elastizität von UD-Verbunden unter quasistatischer, longitudinaler Zugbelastung bei $T = 77 \text{ K}$ (Kap. 4.1.2)

	Spannung σ_{11B}		Dehnung ε_{11B}		Modul E_{11}	
	α	β	α	β	α	β
AS4/PEEK	2536	34.22	1.59	20.78	156.6	36.89
AS4/Epoxid 1	2445	16.51	1.61	19.06	152.7	36.89
AS4/Epoxid 2	1708	20.78	1.59	20.78	156.6	8.01
T300/PEEK	1676	25.73	1.12	28.17	153.8	26.17
T300/Epoxid 1	1834	23.16	1.16	27.87	161.8	27.20
T300/Epoxid 2	1751	18.39	1.13	8.57	161.2	21.83
T300/Epoxid (mod.)	1708	20.78	1.09	24.11	146.1	15.45
T300/PC 3200	1765	13.31	1.10	30.51	150.0	55.53
M40 JB/Epoxid 1	2150	24.98	0.93	35.69	234.8	24.42
M40 JB/Epoxid 2	1985	24.38	0.90	24.74	225.7	25.13

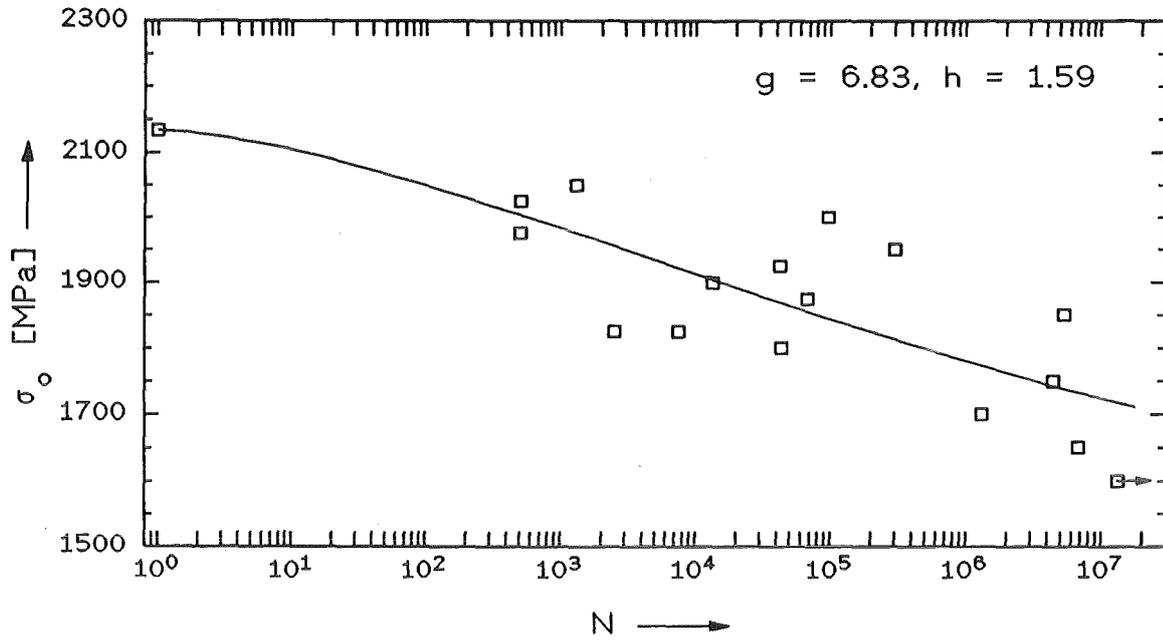
8.2) Experimentelle und berechnete Wöhler-Kurven

8.2.1) Zugschwellende Belastung

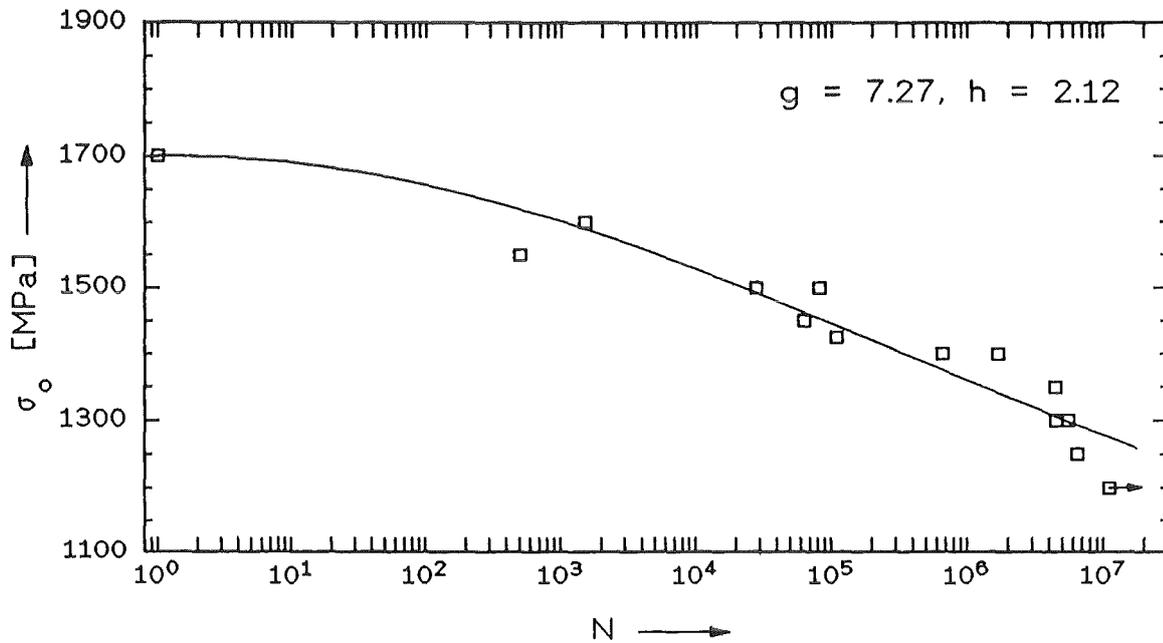
(g, h = Formfaktoren der Fitgleichung 4.3)



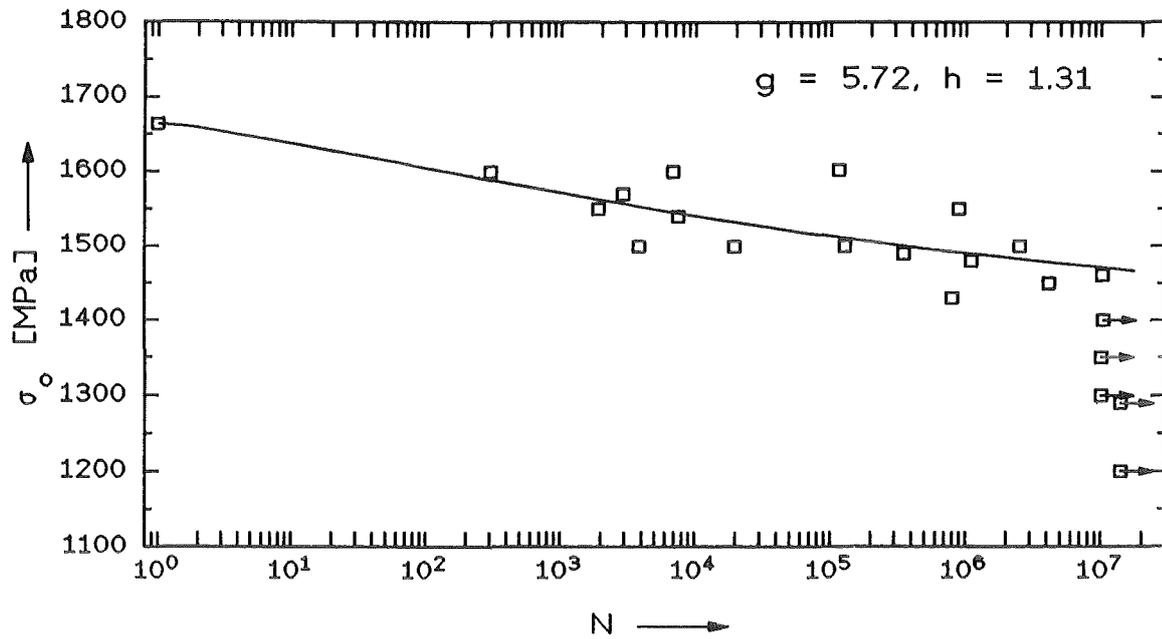
M40JB-Faser/Epoxid E162 E113



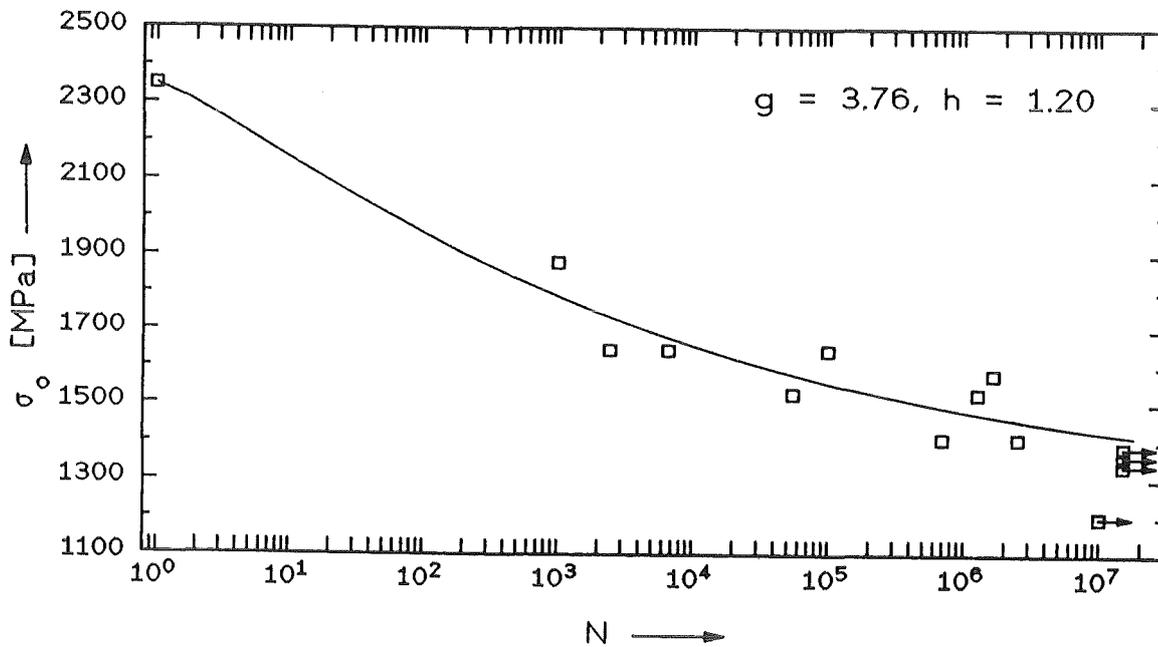
T300-Faser/Epoxid LY556 HT972



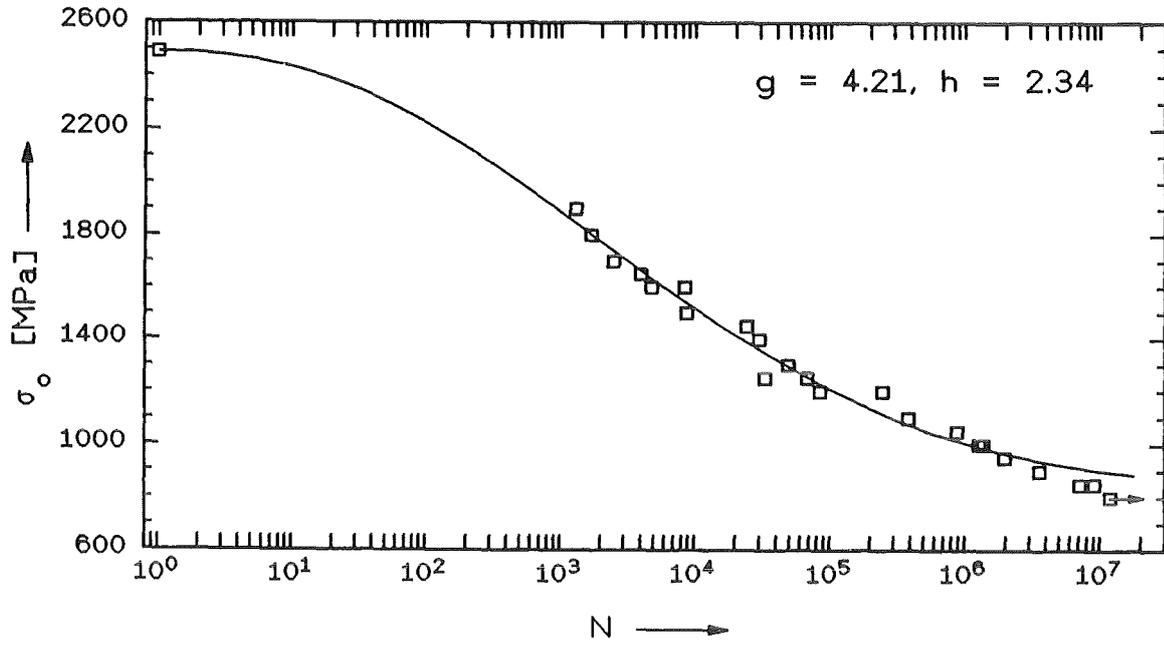
T300-Faser/Epoxid (modifiziert)



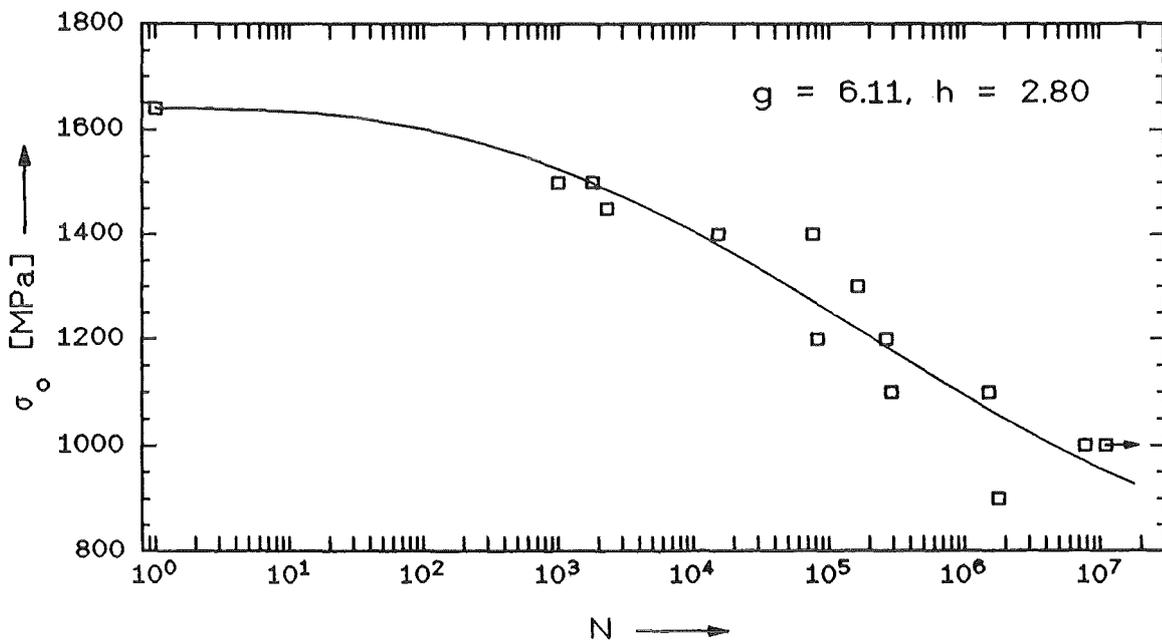
G30-500-Faser/Epoxid (modifiziert)



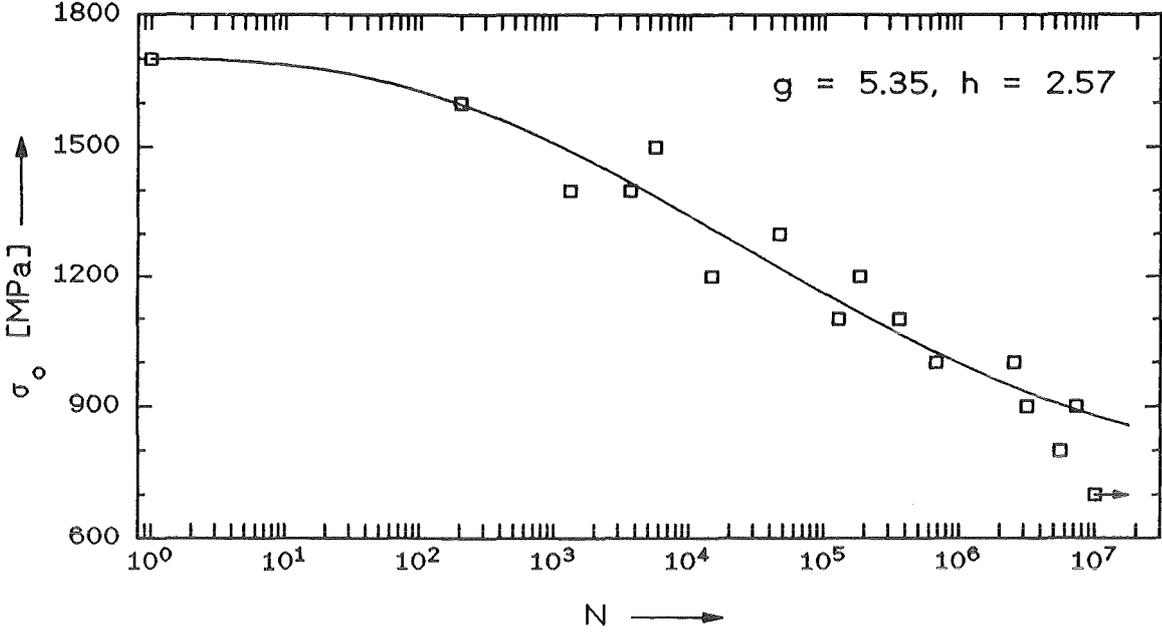
AS4-Faser/PEEK



T300-Faser/PEEK

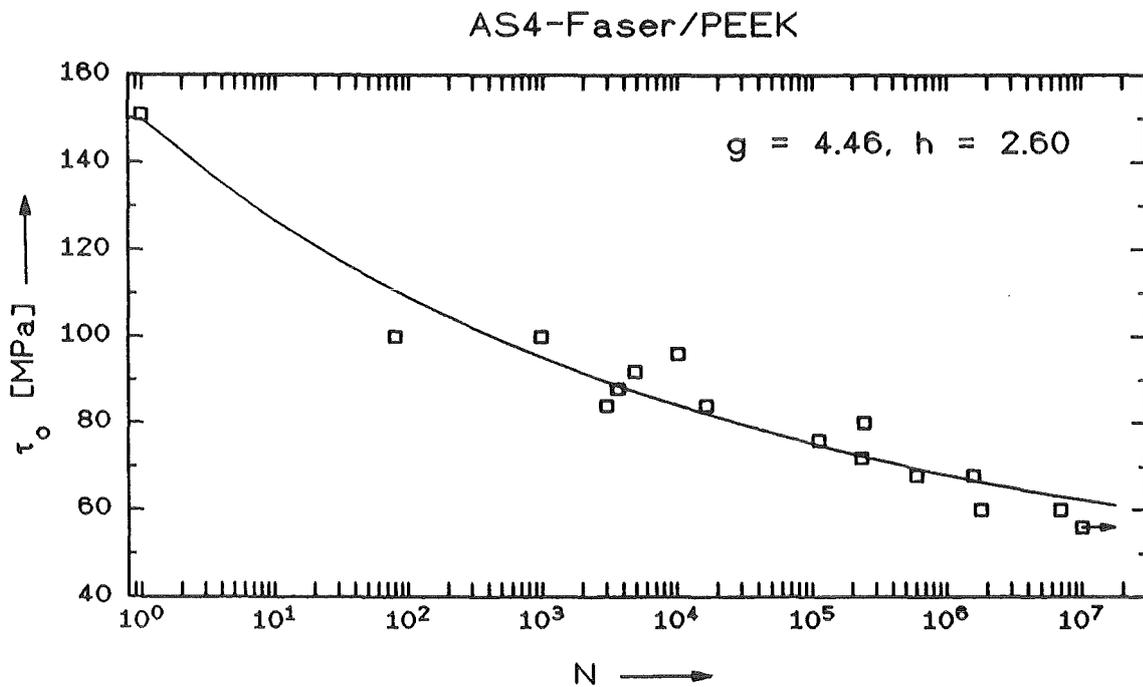
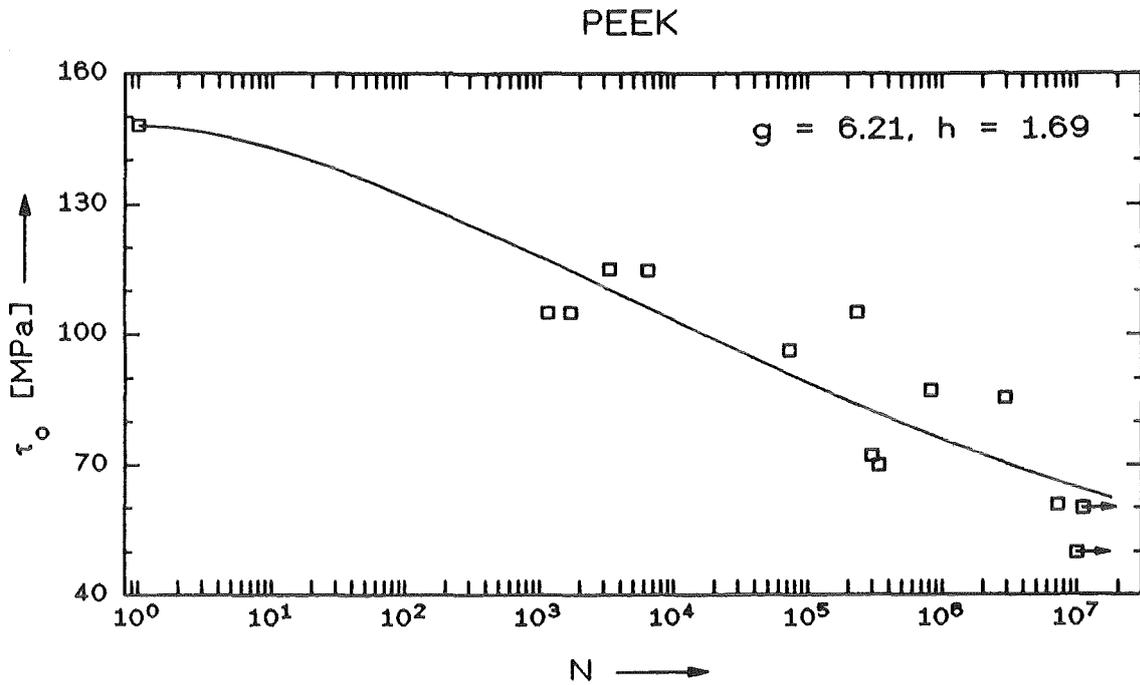


T300-Faser/PC 3200

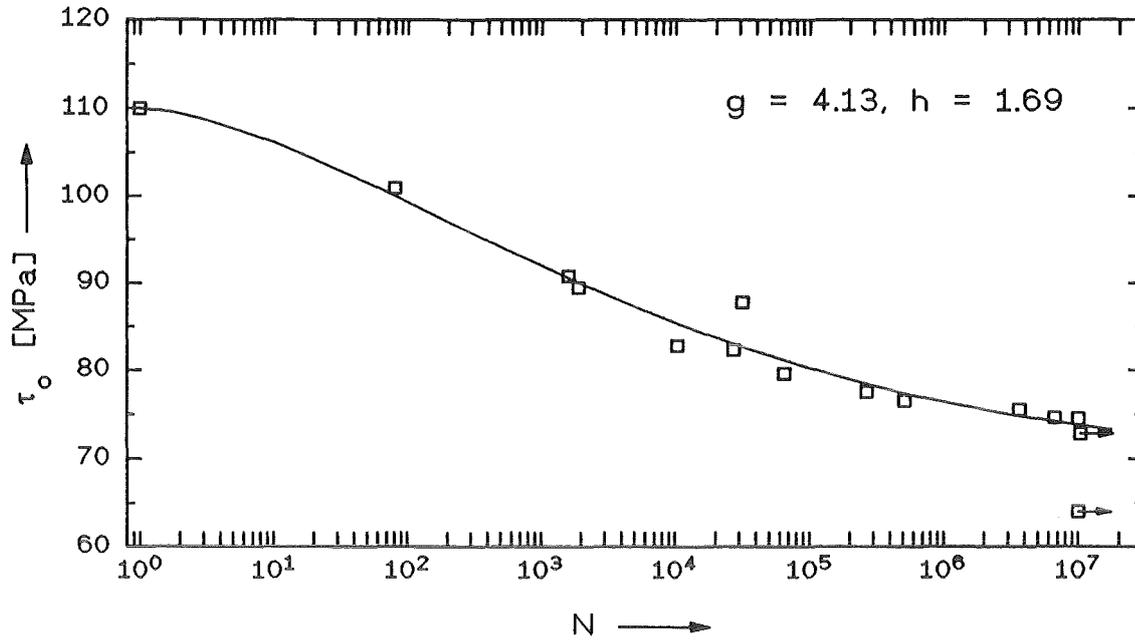


8.2.2) Scherswellende Belastung

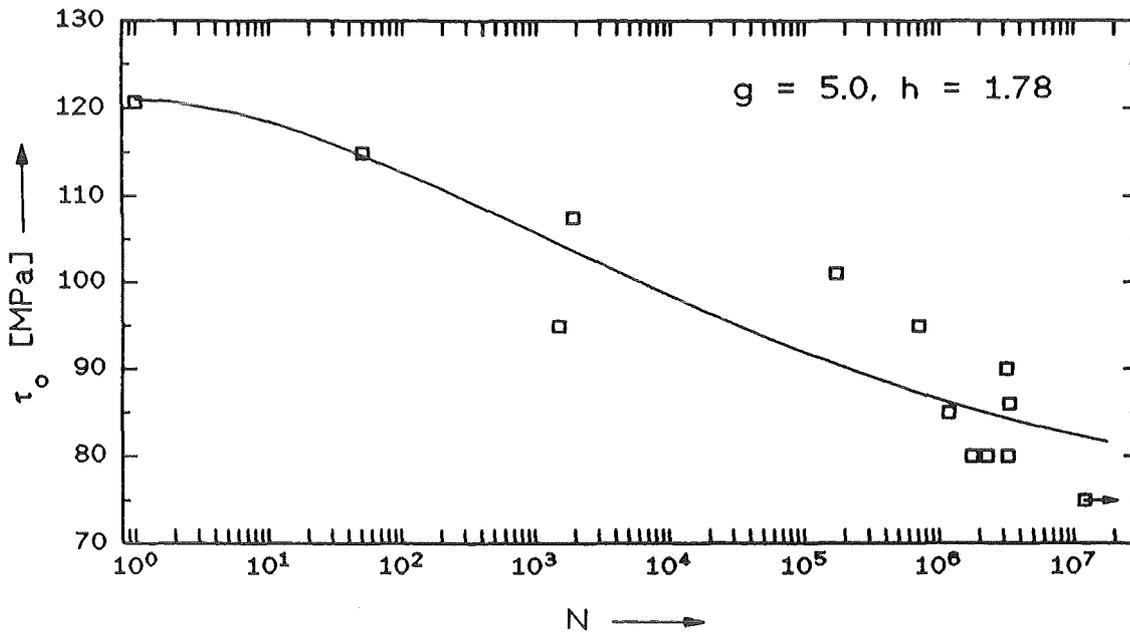
(g, h = Formfaktoren der Fitgleichung 4.3)



AS4-Faser/Epoxid E162 E113



AS4-Faser/Epoxid LY556 HT972



T300-Faser/Epoxid (modifiziert)

