

**Johannes Neft**

---

**Schädigungsverhalten endlos glasfaserverstärkter  
Thermoplaste unter Berücksichtigung von  
Alterungs- und Temperatureinflüssen**

---



**Cuvillier Verlag Göttingen**

Schädigungsverhalten endlos glasfaserverstärkter Thermoplaste unter  
Berücksichtigung von Alterungs- und Temperatureinflüssen

Dem Promotionsausschuß der  
Technischen Universität Hamburg-Harburg  
zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktor-Ingenieur  
vorgelegte Dissertation

von  
Dipl.-Ing. Johannes Neft  
aus Nürnberg

2001

Die Deutsche Bibliothek - CIP-Einheitsaufnahme

**Neft, Johannes:**

Schädigungsverhalten endlos glasfaserverstärkter Thermoplaste unter Berücksichtigung von Alterungs- und Temperatureinflüssen / von Johannes Neft. -

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2001

Zugl.: Göttingen, Univ., Diss., 2001

ISBN 3-89873-306-8

1. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Karl Schulte  
Technische Universität Hamburg-Harburg  
Deutschland
2. Gutachter: Prof. Dr. Leif Carlsson  
Florida Atlantic University  
USA
3. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Uwe Weltin  
Technische Universität Hamburg-Harburg  
Deutschland
- Tag der mündlichen Prüfung: 08.10.2001

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2001

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

[www.cuvillier.de](http://www.cuvillier.de)

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2001

Gedruckt auf säurefreiem Papier

ISBN 3-89873-306-8

Meinen Eltern Inge und Hans

Nicht der Titel verleiht dem Mann Glanz,  
sondern der Mann dem Titel.

*Machiavelli: Vom Staat,  
Drittes Buch, 38. Kapitel*

## **Danksagung**

Die vorliegende Arbeit ist während meiner Tätigkeit als Doktorand und als Mitarbeiter in der Kunststoff-Schadensanalyse in den Jahren 1997 bis 2000 im Zentrallabor der Volkswagen AG Wolfsburg entstanden.

Für die Übernahme der wissenschaftlichen Betreuung dieser Arbeit gebührt Herrn Prof. Dr.-Ing. Karl Schulte mein besonderer Dank. Seine fachliche Diskussionsbereitschaft und die Möglichkeit des internationalen Austausches haben maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Für die Übernahme des Koreferats danke ich den Herren Prof. Dr. Leif Carlsson und Prof. Dr.-Ing. Uwe Weltin. Prof. Carlsson hat von Beginn an meine Entwicklung auf dem Gebiet der faserverstärkten Kunststoffe geprägt und durch seine konstruktiven Hinweise diese Arbeit mitgestaltet. Prof. Weltin hat die Entstehung und Entwicklung dieser Arbeit intensiv verfolgt. Ich danke ihm für viele hilfreiche Diskussionen und Anregungen.

Ich danke den Herren Dr.-Ing. Thomas Lampe und Dr. Manfred Bort, deren Vertrauen und Unterstützung mir die Durchführung dieser Arbeit im Zentrallabor der Volkswagen AG ermöglichte. Dem Leiter der Unterabteilung Analytik, Lacke, Freibewitterung und wissenschaftlichen Mentor der Untersuchungen bei der Volkswagen AG, Herrn Dr. Peter Schwarzer, danke ich für seine fachlich und menschlich hilfreiche Unterstützung und Diskussionsbereitschaft.

Zahlreiche Mitarbeiter des Zentrallabors und der Technischen Universität Hamburg-Harburg haben zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen. Besonders zu erwähnen sind Herr Dietrich Sülthaus für die tatkräftige Unterstützung bei der Durchführung der mechanischen Versuche und die wissenschaftlichen Mitarbeiter des Arbeitsbereichs Kunst- und Verbundwerkstoffe für ihre Hilfs- und Diskussionsbereitschaft. Aus dem Zentrallabor danke ich besonders Frau Galasso für die Unterstützung am REM und Herrn Karl-Heinz Scholz für die Unterstützung bei der Interpretation der thermoanalytischen Ergebnisse.

Einen wichtigen Beitrag für diese Arbeit haben die Diplomanden Frau Hui-Qin Lu, Frau Silke Fischer, Herr Tobias Jung, Herr Olaf Schulz und Herr Sven Himmel geleistet. Sie haben durch ihre Ausdauer und ihren akribischen Arbeitsstil unabdingbare Ergebnisse für diese Untersuchung erreicht.

Den Firmen Borealis und Vetrotex danke ich für die Bereitsstellung der Materialien.

Der „Braunschweiger Fahrgemeinschaft“, Marina, Timo, Thomas und Sven, danke ich für die stoische Ruhe und Gelassenheit, mit der Sie den Fortgang dieser Arbeit verfolgen mußten und für zahlreiche Aufmunterungen in schwierigen Lagen.

Karin danke ich für ihre Unterstützung und ihr Verständnis, vor allem in der Phase der schriftlichen Ausarbeitung.

Lissabon, im November 2001

Johannes Neft

## **Kurzfassung**

In dieser Arbeit wird das mechanische Schädigungsverhalten endlos glasfaserverstärkter Thermoplaste unter Berücksichtigung von Alterungs- und Temperatureinflüssen analysiert. Die untersuchten Laminatsysteme bestehen aus einem Prepreg (Plytron<sup>®</sup>) und einem technischen Textil (Twintex<sup>®</sup>) mit isotaktischem Polypropylen als Matrix und E-Glasfasern als Verstärkungsfasern. Besondere Berücksichtigung findet der Einfluß und die Veränderung der Matrixmorphologie aufgrund künstlicher Alterungen (thermische Lagerung, Klimawechsellaagerung). Die Prüftemperaturen der mechanischen Versuche werden zwischen  $-20^{\circ}\text{C}$  und  $90^{\circ}\text{C}$  variiert.

Die Untersuchungen zeigen, daß die im Laminat vorherrschende sphärolithische Struktur der Matrix von den Verarbeitungsbedingungen, dem Glasfasergehalt und der –anordnung, sowie von den angewendeten Alterungen beeinflußt wird.

Das mechanische Verhalten der Lamine ist abhängig vom Laminattyp, den Prüftemperaturen und den im Laminat vorherrschenden Belastungsspannungen. Die Alterungen besitzen einen geringen Einfluß auf die Werkstoffeigenschaften. Schubspannungen verringern signifikant die mechanischen Eigenschaften der technischen Textilien im Vergleich zu dem System aus Prepregs. Der Grund hierfür ist die Auslenkung der Glasfasern durch die Bindefäden und die auftretenden Spannungskonzentrationen an den Bindefadenknoten. Die Schädigungsmechanismen werden detailliert in Abhängigkeit vom Belastungsfall diskutiert.

Tiefe Prüftemperaturen ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) führen zu einer Steifigkeits- und Festigkeitserhöhung verbunden mit einem spröden Bruchverhalten. Hohe Prüftemperaturen ( $90^{\circ}\text{C}$ ) setzen die Matrixsteifigkeit rapide herab und führen zu geringen Festigkeiten. Das temperaturabhängige Werkstoffverhalten muß explizit bei Bauteildimensionierungen berücksichtigt werden.



**Abstract**

The mechanical degradation of continuous glass fibre reinforced thermoplastics was analysed in detail under consideration of ageing and temperature effects. The investigated laminates were produced from prepregs (Plytron<sup>®</sup>) and a from technical textiles (Twintex<sup>®</sup>) with isotactic polypropylene as a matrix material. E-glass fibres as reinforcement were used in both systems. Special consideration was given to changes in matrix morphology due to artificial ageing (pure thermal ageing or climate cycle ageing). Test temperatures were varied from deep (-20°C) to high temperatures (90°C).

The results show the dependence of the spherulitic matrix morphology on the processing procedure, the glass fibre content, the glass fibre arrangement in the laminate and the ageing conditions.

The mechanical behaviour depends on the laminate system, the testing temperatures and the stress concentrations in the laminate during testing. The significant drop of shear properties of the technical textiles is due to the waviness of the glass fibres and the stress concentrations around the knots of the binding yarns. Failure behaviour is discussed in detail depending on the mechanical test conditions.

The stiffness and strength increase at low test temperatures (-20°C) results in brittle fracture behaviour. At high test temperatures (90°C) matrix ductility increases and the laminate strength decreases rapidly. This has to be explicitly considered for designing aspects.

# Inhaltsverzeichnis

Liste der Abkürzungen, Formelzeichen und Symbole

<b>1</b>	<b>Einleitung und Zielsetzung</b>	1
<b>2</b>	<b>Grundlagen</b>	3
2.1	Anwendung, Gefüge und Struktur thermoplastischer Faserverbund-Kunststoffe	3
2.1.1	Anwendungsbereiche thermoplastischer Faserverbund-Kunststoffe	3
2.1.2	Struktur und Eigenschaften von Glasfasern	5
2.1.3	Struktur und Eigenschaften von Polypropylen	7
2.1.4	Faser/Matrix-Grenzfläche	14
2.1.5	Laminataufbau	16
2.2	Mechanische Eigenschaften und Schädigungsverhalten	17
2.2.1	Eigenschaften und Verhalten bei statischer Belastung	17
2.2.2	Eigenschaften und Verhalten bei zyklischer Ermüdungsbelastung	24
<b>3</b>	<b>Experimentelle Arbeit</b>	37
3.1	Untersuchte Werkstoffe	37
3.2	Alterungsbedingungen	40
3.3	Versuchseinrichtungen, -durchführung und Auswertung	43
3.3.1	Zugversuche	44
3.3.2	Druckversuche	44
3.3.3	Biegeversuche	45
3.3.4	Ermüdungsversuche	46
3.3.5	Einfluß der Prüftemperatur	47
3.4	Thermische Analysen	48
3.5	Probengeometrie	50
3.6	Prüfplan	51
3.7	Analyse der Schädigungsmechanismen und Gefügecharakterisierung	52
<b>4</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b>	55
4.1	Mikrostruktur und Matrixmorphologie der Lamine	55
4.2	Alterungseinflüsse	63

4.2.1	Kristallinität und Gefüge .....	63
4.2.2	Dynamisch-Mechanische Eigenschaften .....	73
4.3	Statische Eigenschaften und Schädigungsverhalten .....	82
4.3.1	Transversale Zugeigenschaften .....	82
4.3.2	Longitudinale Zugeigenschaften .....	91
4.3.3	Druckeigenschaften .....	103
4.3.4	Biegeeigenschaften .....	110
4.4	Zyklische Eigenschaften und Schädigungsverhalten .....	119
4.4.1	Unidirektionale Lamine bei Zug-Schwellbelastung .....	119
4.4.2	Kreuzlamine bei Zug-Schwellbelastung .....	130
4.4.3	Einfluß von Drucklasten auf die Ermüdungseigenschaften .....	138
<b>5</b>	<b>Bewertung der Versuchsergebnisse .....</b>	<b>148</b>
5.1	Laminatstruktur und Laminataufbau .....	148
5.2	Einfluß der Alterungen .....	149
5.3	Mechanisches Verhalten bei statischer Belastung .....	152
5.4	Mechanisches Verhalten bei zyklischer Belastung .....	156
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick .....</b>	<b>162</b>
<b>7</b>	<b>Literatur .....</b>	<b>164</b>

---

## Liste der Abkürzungen, Formelzeichen und Symbole

### Abkürzungen:

A I	Alterung I (Klimawechsel Alterung)
A II	Alterung II (thermische Alterung)
CF	Kohlenstoffasern
CFK	Kohlenstoffaserverstärkte Kunststoffe
DMA	Dynamisch-Mechanische Analyse
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie
FVK	Faserverstärkte Kunststoffe
GFK	Glasfaserverstärkte Kunststoffe
GFT	Glasfaserverstärkte Thermoplaste
Glas/PP	Endlos glasfaserverstärktes Polypropylen
GMT	Glasmattenverstärkter Thermoplast
KL	Kreuzlagen verstärktes Laminat
KWL	Klimawechsellagerung
NK	Anlieferungszustand (nicht konditioniert)
PET	Polyethylenterephthalat
PP	Polypropylen
r. L.	Relative Luftfeuchte
TL	Thermische Lagerung
UD	Unidirektional

### Lateinische Symbole:

E	Elastizitätsmodul
$E_0$	Ausgangsmodul zu Beginn der Ermüdungsbelastung
$E_S$	Sekantenmodul
F	Kraft
$F_N$	Nennkraft
$G_c$	Kritische Energiefreisetzungsrate
$G'$	Schub-Speichermodul
$G''$	Schub-Verlustmodul
K	Kristallinität
L	Abstand der Auflager beim Biegeversuch
M	Biegemoment
N	Zyklische Lastwechsel
$N_f$	Zyklische Lastwechsel beim Bruch
R	Spannungsverhältnis
$R_K$	Korrelationskoeffizient
$T_g$	Glasübergangstemperatur
$T_0$	Kristallisationstemperatur
$T_m$	Schmelztemperatur
W	Widerstandsmoment
$W_w$	Wasseraufnahme
b	Parameter der Ermüdungskurven
b	Probenbreite

$f_b$	Probendurchbiegung bei Bruch
$f_c$	Dehnungsvergrößerungsfaktor
$h$	Probendicke
$l_w$	Mittlerer Defektabstand Würfel
$l_F$	Mittlerer Defektabstand Faser
$m$	Steigung der Ermüdungskurven
$m_F$	Proben Veraschungsgewicht
$m_L$	Proben Anfangsgewicht
$m_T$	Trockengewicht
$m_W$	Feuchtegewicht
$t$	Zeit

### Griechische Symbole

$\Delta H_m$	Schmelzenthalpie
$\Delta H_m^0$	Schmelzenthalpie bei 100 % Kristallinität
$\varepsilon$	Dehnung
$\varepsilon_K$	Kniedehnung
$\varepsilon_m$	Dehnung bei Ermüdungsfestigkeit der Matrix
$v$	Volumenanteil
$\rho$	Dichte
$\sigma$	Spannung
$\sigma_K$	Kniespannung
$\psi$	Gewichtsanteil

### Häufig verwendete Indizes

B	Biegung
D	Druck
F	Faser
L	Laminat
M	Matrix
W	Wasser
Z	Zug
b	Kennwert bei Bruch
max	Maximum
stat	Statische Belastung
0°	In Hauptfaserrichtung (longitudinal)
90°	Senkrecht zur Hauptfaserrichtung (transversal)

---

## 1 Einleitung und Zielsetzung

Die Vorteile endlos faserverstärkter Kunststoffe - hohe gewichtsbezogene Festigkeit und Steifigkeit, sehr gutes Ermüdungs- und Korrosionsverhalten - sind aus dem Flugzeugbau hinlänglich bekannt /1/. Durch die Verwendung kohlenstofffaserverstärkter Duroplastharze (CFK) können die größten Gewichtseinsparungen im Vergleich zu Metallen erzielt werden. Aufgrund aufwendiger Fertigungsverfahren und hoher Materialkosten kommen CFK bislang fast ausschließlich in der Luft- und Raumfahrttechnik zur Anwendung. Um die Vorteile von Faserverbund-Kunststoffen (FVK) auch für Produktionen mit mittleren bis großen Stückzahlen, wie z. B. im Fahrzeugbau, wirtschaftlich nutzen zu können, werden neue Werkstoffkombinationen und Fertigungsverfahren für FVK entwickelt /2-4/. Eine der aussichtsreichsten neuen Werkstoffkombinationen sind die unidirektional glasfaserverstärkten Thermoplaste (GFT). Diese bieten neben den bereits erwähnten Vorteilen ein sehr gutes Preis/Leistungsverhältnis, ein hervorragendes Dämpfungsverhalten und einfache Wiederaufbereitungs- und Wiederverwertungseigenschaften /5-7/. Sie können zeitlich unbegrenzt gelagert werden und die Verarbeitung vom Halbzeug zum Bauteil kann endkonturnah, mit den aus der Metallverarbeitung bekannten und automatisierten Warmpreßverfahren, realisiert werden /8, 9/. Neben der klassischen Halbzeugverarbeitung zu Prepregs, mit der Matrix vorimprägnierte (**pre-impregnated**) Faserlagen, können neue, textile Verarbeitungsmethoden eingesetzt werden, die eine günstige Halbzeugfertigung zulassen /10/. Dabei werden gemischte (commingled) Faserrovings, aus Verstärkungs- und Matrixfasern, durch polymere Bindefäden zu einem flächigen Halbzeug vernäht. Solche Halbzeuge können aufgrund ihrer Drapierfähigkeit auch mit großen Umformgraden weiterverarbeitet werden /11/.

Für einen Einsatz dieser Werkstoffe in sicherheitsrelevanten Strukturbauteilen ist es von größter Bedeutung, verlässliche Aussagen über das Langzeitverhalten, also die Änderung der mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit von der Zeit (Alterung), der Belastungstemperatur, der Belastungshöhe und dem Belastungsort treffen zu können. Aus diesem Grund ist die Kenntnis der mechanischen Kennwerte, des Schädigungsverhaltens und der Versagensmechanismen von GFT von elementarem Interesse. Da diese mechanischen Eigenschaften von GFT bislang nur unzureichend untersucht wurden, kommt es, trotz einer Vielzahl industrieller Anwendungsbeispiele, nur selten zu serienreifen Bauteilanwendungen /12/.

Bislang existierten mechanische Untersuchungen von GFT und deren Schädigungsverhalten hauptsächlich im Zusammenhang mit Projekten, in denen die fertigungstechnischen Möglichkeiten zur Herstellung von Bauteilen und Halbzeugen analysiert wurden /11, 13-15/. Bei diesen Analysen dienten statische Zug- und Biegeversuche als Beurteilungskriterien. Näher untersucht

wurde die Faser/Matrix-Anbindung, die aufgrund der hohen Schmelzviskosität thermoplastischer Matrizen die Verarbeitung von GFT erschwert /7, 16/. In einem geringen Maße wurden Ermüdungsuntersuchungen an GFT durchgeführt /17, 18/. Der Einfluß der Matrixmorphologie und der Prüftemperatur auf die Laminateneigenschaften fand kaum Beachtung.

In jeder der bislang durchgeführten Untersuchungen wurden unterschiedliche Werkstoffsysteme verwendet, so daß eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse nicht gegeben war und somit eine ganzheitliche Aussage über das komplexe mechanische Verhalten von GFT nicht möglich erscheint. Diese ist jedoch unerlässlich, soll der Einsatz dieser Werkstoffsysteme auch in Serienanwendungen gesichert sein.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, einen umfassenden Überblick über das mechanische Eigenschaftsspektrum, das Schädigungs- und das Langzeitverhalten von GFT in Abhängigkeit von der Matrixmorphologie und dem Laminataufbau zu geben. Es werden mechanische und analytische Untersuchungen an zwei ausgewählten thermoplastischen Verbundsystemen mit E-Glasfasern (E-Glas) als Verstärkungsfasern und isotaktischem Polypropylen (iPP) als Matrix durchgeführt. Bei den untersuchten Systemen handelt es sich zum einen um ein klassisches Verbundsystem (Plytron<sup>®</sup>) aus sogenannten Prepregs, bei dem die Fasern bereits mit der Matrix imprägniert sind, bevor sie zum Bauteil weiterverarbeitet werden. Zum anderen um ein neuartiges System aus einem sogenannten technischen Textil (Twintex<sup>®</sup>). Bei Twintex<sup>®</sup> liegen die Verstärkungsfasern und die Matrix als Fäden in vermischten (commingled) Faserrovings vor, die durch Bindefäden aus Polyethylenterephthalat (PET) zu einem flächigen Halbzeug vernäht werden. Sowohl die Faserimprägnierung, als auch die Matrixkonsolidierung findet für Twintex<sup>®</sup> in einem Arbeitsschritt während der Bauteilfertigung statt.

Unterschiedliche Konditionierungen (Temperatur- und Klimawechsellagerungen) simulieren im Vergleich zu Proben im Anlieferungszustand eine beschleunigte künstliche Alterung. Das mechanische Schädigungsverhalten und dessen Beeinflussung aufgrund der künstlichen Alterung wird in statischen Zug-, Druck- und Biege-, sowie unter zyklischen Zug-Schwell- ( $R = 0.1$ ) und Zug-Druck-Wechselversuchen ( $R = -1$ ) bei unterschiedlichen Prüftemperaturen ( $-20^{\circ}\text{C}$ ,  $23^{\circ}\text{C}$  und  $90^{\circ}\text{C}$ ) analysiert. Besondere Berücksichtigung findet die Veränderung der Polymorphologie der teilkristallinen Matrix und deren Einfluß auf das mechanische Verhalten der Laminat, die mit Hilfe thermoanalytischer und mikroskopischer Verfahren untersucht wird.

---

## 2 Grundlagen

### 2.1 Anwendung, Gefüge und Struktur thermoplastischer Faserverbund-Kunststoffe

Faserverstärkte Kunststoffe (FVK) setzen sich zusammen aus den Verstärkungsfasern und der polymeren Matrix. Daraus ergibt sich ein Verbund, der weitaus bessere mechanische Eigenschaften erreicht, als dies die jeweiligen Einzelkomponenten zu leisten in der Lage sind. Diese Verbesserungen sind jedoch abhängig von der Leistungsfähigkeit der Einzelkomponenten, von der Komponentenpaarung und von der Qualität der Grenzschicht zwischen Fasern und Matrix, dem sogenannten Interface, im Verbund. Im folgenden werden Struktur und Aufbau von Glasfasern und Polypropylen (PP) als Einzelkomponenten sowie als Werkstoffverbund vorgestellt und Einflüsse auf deren physikalisch-chemische Eigenschaften erläutert.

#### 2.1.1 Anwendungsbereiche thermoplastischer Faserverbund-Kunststoffe

Prinzipiell können faserverstärkte Thermoplaste überall dort eingesetzt werden, wo auch ein Einsatz duroplastischer Verbundmaterialien möglich ist. Sie bieten Vorteile durch geringere Werkstoff- und Verarbeitungskosten, höhere Dämpfungseigenschaften, Umformbarkeit und durch ihre Recyclingfähigkeit. Vor allem bei Verwendung der billigeren Glasfasern als Verstärkungsfasern eignen sie sich für Mittel- und Großserien, wie sie in der Automobilindustrie zu finden sind.

In den USA haben sich die Automobilfirmen Chrysler, Ford, General Motors und das nationale Verkehrsministerium zu einer „Partnership for a New Generation of Vehicles (PNGV)“ zusammengeschlossen, um die Kräfte zur Entwicklung umweltschonender, sparsamer Kraftfahrzeuge zu bündeln. Dabei wurde deutlich, daß nur durch eine konsequente Leichtbauweise diese Ziele erreicht werden können. Den Faserverbund-Kunststoffen (FVK) werden dabei die größten Potentiale, aber auch Schwierigkeiten in der technologischen Umsetzung zugesprochen /3/. In Deutschland sind ähnliche Bestrebungen zur Verwendung von FVK im Automobilbau zu beobachten, aber auch Bedenken gegen den Einsatz sind vorhanden /8, 12, 19-21/. Vor allem das geringe Wissen über das Langzeitverhalten und die Modellierbarkeit von FVK ist als größter Hinderungsgrund für einen Serieneinsatz anzusehen. Trotzdem gibt es bereits eine Reihe vielversprechender Einsatzbeispiele, wie im folgenden gezeigt wird.

Der Einsatz eines thermoplastischen glas- bzw. kohlenstofffaserverstärkten (CFK) Querlenkers wurde im Audi A 4 quattro geprüft (*Abb. 2.1.1-1 a und b*) /22/. Dabei besitzt der CFK Querlenker einen Gewichtsvorteil von etwa 50 % gegenüber dem Stahlblech-Querlenker. Bei der Verwendung von glasfaserverstärktem Polypropylen (Glas/PP) entfällt zwar der signifikante Ge-



wichtsvorteil gegenüber dem CFK Querlenker. Durch das höhere Dehnungsvermögen der Glasfasern und das gute mechanische Dämpfungsverhalten, im Verbund mit einer Thermoplastmatrix, können jedoch gegenüber dem Stahlblech-Querlenker die Silentbuchsen, mit einem Gewicht von jeweils 0.5 kg, entfallen. Dadurch ergibt sich ein immer noch beachtlicher Gewichtsvorteil.

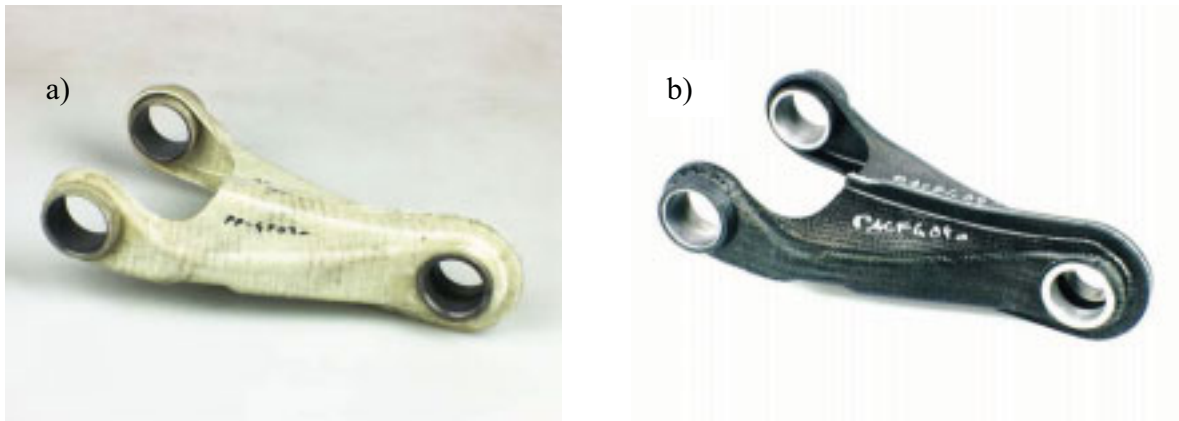


Abb. 2.1.1-1: Querlenker A 4 quattro; a) Glas/PP; b) CF/PA 6.6 (Quelle: Audi AG)

Ebenfalls für den Einsatz im Kraftfahrzeug wurden Stoßfänger-Biegeträger aus Glas/PP getestet (Abb. 2.1.1-2 a). Die Biegeträger können in einem kontinuierlichen Intervall-Heißpreßverfahren aus Prepregs oder technischen Textilien mit unterschiedlichsten Querschnittprofilen und Lagenaufbauten gefertigt werden /23/. Besonders interessant hierbei ist die kostengünstige Verarbeitungstechnik bei idealen mechanischen Eigenschaften. Der aus Glas/PP hergestellte Stoßfänger-Biegeträger weist mit einem Gewicht von 2.4 kg ein optimales Energieaufnahmevermögen im Pendeltest auf und zählt darüber hinaus zu den leichtesten Biegeträgern im Vergleich mit Sheet Molding Compounds (SMC), Stahl und Aluminiumträgern /24/.

An der Technischen Universität Hamburg-Harburg wurden mehrere Untersuchungen zur Verarbeitung und Herstellung aus technischen Textilien gefertigter Glas/PP Bauteile durchgeführt /4/. Der in Abb. 2.1.1-2 b gezeigte Spiralfederteller demonstriert die Möglichkeit der hohen Drapierbarkeit dieser Werkstoffsysteme /11/. Ein Vorteil, der im Vergleich zu Metallen besonders zu beachten ist, da der von Metallen maximal mögliche Umformgrad oftmals durch mehr Fertigungsschritte oder spezielle Vorbehandlungstechniken vergrößert werden muß.

Über die gezeigten Beispiele hinaus existieren mehrere Studien über den Einsatz von Glas/PP in Kraftfahrzeug-Crashrohren /25/. Für diese Anwendung zeigen hybridverstärkte Kohlenstoff-/Aramidfaser-Verbunde mit einer duroplastischen Matrix bereits ihre Überlegenheit in der Energieaufnahme gegenüber herkömmlichen Stahl- und Aluminiumträgern /26/. Durch den Einsatz

einer thermoplastischen Matrix könnten unter Umständen noch höhere Dämpfungen erreicht werden.

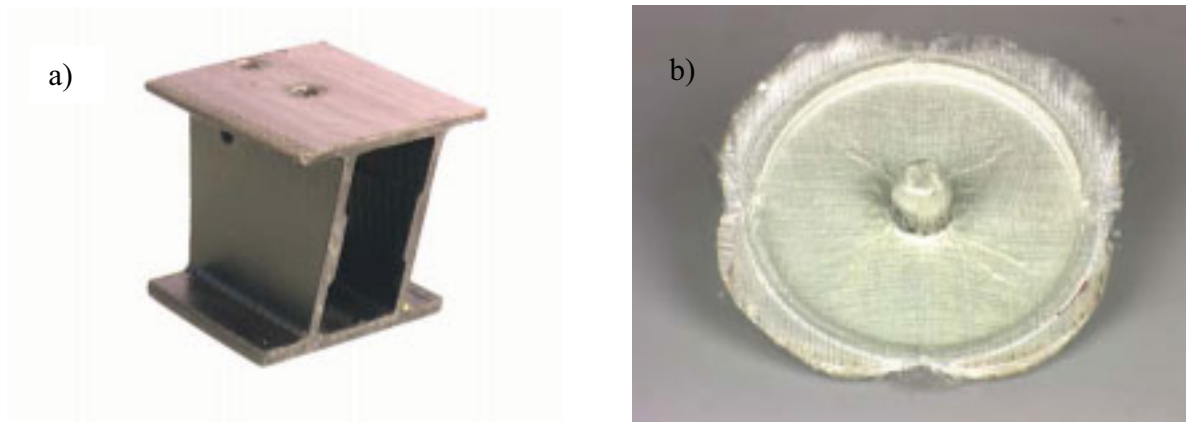


Abb. 2.1.1-2: a) Stoßfänger-Biegeträger aus Glas/PP (Quelle: Peguform GmbH); b) Spiralfederteller aus Glas/PP (Quelle: TU-Tech GmbH Hamburg-Harburg)

Für den Einsatz umweltschonender Erdgasbusse werden mit Aramidfasern umwickelte Druckbehälter verwendet. Diese werden im Naßwickelverfahren mit einer duroplastischen Matrix hergestellt. Nachteile hierbei sind Emissionen am Arbeitsplatz und die zeitlich begrenzte Lagerfähigkeit der Prepregs. Um demgegenüber die Vorteile der Thermoplaste, hier vor allem höhere Bruchzähigkeit und emissionsarme Verarbeitung, zu nutzen, werden mit einem Direktimpregnierverfahren in der bereits bekannten Wickeltechnik sogenannte Fasertapes verarbeitet /27/.

## 2.1.2 Struktur und Eigenschaften von Glasfasern

Die theoretisch berechneten Festigkeiten von Feststoffen liegen um ein Vielfaches höher als die experimentell ermittelten. Dies liegt u. a. in der im Feststoff vorherrschenden Defektdichte begründet. Bereits 1921 stellte Griffith /28/ fest, daß Werkstoffe in Faserform sehr viel höhere Festigkeitswerte erreichen, als in kompakter Form. Ibe /29/ konnte dies am Beispiel eines Würfels gegebener Defektdichte im Vergleich zu einer Faser gleicher Defektdichte nachweisen (Abb. 2.1.2-1). Dabei war der mittlere defektfreie Abstand im Würfel um ein Vielfaches geringer als in der Faser. Diese Erkenntnisse verdeutlichen die Vorteile der Faserverstärkung.

Bereits seit 1950 wird die Glasfaser in einem weiten Feld technischer Anwendungen eingesetzt /30/. Aufgrund ihrer großtechnisch relativ einfachen Herstellung und dem damit verbundenen geringen Preis, besonders im Vergleich zu Kohlenstoff- und Aramidfasern, besitzt sie unter den konventionellen organischen und anorganischen Verstärkungsfasern die mengenmäßig größte

Bedeutung /31/. Aufgrund seiner qualitativ guten Eigenschaften findet E-Glas, ein ursprünglich elektrisch hochwertiges Glas, die häufigste Anwendung unter den handelsüblichen Glassorten.

E-Glas wird nach dem Schmelzen der einzelnen Bestandteile bei etwa 1400°C über mehrere Tage geläutert /32/. Im Anschluß wird die flüssige Schmelze aus ca. 2 mm dicken Düsen geleitet und erstarrt fadenförmig. Die zähflüssigen Fäden werden verstreckt und dadurch auf den gewünschten Durchmesser verjüngt. Parallel zum Verstrecken der Glasfasern wird eine sogenannte Schlichte auf die Fasern aufgebracht, die vor allem dazu dient, die Glasfaseroberflächen zu schützen, die Fasern auf den anschließenden Verarbeitungsprozeß vorzubereiten und eine Haftungsverbesserung zwischen der Kunststoffmatrix und den Verstärkungsfasern zu erzielen /33/. Als günstig für die Haftungsverbesserung zwischen Polypropylen und Glasfasern haben sich Haftvermittler auf Basis von Silanen herausgestellt.

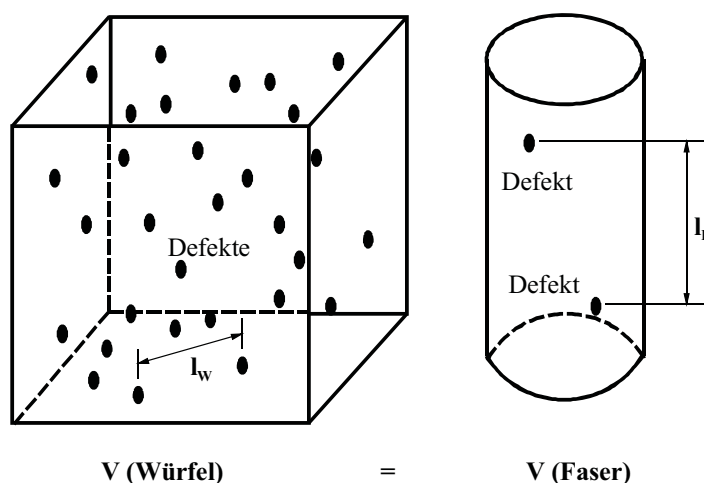


Abb. 2.1.2-1: Defektverteilung und Defektabstand im Vergleich zwischen kompaktem Volumen (Würfel) und fadenförmigem Volumen (Faser) gleicher Defektdichte nach Ibe /29/;  $l_w$ : mittlerer Defektabstand im Würfel,  $l_f$ : mittlerer Defektabstand in der Faser

Charakteristische Eigenschaften der Glasfasern sind die auf das Gewicht bezogene hohe spezifische Festigkeit und Steifigkeit. Diese sind eine Folge der starken kovalenten Bindungen zwischen dem Silizium und dem Sauerstoff im dreidimensionalen Netzwerk des Glases /33/. Der Elastizitätsmodul ist mit 74 GPa vergleichbar dem von Aluminium und beträgt in etwa 1/3 dem von Stahl. Ein wichtiger Vorteil der Glasfasern gegenüber den Metallen ist, daß sie wesentlich höhere Dehnungen unter Belastung erreichen /34/. Aufgrund der amorphen Struktur des Glases sind die mechanischen Eigenschaften der Glasfasern im Gegensatz zu denen der Kohlenstoff- oder Aramidfasern isotrop. Die Maximaltemperaturen für den Dauereinsatz liegen bei 250°C /31/.

35/. Eine Übersicht über die charakteristischen mechanischen Kennwerte von E-Glas gibt *Tabelle 2.1.2-1*.

*Tabelle 2.1.2-1:* Charakteristische mechanische Kennwerte von E-Glas

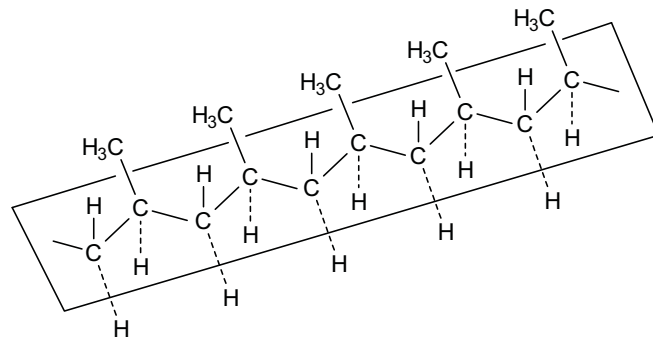
$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\sigma_{bz}$ [MPa]	$\varepsilon_{bz}$ [%]	E [GPa]	$\alpha^*$ [10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> ]	$\varnothing$ [ $\mu$ m]	Feuchtaufnahme** [%]	T <sub>m</sub> [°C]
2.6	2400	3.0 – 4.8	74	5	8-20	≤0.1	840

\*-30°C – 250°C

\*\*20°C, 65 % r. F.

### 2.1.3 Struktur und Eigenschaften von Polypropylen

Polypropylen (PP) ist ein teilkristalliner Thermoplast und wird aus der Polymerisation von Propylen (H<sub>3</sub>C-CH=CH<sub>2</sub>) nach dem sogenannten Ziegler-Natta Verfahren gewonnen /36/. Seine Vorteile liegen vor allem in der niedrigen Dichte, der hohen chemischen Beständigkeit und Schmelztemperatur sowie dem geringen Preis /37/. Unterschiedliche Anordnungen der CH<sub>3</sub>-Gruppen bei der Polymerisation bewirken Veränderungen der mechanischen und physikalischen Eigenschaften.



*Abb. 2.1.3-1:* Anordnung der Monomere in isotaktischem Polypropylen (iPP)

Es wird unterschieden zwischen isotaktischem, syndiotaktischem und ataktischem PP. Das isotaktische PP (iPP) besitzt mengenmäßig die größte Bedeutung. Beim iPP ist die Mehrzahl der CH<sub>3</sub>-Gruppen an der gleichen Seite der C-Kette angeordnet (*Abb. 2.1.3-1*) und erleichtert damit eine Anlagerung der Ketten zueinander, so daß ein hoher Kristallinitätsgrad erreicht werden kann. Beim syndiotaktischen PP sind die CH<sub>3</sub>-Gruppen abwechselnd auf den gegenüberliegenden Seiten und beim ataktischen PP auf beiden Seiten statistisch verteilt angeordnet.

Die Kristallinität sowie die Sphärolithstruktur von PP variiert in einem weiten Bereich und hängt sowohl vom Herstellungs-, als auch vom Verarbeitungsprozeß ab. Bei ca. 0°C – 4°C besitzt PP

seine Glasübergangstemperatur  $T_g$  /38/. Die Kristallit-Schmelztemperatur  $T_m$  liegt zwischen 160°C und 165°C. PP besitzt eine Dauergebrauchstemperatur von etwa 100°C.

### Struktureller Aufbau

Teilkristalline Thermoplaste setzen sich aus einer amorphen und einer kristallinen Phase zusammen. In jeder Phase für sich liegen annähernd stofflich homogene chemische und physikalische Zusammensetzungen vor. Die Grenzschicht zwischen diesen beiden Phasen kann als Schwachstelle angesehen werden /39/. Zum besseren Verständnis des mechanischen Verhaltens von teilkristallinen Thermoplasten werden in deren Struktur mehrere Hierarchieebenen unterschieden, die im folgenden erläutert werden (Abb. 2.1.3-2).

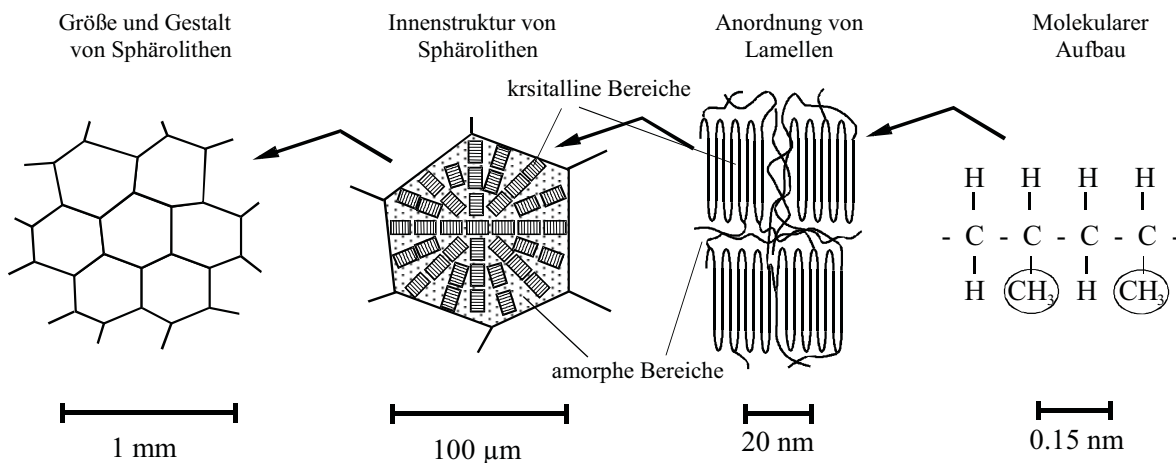


Abb. 2.1.3-2: Strukturhierarchie in isotaktischem Polypropylen (iPP)

Beim Abkühlen aus der Schmelze bilden sich sowohl kristalline, als auch amorphe Bereiche aus. In den amorphen Bereichen fehlen jegliche Fernordnungen, so daß es zu einer unregelmäßigen Verteilung der Makromoleküle kommt. Von Anfang an existieren kleinere, naheordnete Bereiche, die als Keime die Kristallisation einleiten /40/. Die Größe dieser sogenannten Kristallite ist vor allem abhängig von der Abkühlgeschwindigkeit aus der Schmelze. Kristallite sind in Form von Lamellen gleichmäßig parallel zueinander gelagerte Makromoleküle höherer Packungsdichte. Typischer Weise sind solche kristallinen Bereiche als sogenannte Faltungsblöcke angeordnet. Diese Faltungsblöcke erreichen eine Kristallinität von ca. 80 % und besitzen deshalb einen sehr spröden Charakter. Zwischen diesen Faltungsblöcken besteht eine amorphe Grenzschicht. Der Zusammenhalt dieser amorphen Grenzschichten verschiedener Faltungsblöcke wird durch die Anzahl der sie durchlaufenden Ketten und wechselseitigen Kettenverschlaufungen

bestimmt. Ordnen sich mehrere Kristallite beim Abkühlen aus der Schmelze zusammen, bilden sich sogenannte Sphärolithe /40/. Diese sind zentralsymmetrische Überstrukturen, die sich in polyedrischer Form aus zahlreichen Faltungsblöcken, mit in den kristallinen Bereichen vorwiegend tangential zum Radius angeordneten Makromolekülen, ausbilden (Abb. 2.1.3-3). Die Kennwerte eines Kunststoffes hängen mehr von dem Gesamtverhalten, der Größe und dem Anteil an diesen Überstrukturen, als von den Kennwerten der sie bildenden Einzelkristalle ab /41/.

PP besitzt einen sogenannten polymorphen Charakter, d. h., daß sich unterschiedliche kristalline Modifikationen während des Abkühlens aus der Schmelze ausbilden können. Diese sind im einzelnen die monoklinische  $\alpha$ -, die hexagonale  $\beta$ - und die triklinische  $\gamma$ -Modifikation /40/. Bei der Kristallisation von iPP kommt es überwiegend zur Ausbildung der  $\alpha$ -Modifikation im Gefüge mit einem geringen Anteil an  $\beta$ -Modifikation, der sich mit größerer Abkühlrate erhöht. Eine  $\gamma$ -Modifikation bildet sich nur in PP geringer molekularer Dichte und unter speziellen Verarbeitungsbedingungen aus.

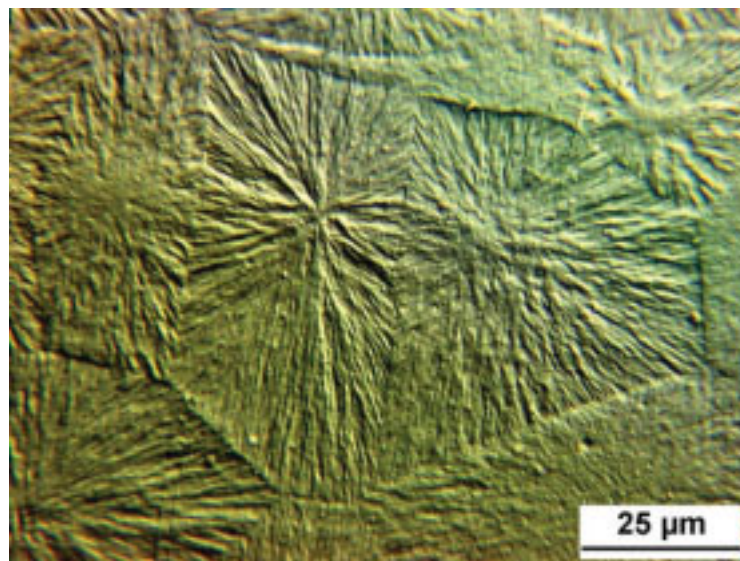


Abb. 2.1.3-3: Sphärolithische Struktur von iPP, geätzter Dünnschnitt

Die sich ausbildenden kristallinen Modifikationen in PP werden hauptsächlich durch die thermischen Kristallisationsbedingungen, die thermische Vorgeschichte der Schmelze, die mechanischen Verarbeitungsbedingungen (Druck, Scher- oder Zugspannungen) und die Zugabe von Nukleierungsmitteln beeinflusst /42/.

Mit zunehmender Abkühlgeschwindigkeit verringert sich die Möglichkeit der Schmelze kristalline Bereiche auszubilden. Die Beweglichkeit der Polymerketten wird zu schnell im Zustand

eines thermodynamischen Ungleichgewichts eingefroren, als daß eine größere parallele Anlagerung zu kristallinen Phasen erreicht werden kann /43/. Es kommt zu einem feinkörnigen Gefüge mit niedrigerem Elastizitätsmodul und Kristallinitätsgrad bei gleichzeitig hoher Zähigkeit und Grenzflächenfestigkeit /39/. Die kleinen Sphärolithe sind durch eine Vielzahl von Kettenmolekülen miteinander verbunden und haben dadurch einen besseren Zusammenhalt /44/.

Im Gegensatz dazu führt ein langsames Abkühlen aus der Schmelze zu einem grobkörnigen, hochkristallinen sphärolithischen Gefüge /39/. Ähnliche Effekte wie im Falle langer Verarbeitungszeiten treten auf. Die Sphärolithgrenzen werden zu Schwachstellen innerhalb des Gefüges. Aufgrund eines höheren Kristallisationsgrades ergeben sich höhere Elastizitätsmoduln. Gleichzeitig nimmt die Zähigkeit des Werkstoffs, d. h. das ohne Schädigung ertragbare Energieaufnahmevermögen, ab. Die einzelnen Sphärolithe sind nur noch durch wenige einzelne Makromoleküle miteinander verbunden und Risse können sich in den Sphärolithgrenzen leichter ausbreiten.

### **Alterung in teilkristallinen Thermoplasten**

Unter dem Begriff Alterung ist nach DIN 50035 die Gesamtheit aller im Laufe der Zeit irreversibel ablaufenden chemischen und physikalischen Vorgänge innerhalb eines Werkstoffs zu verstehen. In polymeren Werkstoffen können drei unterschiedliche Arten der Alterung auftreten. Diese sind chemische Veränderungen im Material, Nachkristallisation in teilkristallinen Thermoplasten und physikalische Veränderungen /38/. Im folgenden werden die beiden zuletzt genannten Arten, Nachkristallisation und physikalische Alterung, in PP, näher betrachtet. Alterungsprozesse in Thermoplasten bewirken eine Veränderung der Morphologie und sind abhängig von der thermischen Vorgeschichte des Werkstoffs /45/.

Trotz umfangreicher Untersuchungen ist der Einfluß von Alterungen auf die mechanischen Eigenschaften und die morphologischen Veränderungen in Polymeren noch nicht soweit geklärt, daß eine einheitliche Theorie zur Beschreibung des Alterungsverhaltens existiert. Dies hat mehrere Gründe. Alterungsuntersuchungen sind zum einen sehr zeitaufwendig, zum anderen aber auch von einer Vielzahl von Einflußfaktoren abhängig. Die wichtigsten Einflußfaktoren sind die Verarbeitungsbedingungen und die Alterungstemperaturen /38, 45/. Es ist zu unterscheiden, ob die Alterung oberhalb oder unterhalb der Glasübergangstemperatur  $T_g$  erfolgt. *Tabelle 2.1.3-1* gibt eine Zusammenstellung der Alterungserscheinungen in Abhängigkeit von der Alterungstemperatur wieder /38/.

*Tabelle 2.1.3-1: Mobilitätsbereiche für die physikalische Alterung von PP Homopolymerisaten /38/*

Region	$T_{\min}$ (°C)	$T_{\max}$ (°C)	Veränderungen
Glasbereich	---	0-4	Dichte, mechanische Eigenschaften (geringfügig)
Amorphe Mobilität	0-4 ( $T_g, T_\beta$ )	( $T_g, T_\beta$ )* 50-100 ( $T_\alpha$ )**	Dichte, mechanische Eigenschaften, Ordnung im amorphen Bereich (deutlich)
Kristalline Mobilität	50-100 ( $T_\alpha$ )	145-160 ( $T_R$ )	Dichte, mechanische Eigenschaften, Kristallinität in der mesomorphen Phase
Rekristallisation	145-160 ( $T_R$ )	162-167 ( $T_m$ )	Schmelzpunkt, Kristallinität
Schmelzerelaxation	162-167 ( $T_m$ )	---	Phasenmorphologie bei heterophasischen Systemen, Überstruktur

\* $T_g$ : Glasübergangstemperatur;  $T_\beta$ : Temperatur der  $\beta$ -Relaxation (DMA)

\*\* $T_\alpha$ : Temperatur der  $\alpha$ -Relaxation (DMA)

Alterungen bei Raumtemperatur wirken sich bei PP vor allem in einer Änderung der Dichte und der Kettenbeweglichkeit der amorphen Bereiche aus; es tritt keine Veränderung der Kristallinität ein /46/. Mit Hilfe von Dynamisch-Mechanischen Analysen (DMA) kann eine Verringerung des Verlustfaktors  $\tan \delta$  festgestellt werden, der auf eine Reduzierung des freien Volumens der amorphen Polymerketten zurückzuführen ist und unabhängig von den kristallinen Bereichen stattfindet. Unterstützt wird diese Annahme durch Untersuchungen an amorphen Thermoplasten, bei denen die Veränderung des spezifischen Volumens deutlich von der Alterungszeit abhängt /45/. Erklärt werden kann dies durch eine Abweichung des thermodynamischen Gleichgewichtszustands innerhalb des makromolekularen Aufbaus. Dieser ist um so ausgeprägter, je schneller der Einfrierprozeß bei der Verarbeitung vonstatten geht, d. h. je schneller die Abkühlgeschwindigkeit ist. Nach dem Abkühlen ist das Gesamtsystem bestrebt, den thermodynamischen Gleichgewichtszustand zu erreichen und es treten Relaxationsprozesse über der Zeit ein (Abb. 2.1.3-4). Veränderungen der mechanischen Eigenschaften sind bei diesen Alterungstemperaturen jedoch kaum vorhanden.

Alterungsprozesse in teilkristallinen Thermoplasten können sich sowohl positiv als auch negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirken. Die am häufigsten gemessenen Kennwertveränderungen betreffen die Zug- und Biegefestigkeit, die Reiß- und Streckdehnung sowie den Elastizitätsmodul /47/. Im allgemeinen erfolgt durch Alterungsprozesse eine Erhöhung der Festigkeitskennwerte und des Elastizitätsmoduls, die einhergehen mit einer Verringerung der Werkstoffzähigkeit und der Bruchdehnung. Oftmals können diese Veränderungen mit der Änderung der Kristallinität bei Alterung unter höheren Temperaturen korreliert werden, wie dies im Fall unterschiedlich stabilisiertem PP gezeigt wurde /48/.



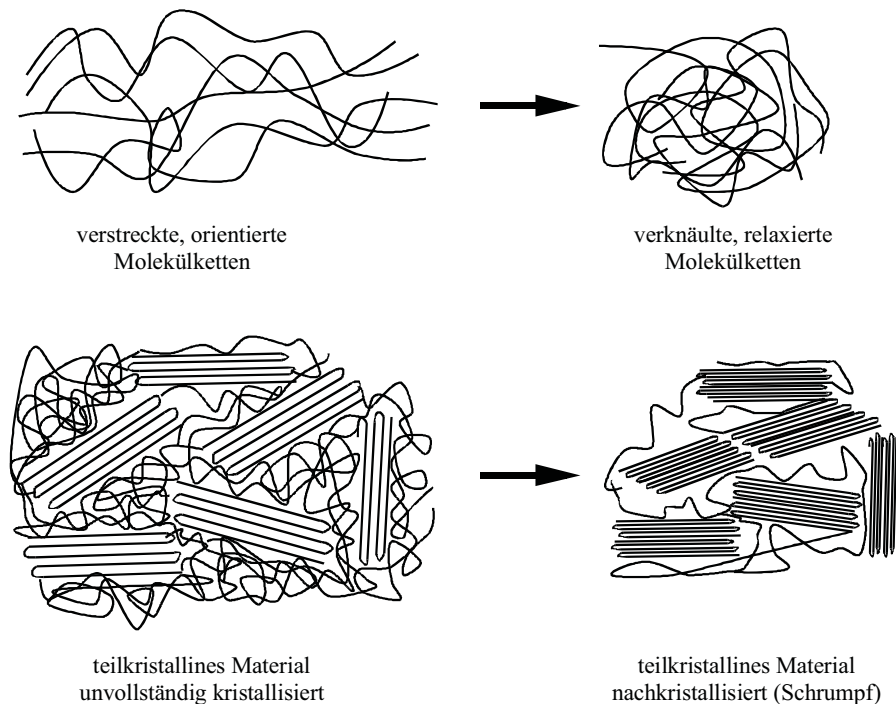


Abb. 2.1.3-4: Effekte physikalischer Alterung von Kunststoffen; oben: Relaxation von Orientierungen, unten: Nachkristallisation /41/

### Bruchvorgänge in isotaktischem Polypropylen (iPP)

In iPP, wie in allen anderen teilkristallinen Thermoplasten, sind prinzipiell mehrere unterschiedliche mikroskopische Bruchvorgänge möglich, die in *Abb. 2.1.3-5* dargestellt sind und zumeist von Schwachstellen und Defekten innerhalb und zwischen den einzelnen Sphärolithen ausgehen. Schwachstellen sind amorphe und niedermolekulare Werkstoffbereiche, intralamellare Defektschichten und Defekte an den Sphärolithoberflächen. Besonders durch eine sehr langsame Kristallisation werden im Sphärolith vorhandene Schwachstellen, wie z. B. nicht kristallisationsfähige Anteile, an dessen Grenzen gedrängt. Zusätzlich kommt es dort durch die Kontraktion der hochkristallinen sphärolithischen Bereiche während der Kristallisation zur Bildung von Poren /49/. Dies führt zu einer Schwächung der Sphärolithgrenzfestigkeit /50/. Bruchwege können sowohl entlang der Sphärolithgrenzen (interkristallin), als auch innerhalb einzelner Sphärolithe (transkristallin) verlaufen /39/.

Der Einfluß der Matrixmorphologie auf die Festigkeit und die Bruchvorgänge in PP wurde intensiv von Friedrich bereits Ende der siebziger Jahre untersucht /39/. Vor allem die Struktur und die Größe der einzelnen Sphärolithe, sowie der Anteil an amorphen Werkstoffbereichen bestimmen das Bruchverhalten von iPP. Beide Faktoren werden maßgeblich durch die Verarbeitungsbedingungen, wie Kristallisationsgeschwindigkeit und -temperatur beeinflusst. Mit größer werdendem

Sphärolithdurchmesser nehmen Streckspannung und Bruchdehnung ab, wobei die Streckspannung zunächst ein Maximum, bei einem Sphärolithdurchmesser von ca. 180  $\mu\text{m}$ , erreicht. Der Grund für die Abnahme der Festigkeit liegt in einem Wechsel der Schädigungsmechanismen /49/. Mit einem kleineren Sphärolithdurchmesser ist i. A. eine geringere Kristallinität und ein höherer Anteil an amorphen Zonen, sowohl innerhalb der Sphärolithe, als auch in den Grenzbereichen, verbunden. Dadurch kommt es zu einer Erniedrigung der für eine plastische Verformung notwendigen Fließspannung innerhalb der Sphärolithe, so daß bei Raumtemperatur in einem feinsphärolithischen Gefüge ein Verstrecken der amorphen Zwischenbereiche und ein segmentweises Abgleiten von Lamellenblöcken in eine fibrillare Form stattfindet /49/. Mit zunehmendem Sphärolithdurchmesser verläuft der Bruch vermehrt interkristallin, d. h. entlang der relativ schwachen Sphärolithgrenzen, ähnlich einem Korngrenzenbruch in metallischen Werkstoffen. Mit zunehmendem interkristallinem Bruchanteil nimmt das Energieaufnahmevermögen des Werkstoffs ab /51, 52/.

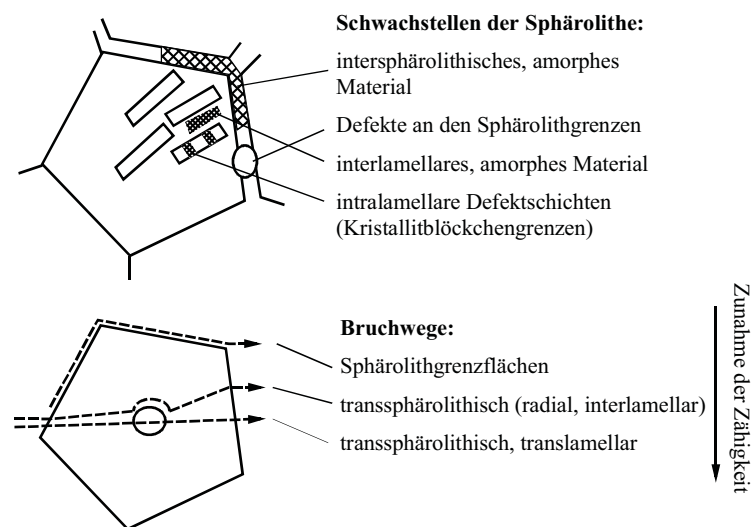


Abb. 2.1.3-5: Mögliche Schwachstellen innerhalb der sphärolithischen Struktur teilkristalliner Thermoplaste und deren bevorzugte Bruchwege /39, 50/

Während der Belastung kommt es vor dem eigentlichen Bruch zur Ausbildung irreversibler Verformungen /53/. Diese irreversiblen Verformungen resultieren von Scherbändern und sogenannten Crazes. Scherbänder entstehen in Schubspannungsfließzonen, wohingegen Crazes auf Normalspannungsfließzonen senkrecht zur Belastungsrichtung zurückzuführen sind /50/. Crazes konnten in PP bislang nur in den amorphen Grenzbereichen der Sphärolithe beobachtet werden /49/.

#### 2.1.4 Faser/Matrix-Grenzfläche

Die in ein Laminat durch äußere Belastungen eingeleiteten Spannungen werden über die Matrix auf die Fasern übertragen. Dabei kommt der Faser/Matrix-Grenzflächenhaftung eine bedeutende Rolle bei der Spannungsübertragung zu. Viele Untersuchungen der Faser/Matrix-Grenzfläche zeigen, daß i. A. mit steigender Grenzflächenhaftung deutlich bessere mechanische Lamineigenschaften erreicht werden /54-56/. Der Grund hierfür liegt in der Veränderung der Versagensmechanismen bei optimierter Grenzflächenhaftung, die eine höhere maximale Energieaufnahme ermöglicht. Die wichtigsten Versagensmechanismen sind Grenzflächenbruch (Debonding) bei schlechter, bzw. Matrixversagen bei guter Faser/Matrix-Haftung /57/. Am deutlichsten werden die durch Grenzflächenhaftung und Matrixbeschaffenheit dominierten Lamineigenschaften beeinflusst, wie z. B. transversale ( $90^\circ$ ) Zug- oder Scherbelastungen. Aber auch faserdominierte Lamineigenschaften, wie longitudinale ( $0^\circ$ ) Zug- oder Biegefestigkeiten, können durch die Grenzflächenbeschaffenheit beeinflusst werden.

Es existieren unterschiedliche Prüfmethode zur Charakterisierung der Grenzflächenfestigkeit. Damit können die Haftungseigenschaften entweder direkt, wie beim Einzelfaser-Auszug /58/, oder indirekt, wie beim transversalen ( $90^\circ$ ) Zug- oder Scherversuch, überprüft werden /57/.

Die Anbindung der Glasfasern an PP stellt eine besondere Schwierigkeit dar. Aufgrund des unpolaren Charakters der Matrix ist eine Benetzung der Fasern erschwert. Um dies zu verbessern, können entweder Zusätze von Additiven mit reaktiven Gruppen der Matrix beigemischt werden, wie z. B. Malein-Anhydride, oder die Fasern werden zusätzlich mit einem Haftvermittler, meist in Form von Silanen, vorab behandelt, um so über chemische und physikalische Bindemechanismen eine Haftverbesserung zu bewirken /59-61/.

Übereinstimmend werden in der Literatur auch für Glas/PP verbesserte mechanische Eigenschaften mit verbesserter Faser/Matrix-Haftung festgestellt. Dabei wurden vor allem die Biegefestigkeit, das Delaminationsverhalten und die transversale ( $90^\circ$ ) Zugfestigkeit von unidirektionalem Glas/PP untersucht. Hamada erzielte eine Erhöhung der interlaminaren Mode I Scherfestigkeit und der Biegefestigkeit mit zunehmendem Schlichteanteil auf den Glasfasern /62/. Thomason und Schoolenberg stellten fest, daß Silanschichten alleine die Scherfestigkeit nur gering verbessern, daß jedoch mit zusätzlichen chemischen Bindemitteln eine Verdopplung der Biegefestigkeiten erreicht werden kann. Außerdem zeigen die glasfaseroberflächenoptimierten Lamine eine höhere temperaturabhängige Steifigkeit in der DMA, die sowohl auf eine höhere Matrixkristallinität, als auch auf eine verbesserte Faser/Matrix-Haftung zurückzuführen ist /58/. Auch Mäder et al. wiesen nach, daß Silanschichten auf den Fasern alleine nicht ausreichen, um

eine optimale Anbindung der Glasfasern an PP zu erreichen. Sie konnten durch eine haftungsverbessernde chemische Modifikation der Matrix deutlich höhere mechanische Kennwerte erzielen /60/. Rijdsijk konnte für unidirektionale Malein-Anhydrid modifizierte Glas/PP-Lamine sowohl eine Verbesserung der transversalen ( $90^\circ$ ), als auch der longitudinalen ( $0^\circ$ ) Biegefestigkeit feststellen und korrelierte diese Ergebnisse mit den verbesserten Haftungsmechanismen der modifizierten Matrix /63/. Gamstedt konnte mit einem ähnlich matrixmodifiziertem unidirektionalem Glas/PP-Laminat verbesserte Ermüdungseigenschaften unter Zug-Schwell Ermüdungsbelastung ( $R = 0.1$ ) durch die optimierten Haftungsmechanismen nachweisen /17/.

Neben den chemischen Bindemechanismen, die in ihrer Wirkungsweise bereits gut verstanden werden, besitzen auch die Verarbeitungsbedingungen und die daraus resultierenden morphologischen Unterschiede der teilkristallinen Matrix Auswirkungen auf die Faser/Matrix-Haftungsmechanismen. Dabei wird vor allem die sogenannte Transkristallinität an Faseroberflächen, eine sich gerichtet ausbildende sphärolithische Struktur aus  $\alpha$ - und  $\beta$ -Sphärolithen, detaillierter untersucht. Diese gerichtete sphärolithische Struktur bildet sich in PP bevorzugt an Oberflächen organischer Verstärkungsfasern, wie Aramid- oder hochsteifen (HM) Kohlenstofffasern aus /64, 65/, wohingegen es in Glas/PP nur durch Scherbewegungen der Fasern in der Matrixschmelze oder durch spezielle Nukleierungsmittel an der Faseroberfläche zu Transkristallinität kommen kann /66-69/. Eine Haftungsverbesserung, bzw. mechanische Eigenschaftsveränderung aufgrund dieser gerichteten Struktur in thermoplastischen Verbundwerkstoffen konnte jedoch bislang nicht eindeutig nachgewiesen werden /70, 71/.

Die durch unterschiedliche Verarbeitungsbedingungen erzeugte kristalline Struktur der Polypropylenmatrix und der durch unterschiedliche textile Verarbeitungsmethoden induzierte mikrostrukturelle Laminataufbau beeinflussen auch die Faser/Matrix-Haftung und damit das Delaminationsverhalten der Lamine. Davies und Ye konnten mit höheren Kühlraten bei der Laminatfertigung ein besseres Delaminationsverhalten unter Mode I und Mode II Belastung nachweisen /52, 72/. Beide begründeten dies damit, daß mit geringen Kühlraten und höherem Kristallinitätsgrad die amorphen und zähen interkristallinen Zwischenbereiche der Polypropylenmatrix geschwächt werden, und sich Risse innerhalb dieser Bereiche leichter ausbreiten, als in der Faser/Matrix-Grenzfläche. Lauke et al. haben den Einfluß der textilen Verarbeitung von Polyamid- und Glasfasern auf das Delaminationsverhalten untersucht /16/. Dabei zeigten lufttexturierte Mischgarne mit Aminosilan Haftvermittlern die besten interlaminaren Scherfestigkeiten und die höchste Grenzflächenhaftung.

### 2.1.5 Laminataufbau

Es existieren eine Reihe von Verarbeitungsverfahren und Halbzeugsystemen zur Fertigung von Bauteilen aus faserverstärkten Thermoplasten. Dabei ist allen Verfahren und Systemen gleich, daß flächige, i. A. vorimprägnierte Halbzeuge in möglichst kurzen Taktzeiten zu Formteilen weiterverarbeitet werden können /9/. Die Architektur und die Schichtung dieser flächigen Halbzeuge bestimmen den Laminataufbau. Für diese Untersuchung sind die sogenannten Gelege von Bedeutung, bei denen flächige Halbzeuge zueinander versetzt (multidirektional), oder parallel (unidirektional) gestapelt und in einem Warmpreßverfahren konsolidiert, bzw. konsolidiert und imprägniert werden.

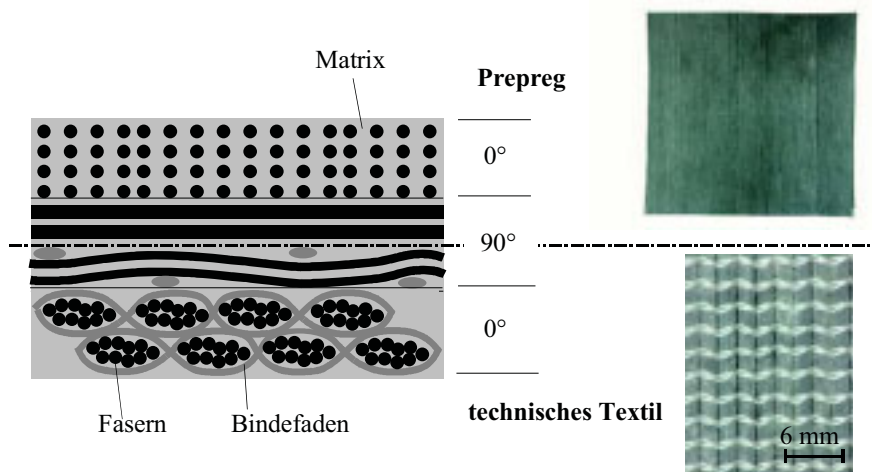


Abb. 2.1.5-1: Aufbau eines Faserverbund-Geleges aus unterschiedlichen Halbzeugsystemen (Prepreg, technisches Textil) mit zueinander um 90° versetzten Lagen

Abb. 2.1.5-1 zeigt schematisch den Aufbau eines Kreuzgeleges aus zwei unterschiedlichen unidirektionalen Halbzeugsystemen. Die obere Hälfte repräsentiert den Aufbau eines Prepregsystems, bei dem die Fasern bereits vor der Weiterverarbeitung mit der Matrix imprägniert sind und im anschließenden Preßvorgang „nur“ noch konsolidiert werden. Die untere Hälfte zeigt den Einsatz sogenannter technischer Textilien. Dabei bestehen die flächigen Halbzeuge aus Mischgarnen (commingled yarns), die mit einem Bindefaden aus PET zusammengehalten werden. Die Mischgarne setzen sich aus den Verstärkungsfasern und den Matrixfasern zusammen /73/. Sowohl die Imprägnierung der Fasern mit der Matrix, als auch die Konsolidierung erfolgt in einem Verarbeitungsschritt.

## 2.2 Mechanische Eigenschaften und Schädigungsverhalten

### 2.2.1 Eigenschaften und Verhalten bei statischer Belastung

#### Transversale Zugbelastung

Senkrecht ( $90^\circ$ ) zur Faserrichtung durchgeführte Zugversuche geben Auskunft über die Faser/Matrix-Grenzflächenfestigkeit und die Matrixbeschaffenheit /54, 57/. Die dabei ermittelten Querkzugfestigkeiten ( $\sigma_{bZ90^\circ}$ ) und -dehnungen ( $\varepsilon_{bZ90^\circ}$ ) von unidirektionalen Laminaten erreichen immer niedrigere Werte als die unverstärkte Matrix (vergleiche *Abb. 2.2.1-1*). Der Grund hierfür liegt in einer lokalen Spannungsüberhöhung aufgrund einer Dehnungsvergrößerung der Matrixbereiche in unmittelbarer Nähe der Fasern. Durch die großen Unterschiede der Elastizitätsmoduln von Fasern und Matrix können die Fasern als starre Körper innerhalb der Matrix angesehen werden. Unter Querkzugbelastung muß deswegen fast die gesamte Laminatdehnung von der Matrix übernommen werden. Daraus folgt, daß die fasernahen Matrixbereiche eine lokal vielfach höhere Dehnung erreichen müssen, als die Gesamtdehnung des Laminats. Dieser Effekt wird als Dehnungsvergrößerung bezeichnet. Der Dehnungsvergrößerungsfaktor  $f_e$  kann nach Puck mit:

$$f_e = \frac{1}{1 - \left( \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{v_F} \left( 1 - \frac{E_M}{E_F} \right) \right)} \quad (2.2.1)$$

abgeschätzt werden /74/. Dabei bezeichnen  $v_F$  das Faservolumen,  $E_M$  und  $E_F$  den Matrix- bzw. Faser- Elastizitätsmodul. Der Dehnungsvergrößerungsfaktor wird wesentlich durch das Faservolumen und die Anordnung der Fasern im Laminat beeinflusst.

Zur Charakterisierung der haftungsverbessernden Konditionierung der Fasern und der Matrix wurden transversale Zugversuche mit unidirektionalem Glas/PP durchgeführt.

Rijsdijk konnte für Malein-Anhydrid modifiziertes Glas/PP ein Optimum der Grenzflächenfestigkeit in transversalen Zug- und Biegeversuchen für einen Gewichtsanteil von 10 % modifizierter Matrix feststellen /63/. Dabei erreichten die transversalen Zugfestigkeiten Werte von 10 MPa, bei einem Faservolumen von 50 %. Davies et al. untersuchten den Einfluß von Feuchte-lagerungen auf die Grenzflächenfestigkeit von Plytron<sup>®</sup> (Glas/PP) mit einem Faservolumen von 35 % /75/. Die transversale Zugfestigkeit betrug dabei 15.8 MPa für die ungelagerten Laminat und 15.2 MPa für über 2400 Stunden in destilliertem,  $50^\circ\text{C}$  warmen Wasser gelagerte Laminat. Eine signifikante Haftungsverschlechterung konnte nicht festgestellt werden. Pomies und Carls-

son konnten bei ähnlichen Feuchtlagerungen von glasfaserver-stärktem Polyphenylensulfid (PPS) jedoch eine deutliche Verschlechterung der Querszugfestigkeiten und der Faser/Matrix-Grenzfläche feststellen /76, 77/.

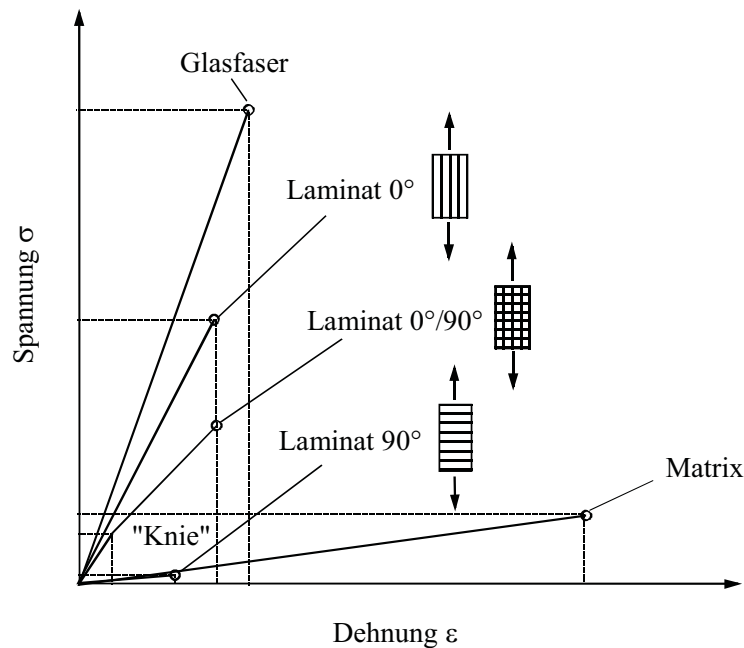


Abb. 2.2.1-1: Schematisches Spannungs-Dehnungsverhalten von Glasfasern, thermoplastischer Matrix, einem unidirektionalem Laminat parallel ( $0^\circ$ ) und senkrecht ( $90^\circ$ ) zur Faserrichtung und einem Kreuzlaminat ( $0^\circ/90^\circ$ )

Lauke et al. untersuchten den Einfluß der textilen Verarbeitung auf unidirektionale thermoplastische Hybridgarnstrukturen /16/. Dabei zeigten Laminare, bei denen eine homogene Verteilung der Verstärkungs- und der Matrixfasern erreicht wurde, die höchsten transversalen Zugfestigkeiten von 13.3 MPa. Mit zunehmend inhomogener Verteilung der Verstärkungsfasern im Laminat nahmen die transversalen Zugfestigkeiten ab. Bei kryogenen Temperaturen im Bereich von 5 Kelvin konnte Ahlborn kaum Veränderungen der Querszugfestigkeit für amorphes kohlenstoffaserverstärktes Polycarbonat (CF/PC) feststellen jedoch konnte er eine deutliche Verschlechterung für kohlenstoffaserverstärktes Polyetheretherketon (CF/PEEK) ermitteln /78/. Er machte dafür die thermischen Spannungen in der Faser/Matrix-Grenzfläche verantwortlich, die aufgrund der hohen Verarbeitungstemperaturen in das Laminat eingebracht werden und bei tiefen Prüftemperaturen noch weiter ansteigen. Bei hohen Prüftemperaturen von  $100^\circ\text{C}$  ermittelten Schulte et al. eine Verringerung der Querszugfestigkeit für kohlenstoffaserverstärktes Polyethersulfon (CF/PES) /79/. Für kohlenstoffaserverstärktes Polyimid (CF/PI) konnte keine Verschlechterung festgestellt werden.

### Zugbelastung parallel (longitudinal) zur Faserrichtung

Unter longitudinaler Zugbelastung ist die Belastung parallel zur Faserausrichtung bzw. zur definierten Hauptfaserrichtung zu verstehen. Dabei ist zu beachten, daß Glas/PP, wie im Falle der transversalen Zugbelastung, niedrigere Bruchdehnungen als die unverstärkte Matrix, jedoch weitaus höhere Bruchspannungen erreicht (*Abb. 2.2.1-1*). Unidirektionale Lamine weisen ein weitgehend lineares Spannungs-Dehnungs-Verhalten bis zum Eintreten erster Schädigungen innerhalb des Laminats auf. Der zu erwartende Elastizitätsmodul  $E_L$  kann mit Hilfe der Mischungsregel abgeschätzt werden:

$$E_L = E_F * v_F + E_M * v_M \quad (2.2.2)$$

Mit  $E_F$  und  $E_M$  bzw.  $v_F$  und  $v_M$  als Matrix- und Faser-Elastizitätsmodul bzw. -volumen.

Kreuzlamine, die aus schichtweise übereinander gelegten  $0^\circ$ - und  $90^\circ$ -Lagen aufgebaut sind besitzen eine Besonderheit im Spannungs-Dehnungs-Verhalten. Aufgrund der bereits im transversalen Zugversuch beschriebenen Spannungsüberhöhung in den quer zur Belastung liegenden Faserlagen kommt es zu Querrissen im Laminat, weit bevor die in Belastungsrichtung orientierten Fasern brechen /80/. Mit Beginn dieser Querrißbildung erfolgt ein Abflachen der Spannungs-Dehnungs-Kurve (*Abb. 2.2.1-1*). Die betroffenen  $90^\circ$ -Lagen können nur noch teilweise, oder gar nicht mehr zum E-Modul des Laminats beitragen. Die Analyse der Querrißdichte an den Laminatkanten bzw. im Laminatinneren gibt Aufschluß über die auftretenden Schädigungsmechanismen /81-83/.

Nach Bader erfolgt das Versagen einer unidirektionalen Laminatprobe unter Zugbelastung sukzessive /84/. Zunächst erfolgt der Bruch der Fasern oder Faserbündel mit der geringsten Festigkeit an unterschiedlichen Stellen im Laminat. Ausgehend von diesen Brüchen kommt es zur Bildung von Längsrissen unter Schubbelastung, die die Bruchstellen miteinander verbinden. Aufgrund der eintretenden Lastumlagerung von den gebrochenen auf die restlichen tragenden Fasern steigen dort die Spannungen an, bis der gesamte Probenquerschnitt versagt. *Abb. 2.2.1-2* verdeutlicht diesen Mechanismus.



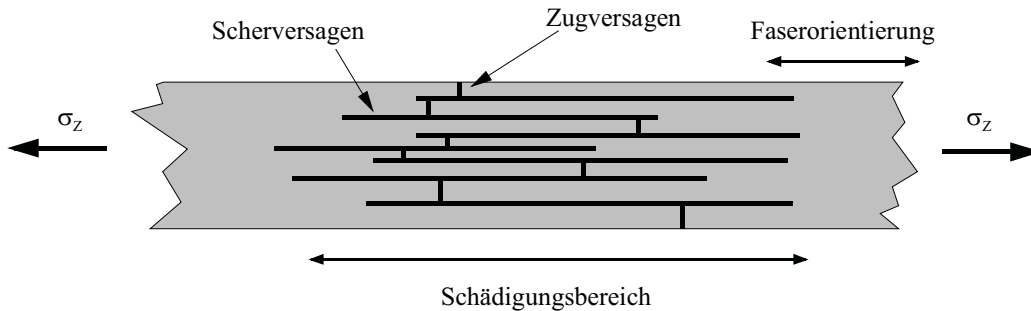


Abb. 2.2.1-2: Charakteristische Darstellung des Zugversagens in einem unidirektionalem Laminat nach Bader /84/

Die Zugfestigkeiten und Schädigungsmechanismen werden beeinflusst von der Matrix, den Fasern und den Prüfbedingungen wie Temperatur- oder Feuchteinflüsse. Madhukar und Drzal zeigten für unidirektional kohlenstoffaserverstärkte Epoxidharze, daß die Faser/Matrix-Haftung durchaus einen Einfluß auf die Zugfestigkeit in Faserrichtung besitzt, wenn auch nur einen geringen /54, 57/. Mit besserer Grenzflächenhaftung werden geringfügig höhere Zugfestigkeiten erreicht. Beim Vergleich zweier unidirektional kohlenstoffaserverstärkter Thermoplaste (CF/PPS, CF/PA 6) erzielten Oya und Hamada ähnliche Ergebnisse /85/. Allerdings wiesen sie darauf hin, daß eine zu hohe Matrixzähigkeit der Thermoplaste der höheren Zugfestigkeit der Lamine mit besserer Faser/Matrix-Haftung entgegenwirken kann, indem sie die Längsrißbildung unterdrückt. Für Glas/PP erreichte Rijdsdijk und andere ein Optimum an Zugfestigkeit mit der Zugabe von 10 % Malein-Anhydrid modifiziertem PP als Haftungsverbesserung zur Matrix /63/. Baron und Schulte zeigten, daß für unidirektionale, Kreuz-, sowie quasiisotrope Lamine aus kohlenstoffaserverstärktem Epoxid die Zugfestigkeitseigenschaften durch eine höhere Matrixzähigkeit verbessert werden können /82/. Für kryogene Temperaturen bei etwa 5 Kelvin stellte Ahlborn eine Verbesserung der Zugeigenschaften von unidirektionalen und Kreuzlaminaten aus kohlenstoffaserverstärkten Thermoplasten (AS4/PEEK, HTA7/PC) fest, /78/. Er führte diese Verbesserung auf die erhöhten Scherfestigkeiten der Matrix zurück, die dadurch eine Längs- und Querrißbildung verzögern. Schulte et al. konnten für kohlenstoffaserverstärkte Thermoplaste (CF/PI, CF/PES) in Faserrichtung kaum veränderte Zugeigenschaften für erhöhte Temperaturen bis zu 180°C im Vergleich zu bei Raumtemperatur durchgeführten Versuchen erkennen /79/. Dies kann unter anderem auf die dominante Rolle der Verstärkungsfasern bei in Faserrichtung auf Zug belasteten Laminaten zurückgeführt werden. Die Zugfestigkeiten der Verstärkungsfasern ändern sich erst weit oberhalb der Matrixzersetzungstemperaturen. Bei 180°C weisen sie jedoch noch keine Eigenschaftsveränderung auf.

### **Druckbelastung parallel (longitudinal) zur Faserrichtung**

Druckeigenschaften und Versagensphänomene faserverstärkter Kunststoffe sind bei weitem noch nicht ausreichend untersucht /87-90/. Die Gründe hierfür liegen in den Schwierigkeiten der Versuchsdurchführung und den uneinheitlichen Versuchsmethoden. Beides, Versuchsdurchführung und Versuchsmethode, beeinflussen entscheidend den im Laminat vorherrschenden Spannungszustand und die damit verursachten Schadensmechanismen und mechanischen Kennwerte.

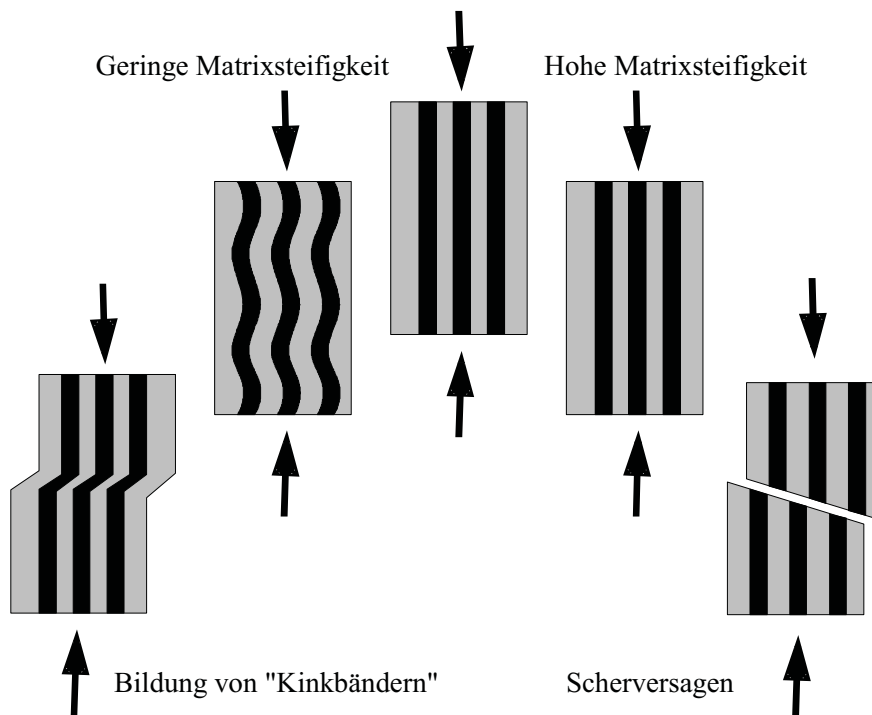
Allen Methoden ist gleich, daß ein Ausknicken der Proben verhindert werden muß, um den Geometrieinfluß auf die Kennwerte möglichst gering zu halten. Die wichtigsten genormten Druckversuche sind: der Versuch nach Celanese (ASTM D 3410) und die IITRI-Methode (Illinois Institute of Technology Research Institute), die beide darauf basieren, daß Probestäbe über den größten Teil ihrer Länge abgestützt werden und allein mittig eine ungestützte Probenlänge von wenigen Millimeter (12.5 mm) zum Ausknicken, bzw. Druckversagen vorhanden ist. Der größte Nachteil beider Methoden ist der aufwendige Einspannmechanismus der Proben, der nur statische Prüfung zuläßt, sie aber für Ermüdungsprüfungen ungeeignet macht. Um sowohl unter statischen, als auch unter zyklischen Versuchsbedingungen vergleichbare Spannungszustände unter Druckbelastung zu erreichen, wurde von Schulte et al. eine Knickstütze vorgeschlagen, die ebenfalls in der Probenmitte eine freie Knickzone von 12.5 mm vorsieht und damit vergleichbar dem Celanese-Verfahren ist, aber aufgrund der einfachen Ausführung auch für Ermüdungsprüfungen eingesetzt werden kann /91/. Die damit erzielten Druckfestigkeiten entsprechen denen aus dem Celanese-Test.

Die Druckeigenschaften von FVK hängen von den Matrix- und den Fasereigenschaften ab und werden durch den Laminataufbau und im Laminat vorhandene Defekte beeinflusst /88/. Mit zunehmender Faser- und Matrixsteifigkeit werden im allgemeinen höhere, mit zunehmender Defektdichte im Laminat niedrigere Druckfestigkeiten erreicht /92/. Eine verbesserte Faser/Matrix-Grenzflächenfestigkeit trägt i. A. ebenfalls zu höheren Druckfestigkeiten bei, was sowohl für unidirektionale CF/Epoxid- als auch für Glas/PP-Lamine nachgewiesen wurde /63, 89/. An T800/924C CF/Epoxid-Laminaten bei hohen Temperaturen (100°C) durchgeführte Druckversuche zeigten, daß die von der hohen Temperatur verursachte niedrigere Matrixsteifigkeit eine geringere Druckfestigkeiten zur Folge hat /93/.

Glasfasern versagen aufgrund ihrer amorphen Struktur unter Druckbelastung in den meisten Fällen im Biegemodus, ausgehend von der Zugseite /88/. Das Druckversagen der unverstärkten Matrix ist abhängig von deren E-Modul. In einer zähen Matrix kommt es zum plastischen Fließen

unter  $45^\circ$  zur Belastungsebene. Eine spröde Matrix versagt in einer Scherebene, die parallel zu den Hauptschubspannungen ebenfalls in etwa  $45^\circ$  verläuft /88/.

Das Druckversagen in einem Laminat beginnt mit dem Ausbeulen einzelner Fasern. Dadurch werden die nächstgelegenen Fasern ebenfalls ausgebeult. In manchen Fällen beginnt das Versagen an mehreren unterschiedlichen Stellen und wächst dann zusammen. Prinzipiell kommt es zu zwei Versagensmechanismen in unidirektional faserverstärkten Kunststoffen, die in *Abb. 2.2.1-3* skizziert sind.



*Abb. 2.2.1-3:* Charakteristische Darstellung der Druckversagensmechanismen in einem unidirektionalen Laminat nach Carlsson /94/ und Hull /95/

Eine Matrix mit hohem E-Modul verhindert durch ihre Stützwirkung ein Ausbeulen der Fasern. In Laminaten mit einer Matrix die einen geringen E-Modul besitzt entstehen sogenannte „Kinkbänder“. Das bedeutet, daß das Laminat an zwei direkt benachbarten Stellen ausknickt und es zur Ausbildung einer Scherebene kommt. In Laminaten mit einer Matrix die einen hohen E-Modul besitzt kommt es zu dem bereits für unverstärkte Kunststoffe beschriebenen Abscheren in der Ebene der Hauptschubbeanspruchung in einem Winkel von ca.  $45^\circ$  zu Belastungsrichtung.

### Biegebelastung parallel (longitudinal) zur Faserrichtung

Im Fahrzeugbau spielen Biegebeanspruchungen von Bauteilen eine besondere Rolle. Beispiele hierfür sind Stoßfänger-Biegeträger oder Verstärkungsträger von Plattformen. Deshalb stellt der Dreipunkt-Biegeversuch eine wichtige Prüfmethode zur Charakterisierung von dafür verwendeten Werkstoffen und zur Ermittlung der Bauteilqualität dar.

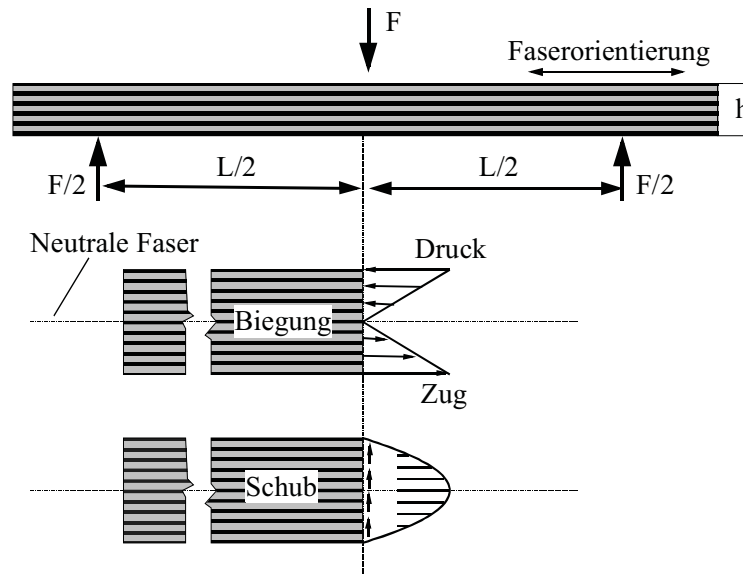


Abb. 2.2.1-4: Spannungverteilung im Laminat bei Dreipunkt-Biegebelastung /96/

Abb. 2.2.1-4 zeigt schematisch die bei einem Dreipunkt-Biegeversuch auftretenden Spannungsverhältnisse im Laminat. Über einen Druckstempel wird die Biegebelastung aufgebracht. Zusammen mit den Reaktionskräften in den Auflagern resultiert daraus ein maximales Biegemoment in der Mitte der Biegeprobe. Es entstehen im Probekörper gleichzeitig Zug-, Druck- und Schubspannungen. Die maximale Druck- bzw. Zugspannung liegt jeweils in der obersten bzw. untersten Randfaser, während die maximale Schubspannung in der Mitte des Querschnittes auftritt. Das Schubspannungs-zu-Druckspannungs- (bzw. -Zugspannungs-) Verhältnis nimmt mit zunehmendem Auflagerabstand-zu-Probendicken-( $L/h$ -)Verhältnis ab. Bei hohen  $L/h$ -Verhältnissen dominiert entweder Zug- oder Druckversagen, während bei niedrigen  $L/h$ -Verhältnissen das Versagen durch interlaminaren Schub hervorgerufen wird. Das  $L/h$ -Verhältnis, bei dem das Versagen von Schub- zu Biegeversagen (entweder Druck- oder Zugversagen) transformiert, ist abhängig von der Faser/Matrix-Haftung, dem E-Modul der Matrix und der Festigkeit der Faser /97, 98/. Für Lamine mit hoher Steifigkeit, z. B. kohlenstoffaserverstärktes Epoxid, muß das  $L/h$ -Verhältnis mindestens 32 betragen, um den Einfluß interlaminarer Schubspannung zu

minimieren und reines Biegeversagen anstatt interlaminares Schubversagen zu erhalten /94, 99/. Für glasgewebeverstärktes PA 6 untersuchte Jauß /100/ den Einfluß des L/h-Verhältnisses auf die mechanischen Kennwerte im Biegeversuch. Seine Ergebnisse zeigten, daß der Elastizitätsmodul bei einem L/h-Verhältnis von 30 bis 40 ein Maximum erreicht und dabei eindeutig Biegebelastungen im Laminat vorherrschen, die Biegefestigkeit jedoch mit zunehmendem L/h-Verhältnis stetig abnimmt.

Der E-Modul der Matrix hat einen großen Einfluß auf das Biegeverhalten des Laminats /96, 97/. Mit zunehmendem Matrixmodul steigt die Biegefestigkeit des Laminats an. Zusätzlich kommt es zu einem Wechsel der Versagensmechanismen abhängig vom Matrixmodul. Das Laminat mit geringem Matrixmodul versagt durch Ausbeulen der Fasern, während das Laminat mit hohem Matrixmodul durch Abscheren der Fasern zusammen mit Faser- und Matrixbrüchen an der Probekante (Oberflächenrisse) versagt /98/.

### **2.2.2 Eigenschaften und Verhalten bei zyklischer Ermüdungsbelastung**

Erste Ermüdungsversuche an FVK wurden in den sechziger Jahren an S- und E-glasfaserverstärkten Duroplasten durchgeführt /101/. In den 1970er und 1980er Jahren wurde das Ermüdungsverhalten von FVK intensiv untersucht. Vor allem die kohlenstoffaserverstärkten Lamine zeigen ein exzellentes Ermüdungsverhalten im Vergleich zu Metallen. Um eine mathematische Modellierung zur Vorhersage der Ermüdungsfestigkeit, vergleichbar den Metallen, durchführen zu können, ist es wichtig, die in einem Laminat ablaufenden Schädigungsmechanismen vollständig zu verstehen. Bei Metallen können viele Mikrorisse innerhalb eines Bauteils entstehen, aber nur ein einziger dieser Risse führt, bei einem definierten Spannungszustand, zum endgültigen Versagen. Der Schädigungsverlauf kann sehr gut mit Hilfe der linear-elastischen Bruchmechanik beschrieben und vorhergesagt werden. Vereinfachend für die Versagensmodellierung von Metallen ist zusätzlich das homogene und isotrope Materialverhalten. Im Gegensatz dazu geht die Schädigung in FVK ebenfalls von vielen Mikrorissen an unterschiedlichen Stellen im Laminat aus. Diese Mikrorisse können aufgrund der Verarbeitung des Laminats bereits teilweise vorhanden sein, oder sie können durch inhomogene Spannungszustände, z. B. an Faser/Matrix-Grenzflächen entstehen. Die wichtigsten in einem Laminat auftretenden Ermüdungsschädigungen sind Faser- oder Matrixbrüche, Faser/Matrix-Grenzflächenversagen und Delaminationen. Faser- und Matrixbrüche, sowie örtlich begrenztes Grenzflächenversagen (Debonding) können bereits innerhalb der ersten Schwingspiele einer Ermüdungsbelastung entstehen und sich während der Belastungsdauer weiter ausbreiten. Großflächiges Ablösen ganzer Laminatbereiche

voneinander wird unter Delaminationen verstanden. Diese können sowohl parallel zu den Faserlagen (interlaminar), als auch senkrecht zu den Faserlagen (intralaminar) verlaufen. All diese Prozesse und Mechanismen entstehen größtenteils unabhängig voneinander. Durch die Akkumulation vieler unabhängiger Schäden innerhalb des Laminats findet während des Belastungszeitraums in vielen Fällen eine deutliche Reduzierung der Bauteilsteifigkeit statt, die bei konstruktiven Auslegungen berücksichtigt werden muß.

Aufgrund der vielfältigen Kombinationsmöglichkeiten einzelner Laminatkomponenten sind große Unterschiede im Ermüdungsverhalten vorhanden, wie sie für Glas-, Kohlenstoff- und Aramidfaserlaminat ausführlich bei Konur und Matthews beschrieben werden /102/. Diese sind abhängig vom Laminataufbau (unidirektional, Gewebe oder Gelege), von der verwendeten Verstärkungsfasern (Glas-, Aramid- oder Kohlenstofffasern) und von der Matrix (Duroplast oder Thermoplast). Sobald erste Untersuchungen des Ermüdungsverhaltens von kohlenstofffaserverstärkten Laminaten erfolgt waren, wurde deutlich, daß diese einen weitaus höheren Widerstand gegen Ermüdungsbelastung besitzen als glasfaserverstärkte. Der Grund dafür ist der geringere E-Modul der Glas- im Vergleich zu den Kohlenstofffasern. Dies führt bei Belastung zu größeren Dehnungen im Laminat und bewirkt, daß in den Zwischenfaserbereichen Matrixrisse senkrecht zur Belastungsrichtung entstehen können, die das spätere Versagen des Laminats einleiten /103/. Dharan /104/ gibt eine Ermüdungsfestigkeit von ca. 70 % bis 80 % der statischen Festigkeit des Laminats für CFK im Gegensatz zu ca. 30 % bis 40 % für GFK an.

Das Ermüdungsverhalten endlos glasfaserverstärkter Thermoplaste wurde bisher wenig untersucht. Das liegt unter anderem daran, daß dies eine relativ junge Werkstoffgruppe ist und deshalb zunächst die Lösung fertigungstechnischer Probleme dieser Verbundwerkstoffe im Vordergrund der Bemühungen stand.

Im folgenden werden die wichtigsten Einflüsse auf das Ermüdungsverhalten endlos faserverstärkter Kunststoffe vorgestellt. Es wird versucht, vor allem auf glasfaserverstärkte Laminat einzugehen. Aufgrund der weitaus intensiveren wissenschaftlichen Analyse von Ermüdungsphänomenen in CFK werden diese ebenfalls berücksichtigt. Unterschieden wird zwischen den wichtigsten Einflußmöglichkeiten auf das Ermüdungsverhalten (Faser-, Matrix-, Grenzschichteigenschaften, Verarbeitung, Umgebungseinflüsse) und dem Laminataufbau.

### **Unidirektionale Laminat**

Das Ermüdungsverhalten von FVK ist abhängig von der statischen Bruchdehnung des Laminats und der Grenzdehnung bei Dauerfestigkeit der verwendeten Matrix. Hierbei bezeichnet der Be-

griff Dauerfestigkeit das vom Werkstoff unter Ermüdungsbelastung bis zu einer bestimmten Lastwechselzahl (meist  $10^6$  Lastwechsel) ertragbare Spannungsverhältnis. Die statische Bruchdehnung des Laminats wird durch den E-Modul und die Bruchdehnung der verwendeten Verstärkungsfasern bestimmt. Mögliche Schädigungsmechanismen während Ermüdungsbelastung können in den Fasern, der Matrix und in der Faser/Matrix-Grenzfläche auftreten. Faserbrüche treten aufgrund der statistischen Festigkeitsverteilung der Fasern bereits während der ersten Lastwechsel abrupt auf und können zu einem örtlichen Grenzflächenversagen führen. Matrixrisse und Grenzflächenversagen sind fortschreitende Prozesse die ebenfalls bereits zu Beginn der Belastung auftreten können und sich über die Belastungsdauer akkumulieren. Um eine vergleichbare Beschreibung all dieser Mechanismen unabhängig vom verwendeten Fasertyp und Faservolumen zu erhalten, hat Talreja das sogenannte „fatigue-life diagram“ vorgeschlagen /105/, wie es bereits von Boller und Dharan verwendet wurde /101, 104/. Darin wird die maximale Dehnung im Laminat während des ersten Schwingspiels über die logarithmische Anzahl der Lastwechsel aufgetragen (Abb. 2.2.2-1), ähnlich dem Wöhler-Diagramm, bei dem die Ordinate die maximalen Belastungsspannungen angibt. Es ergeben sich drei charakteristische Bereiche.

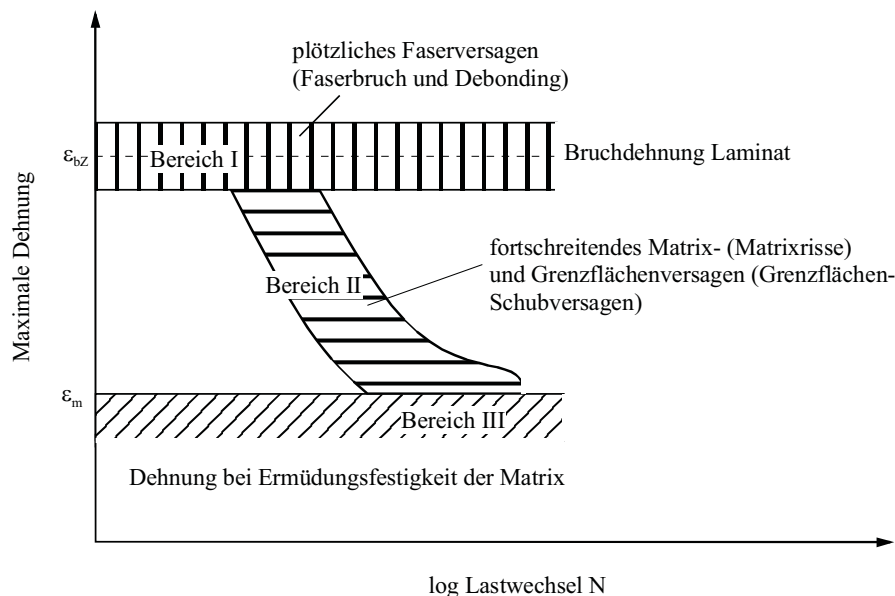


Abb. 2.2.2-1: „fatigue-life diagram“ zum Vergleich unidirektionaler Laminats mit den wichtigsten Schadensbereichen unter Zug-Schwellbelastung nach Talreja /105/

Der Bereich I liegt im Streuband der statischen Bruchdehnung  $\epsilon_{bz}$  des Laminats. Ein Ausfall tritt bereits nach wenigen Lastwechseln unter einer hohen Belastung abrupt ein. Die Schädigungsmechanismen sind vor allem Faserbruch und Debonding. Im Bereich II erfolgt bei geringeren Be-

lastungsspannungen, bzw. –dehnungen eine fortschreitende Schädigung des Laminats, die erst nach längerer Belastungszeit zum Versagen führt. Dieser Bereich ist charakterisiert durch die fortschreitende Entstehung und das Zusammenwachsen von Matrixrissen, sowie durch Grenzflächenversagen. Die untere horizontale Linie kennzeichnet die Dehnung  $\varepsilon_m$  bei Ermüdungsfestigkeit der Matrix und begrenzt den Bereich III. Bei Belastungen unterhalb dieser Grenzdehnung entstehen keine Matrixrisse bzw. kein Grenzflächenversagen und damit auch keine Schädigungen im Laminat. Dharan konnte diesen Zusammenhang beim Vergleich von unidirektional glasfaserverstärkten Epoxidharzlaminaten mit Proben der unverstärkten Matrix nachweisen /104/. Diese Grenze wird von Talreja als Ermüdungsfestigkeit nach  $N = 10^6$  Lastwechseln definiert. Demnach ist die Ermüdungsfestigkeit eines unidirektionalen, in Faserrichtung belasteten Laminats vor allem von den Matrixeigenschaften abhängig. Dies erklärt, warum glasfaserverstärkte Lamine ein schlechteres Ermüdungsverhalten unter Zugbelastung in Faserrichtung als kohlenstofffaserverstärkte Lamine aufweisen, denn durch den höheren E-Modul der Kohlenstofffasern kommt es bei Ermüdungsbelastung zu geringeren Dehnungen im Laminat bzw. in der Matrix und die Wahrscheinlichkeit von Matrixrissen sinkt. Im Fall hochsteifer Kohlenstofffasern liegt die Grenzdehnung  $\varepsilon_m$  der Matrix sogar über der Bruchdehnung der Fasern, deshalb erreicht die Ermüdungsfestigkeit des Laminats etwa 80 % bis 90 % der statischen Bruchfestigkeit /106/.

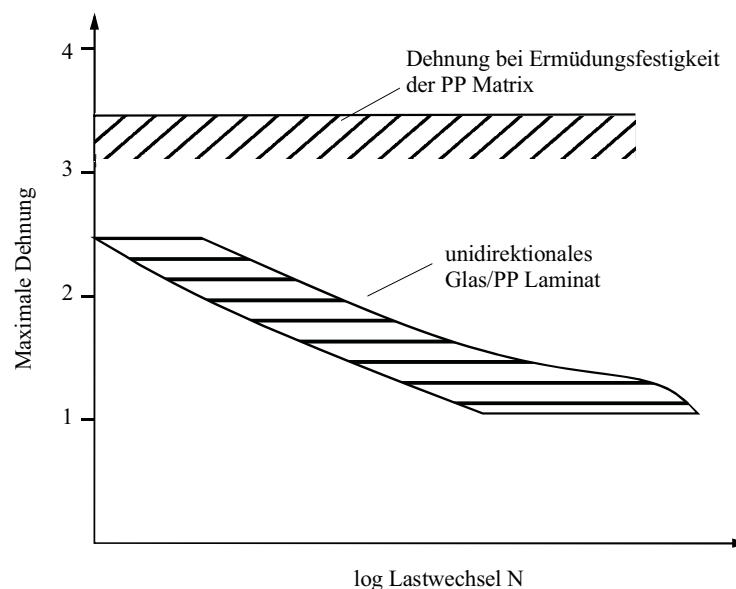


Abb. 2.2.2-2: „fatigue-life diagram“ für Glas/PP und reines PP nach Oever /18/

Oever und Peijs haben in ihren Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten von Glas/PP diesen Zusammenhang nicht feststellen können /18/. Um einen Vergleich ähnlich dem „fatigue-life diagram“ von Talreja zu erhalten, hatten sie die Ermüdungsfestigkeit der reinen Matrix ermittelt



(Abb. 2.2.2-2). Unterhalb der Dehngrenze bei Ermüdungsfestigkeit der Matrix war ein deutliches Absinken der Laminatfestigkeiten zu erkennen. Sie folgerten daraus, daß der oben genannte Zusammenhang zwischen der Ermüdungsfestigkeit der Matrix und der Ermüdungsfestigkeit der Laminatmatrix offensichtlich nicht für Glas/PP vorhanden ist. Da PP ein teilkristalliner Thermoplast ist, wird sein Ermüdungsverhalten von der Kristallinität stark beeinflusst /107/. Deswegen wurde ebenfalls ein Vergleich bzgl. der Kristallinität zwischen der unverstärkten und der Laminatmatrix durchgeführt. Da hierbei keine Unterschiede feststellbar waren, konnte eine Beeinflussung aufgrund der Kristallinität ausgeschlossen werden. Beobachtet wurden Matrixrisse, Debonding und Versagen in der Faser/Matrix Grenzschicht. Eine eindeutige Klärung für das zu Glas/ Epoxid-Laminaten unterschiedliche Ermüdungsverhalten von Glas/PP-Laminaten konnte nicht gegeben werden.

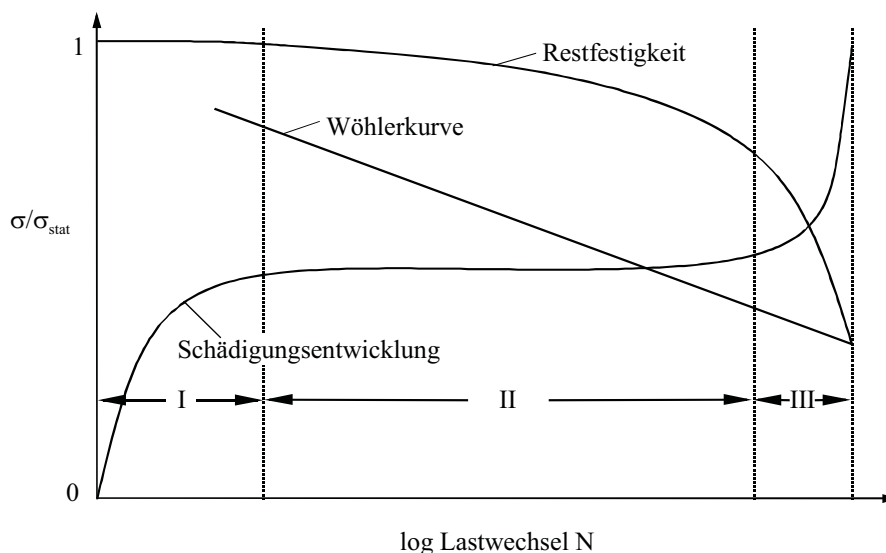


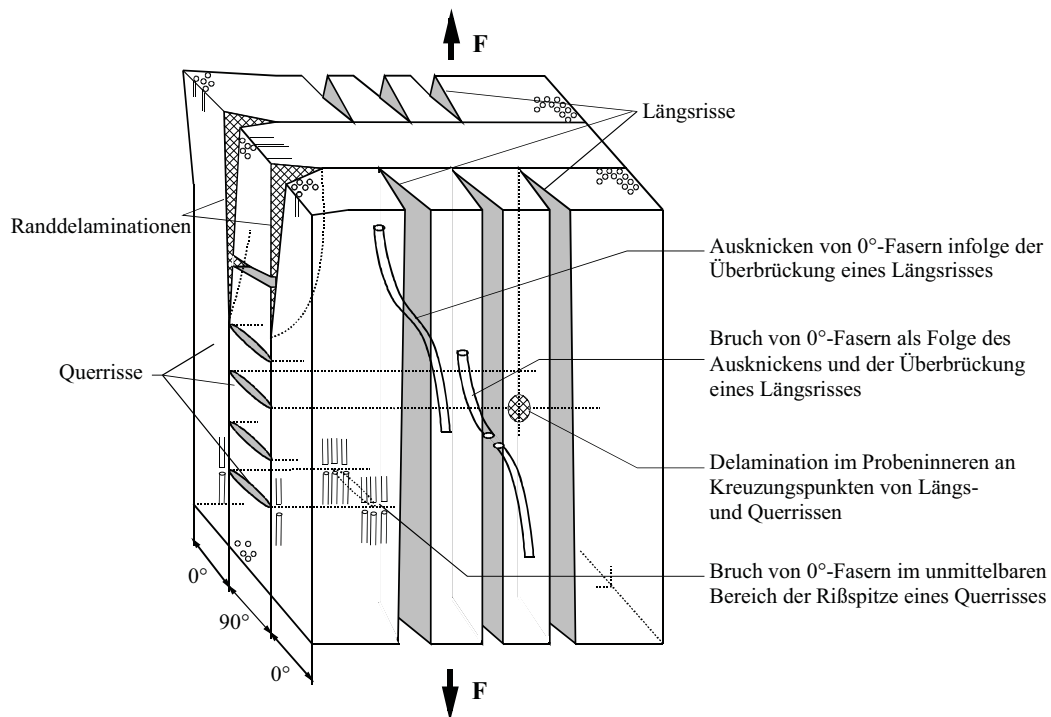
Abb. 2.2.2-3: Wöhlerkurve, Restfestigkeit und Schädigungsentwicklung während Ermüdungsbelastung in einem Kreuzlaminat für CFK /109/

### Kreuzlaminat

Die in Kreuzlaminaten auftretenden Schädigungsmechanismen sind weitaus vielfältiger als die in unidirektionalen Laminaten. Es kommt vermehrt zu Delaminationen im Probeninneren und am Probenrand, zu Querrissen in den  $90^\circ$ -Lagen und zu Längsrissen in den  $0^\circ$ -Lagen /108/. Dies bedeutet, daß die Schädigungsvorgänge während der Belastung komplexeren Zusammenhängen unterliegen. Da diese Zusammenhänge aus dem von Talreja vorgeschlagenen „fatigue-life diagram“ nicht mehr deutlich werden, wurde von Reifsnider et al. vorgeschlagen, neben einer Wöh-

lerkurve vor allem die Veränderungen der mechanischen Eigenschaften eines Laminats während der Belastung zu erfassen und darzustellen /109/.

Dies wird anhand *Abb. 2.2.2-3* verdeutlicht. Aufgetragen sind drei Kurven. Eine Wöhlerkurve, die Kurve der Restfestigkeiten, die sich aus den Bruchfestigkeiten mehrerer Proben nach einer bestimmten Lastwechselzahl ergibt, und eine Kurve die den Verlauf der Schädigungsentwicklung beschreibt. Sie stellt die fortschreitende Schädigung innerhalb eines Laminats während der Ermüdungbelastung dar. Als einfacher Nachweis für die Schädigung hat sich als mechanisch gut definierte Größe die kontinuierliche Messung der Probensteifigkeit erwiesen /110, 111/. Die Schädigung ist als Kehrwert der Steifigkeit definiert.



*Abb. 2.2.2-4:* charakteristische Schädigungsmechanismen in einem Kreuzlaminate nach Schulte /112/

*Abb. 2.2.2-3* unterscheidet drei Bereiche im Verlauf der Schädigungsentwicklung. Im Bereich I erfolgt eine Initiierung und sehr schnelle Ausbreitung erster Schäden im Laminat. Dies sind vor allem Querrisse in den  $90^\circ$ -Lagen des Laminats, die parallel zu den Fasern und senkrecht zur Belastungsrichtung verlaufen. Sie entstehen bevorzugt an den Probenrändern und breiten sich mit zunehmender Belastungsdauer ins Probeninnere aus /81/. Auf die Laminatfestigkeit haben diese ersten Schäden einen nur geringen Einfluß, wie die Restfestigkeitskurve in *Abb. 2.2.2-3* zeigt. Das Abflachen der Schädigungskurve zum Ende des Bereichs I ist gleichbedeutend mit einer Querrissättigung im Kreuzlaminate, d. h., während der weiteren Belastung entstehen fast

keine neuen Querrisse. Im Bereich II wachsen im Laminatinneren und an den Probenrändern sowohl die bereits vorhandenen Querrisse als auch neu entstandene Längsrisse, die sich an den Kreuzungspunkten von 0°- und 90°-Lagen bilden. Es kommt zu Delaminationen an diesen Kreuzungspunkten, aber auch an den Probenrändern, die sich über den Belastungszeitraum vergrößern und als vorrangige Schädigungsmechanismen im Bereich II angesehen werden können. Zum Ende der Lebensdauer einer Probe steigt die Schädigungsentwicklung im Bereich III nochmals steil an. Ursache hierfür sind Faserbrüche der in Belastungsrichtung orientierten 0°-Fasern. Dabei entstehen zwei unterschiedliche Arten von Faserbrüchen. Zum einen an den Probenrändern und im Probeninneren in der Nähe von Querrissen der 90°-Lagen. Zum anderen entlang der Längsrisse. Das Laminat versagt, sobald die verbliebenen lasttragenden Fasern in Belastungsrichtung nicht mehr in der Lage sind, die gesamten Spannungen zu übernehmen. *Abb. 2.2.2-4* zeigt schematisch die in einem Kreuzlaminat möglichen Schädigungsmechanismen /112/

### **Einfluß der Fasereigenschaften**

Bereits aus den Erläuterungen zu den Schädigungsmechanismen unter Ermüdungsbelastung von FVK geht hervor, daß sich ein höherer E-Modul der Fasern positiv auf das Ermüdungsverhalten auswirkt. Boller untersuchte diesen Einfluß für unidirektional verstärkte S- und E-Glas Lamine. Da S-Glas einen höheren E-Modul als E-Glas besitzt, wiesen die S-Glas Lamine ein besseres Ermüdungsverhalten als die E-Glas Lamine auf /101/. Zum gleichen Ergebnis gelangte Davies, der ebenfalls Kreuzlamine aus diesen beiden Glastypen verglich /113/.

Bei Kohlenstofffasern besitzen unidirektionale Lamine mit hochsteifen Fasern und einer Bruchdehnung von etwa 1.2 % hervorragende Ermüdungseigenschaften. Allerdings sind aus konstruktiven Gründen Fasern mit einer höheren Bruchdehnung wünschenswert. Baron et al. haben das Ermüdungsverhalten von Kohlenstofffasern mit identischem E-Modul, jedoch unterschiedlicher Bruchdehnung in Kreuzlaminaten untersucht (ST3-Faser: 1.8 %; HTA-Faser: 1.4 %) /86, 114, 115/. Diese wurden mit Epoxidharzsystemen ebenfalls unterschiedlicher Bruchdehnung kombiniert (Standard: 1.87 %, zähmodifiziert: 4.25 %). Dabei zeigten die Lamine mit den Fasern und dem Harz höherer Bruchdehnung das beste Ermüdungsverhalten. Der Grund hierfür liegt in der Unterdrückung der Quer- und Längsrißbildung, die zu höheren Lasten verschoben werden. Damit werden ebenfalls die Schädigungsmechanismen, die zum Ausfall führen, verzögert. Diese Ergebnisse wurden von Curtis bestätigt /116/. Obwohl die Vergleichbarkeit durch die Verwendung unterschiedlicher Harzsysteme erschwert war, zeigten die Lamine mit den Fasern höchster Bruchdehnung die besten Ermüdungseigenschaften.

Beim Vergleich zwischen Glas- und Kohlenstoffasern weisen die Glasfaserlamine einen ausgeprägteren Abfall im „fatigue-life diagram“ auf. Dharan /104/ und Jones /117/ verglichen das Ermüdungsverhalten von kohlenstoff- und glasfaserverstärkten Kreuzlaminaten. Die Glasfaserlamine zeigten einen weitaus geringeren Widerstand gegen Ermüdung, aus den bereits oben genannten Gründen.

### **Einfluß der Matrixeigenschaften**

Eine Verbesserung der Ermüdungseigenschaften von FVK wurde durch den Einsatz zähmodifizierter Epoxidharze und vor allem durch Thermoplaste als Matrixwerkstoffe erwartet. Eine entscheidende Rolle hierbei hatte die Entwicklung des Aromatic Polymer Composite (APC<sup>®</sup>) Verbundwerkstoffs von ICI, ein Laminat aus Kohlenstoffasern und Polyetheretherketon (CF/PEEK). Die hervorragenden statischen mechanischen Eigenschaften von APC ließen die Vermutung zu, daß dessen Ermüdungseigenschaften ebenfalls denen konventioneller Systeme überlegen ist. Dies hat sich jedoch nicht grundsätzlich bestätigt. Unidirektionale APC-Lamine weisen eine weitaus höheren Abfall der Ermüdungsfestigkeit im Bereich II des „fatigue-life diagrams“ auf, als konventionelle Duroplastsysteme und zeigen überraschend ein schlechteres Ermüdungsverhalten im Zeitfestigkeitsbereich und bei höheren Lasten /116/. Der Grund hierfür ist, daß es bei APC nicht zu Delaminationen kommt und dadurch eher Längsrisse entstehen, die zum Ausfall der Lamine führen. Die Unterdrückung von Delaminationen ist auf die hohe Zähigkeit der Thermoplastmatrix und daraus folgend einem höheren Widerstand gegen Ermüdungsrißausbreitung zurückzuführen /118/. Gamstedt hat nachgewiesen, daß es im Fall unidirektionaler APC-Lamine, unter Zug-Schwell Ermüdungsbelastung, nach dem Auftreten erster Faserrisse zu örtlichem Debonding zwischen der Matrix und den Fasern kommt /119/. Dies führt zu einer fortschreitenden Schädigung in der Faser/Matrix-Grenzfläche und damit zu weiteren Faserbrüchen /17/. Zu ähnlichen Ergebnissen kommt Simonds /120/, der gelochte, quasi-isotrope Laminatproben von APC mit einem konventionellem System (T300/Epoxid) unter Zug-Druck Belastung verglich. Auch hier versagten die thermoplastischen Lamine im Bereich hoher Spannungen aufgrund von Längsrisen und 0°-Faserbrüchen, während die duroplastischen Lamine innere Spannungen an Schädigungen wie Faser- oder Matrixbrüchen im Laminat durch Delaminationen teilweise umverteilen konnten. Für Kreuzlamine sind die Ermüdungseigenschaften von APC-Laminaten ebenfalls denen konventioneller Systeme unterlegen. Es zeigt sich, daß durch die Unterdrückung der Querrißbildung in den 90°-Lagen keine Schädigungen im Laminat entstehen, die eine Spannungsumlagerung begünstigen können /121/. Dadurch kommt es zu ei-

nem abrupten Ausfall ähnlich dem statischen Belastungsfall /122/. Vorteile durch zähere Thermoplastmatrizen ergeben sich erst für quasi-isotrope- oder +/- 45°-Lamine. Die hohen Schubspannungen zwischen den 45°-Lagen werden durch die Thermoplastmatrix besser auf die lasttragenden Fasern umgeleitet. Hier wirkt sich die Unterdrückung der Querrißbildung positiv auf das Ermüdungsverhalten aus /116, 121/. Dadurch kommt es zu einer deutlichen Verbesserung gegenüber konventionellen Systemen.

Oever hat in seinen Untersuchungen einen Vergleich zwischen Ermüdungskurven unterschiedlicher Glas/PP-Lamine mit aus der Literatur bekannten Glas/Epoxid-Laminen durchgeführt /18/. Die Glas/Epoxid-Lamine zeigten im Fall der Verstärkung in Lastrichtung ein deutlich besseres Ermüdungsverhalten. Für Lamine mit Faserlagen, die nicht in Belastungsrichtung liegen, war das Ermüdungsverhalten gleich.

### **Einfluß des Spannungsverhältnisses**

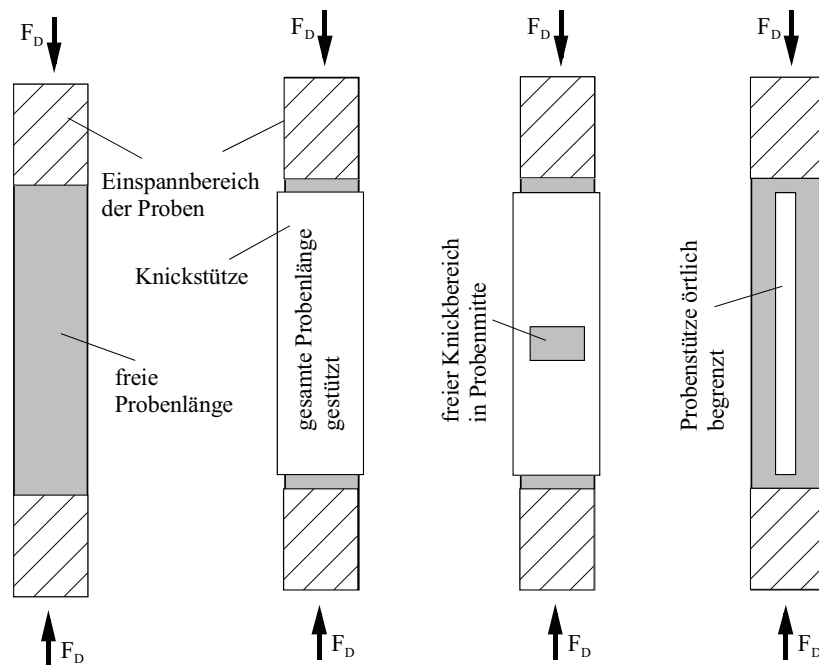
Aufgrund der anisotropen Werkstoffeigenschaften von FVK kommt es zu unterschiedlichem Verhalten unter Zug- bzw. Druckbelastung. Als problematisch erweist sich die Neigung der Lamine zum Ausknicken unter Drucklasten. Um Werkstoffkennwerte erarbeiten zu können, ist dieses Ausknicken während der Belastung zu vermeiden.

Da für Ermüdungsversuche mit Drucklasten keine genormten Prüfverfahren vorhanden sind, gibt es kaum vergleichbare Untersuchungen in der Literatur. Ermüdungsversuche mit Drucklasten wurden mit unterschiedlichen Ausführungen von Knickstützen durchgeführt /91, 123, 124/. *Abb. 2.2.2-5* zeigt schematisch die am häufigsten verwendeten Typen von Knickstützen. Der Anteil von Druck- bzw. Zuglasten wird durch das Spannungsverhältnis  $R$  definiert.  $R$  ist der Quotient aus der auf die Probe wirkenden Unter- zu Oberspannung.

FVK besitzen mit zunehmendem Spannungsverhältnis unter Zug-Schwellbelastung einen erhöhten Widerstand gegen Ermüdung. Dies zeigten die Untersuchungen von Mandell für E-Glas/Epoxid-Lamine in denen das Spannungsverhältnis von 0.1 (Zug-Zug) bis zum statischen Ermüdungsfall (Kriechen) mit einem Spannungsverhältnis von 1 gesteigert wurde /125/. Gleiches gilt für wirrmattenverstärkte Thermoplaste aus Glas/PP unter Vier-Punkt-Biegebelastung /126/.

Beheshty führte für die Validierung eines Berechnungsmodells zur Ermüdung von FVK Versuche unter verschiedenen Spannungsverhältnissen für unidirektionale CFK- und GFK-Lamine durch /127/. Dabei variierte er das Spannungsverhältnis von  $R = 10$  (Druck-Druck) bis  $R = 0.1$ .

Während für die glasfaserverstärkten Lamine nur geringe Unterschiede in der Steigung der Wöhlerkurve zwischen  $R = 0.1$  und  $R = -1$  (Zug-Druck) vorhanden waren, wiesen die kohlenstoffaserverstärkten unter  $R = -1$  einen steileren Verlauf auf. Dies ist in Übereinstimmung mit anderen Veröffentlichungen, in denen mit zunehmenden Druckanteilen der Widerstand gegen Ermüdung von CFK abnimmt /91, 128/. Die Proben versagen vornehmlich unter Druckbelastung /129/. Glasfaserverstärkte Lamine besitzen sehr gute Ermüdungseigenschaften unter Druckbelastung im Vergleich zu kohlenstoffaserverstärkten /87/. Dies ist u. a. auf die isotropen Werkstoffeigenschaften der Glasfasern im Gegensatz zu den Kohlenstoffasern zurückzuführen. *Abb. 2.2.2-6* verdeutlicht qualitativ den Einfluß des Spannungsverhältnis für GFK und CFK.



*Abb. 2.2.2-5:* Varianten der Knickstützen zur Durchführung druckanteiliger Ermüdungsversuche

### Einfluß durch Verarbeitung, Feuchte und Temperatur

Um das Ermüdungsverhalten von FVK vorhersagen zu können, müssen neben den Grundlagenuntersuchungen im Labor ( $23^{\circ}\text{C}$ , 50 % r. L.) auch Versuche unter möglichst einsatznahen Bedingungen durchgeführt werden. Die wichtigsten, das Ermüdungsverhalten beeinflussenden Faktoren sind Verarbeitung, Feuchte und Temperatur. Feuchte oder Temperatur wiederum können während oder vor der Belastung auftreten und das mechanische Ermüdungsverhalten der Lami-

nate verändern. In den meisten Versuchen wird nur ein Einflußfaktor variiert, um so die Mechanismen besser erfassen und analysieren zu können. Allerdings beeinflussen sich z. B. Feuchte und Temperatur gegenseitig, so daß in einer wirklichkeitsnahen Untersuchung beide Einflußfaktoren berücksichtigt werden müßten. Derartige Untersuchungen gibt es bislang fast ausschließlich in der Luft- und Raumfahrttechnik und sind mit entsprechendem Aufwand und komplizierter Interpretation der Ergebnisse verbunden /130-132/.

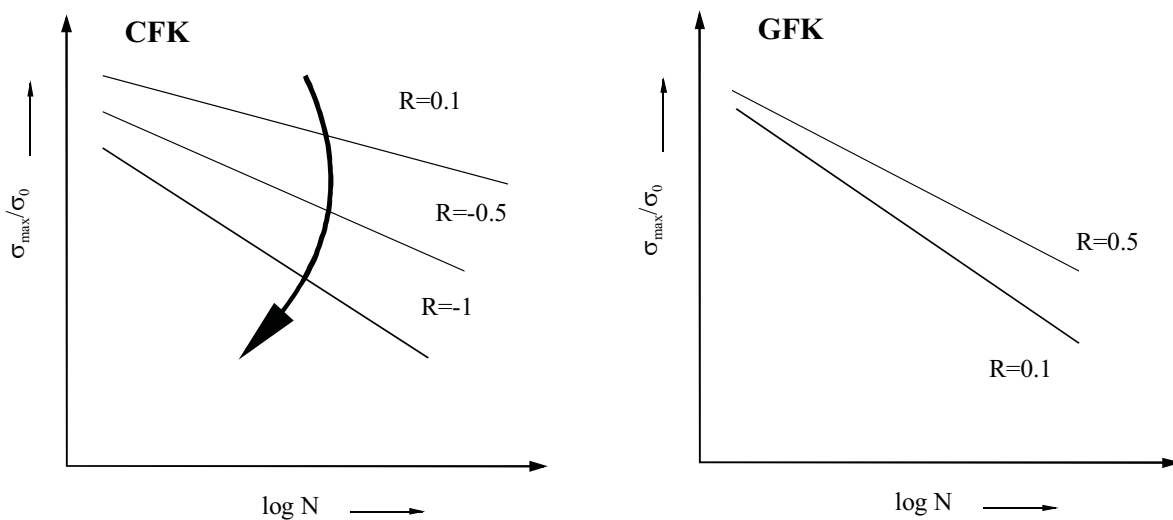


Abb. 2.2.2-6: Einfluß des Spannungsverhältnisses auf das Ermüdungsverhalten; links: CFK nach Schulte /67/; rechts: GFK nach Beheshty /127/

Der Einfluß der Verarbeitung auf die Ermüdungseigenschaften ist für kommerzielle duroplastische Faserverbundstrukturen relativ gering. Die Erfahrung der Hersteller erlaubt es, optimale Verarbeitungsparameter sehr genau anzugeben. Ein die mechanischen Eigenschaften deutlich beeinflussendes Nachvernetzen der Matrix kann gezielt vermieden werden. Anders bei teilkristallinen thermoplastischen Faserverbundstrukturen. Die kristalline Morphologie der Thermoplaste kann durch Verarbeitungsparameter, wie Abkühlgeschwindigkeit oder anschließende Temperung, in einem weiten Bereich beeinflusst werden. Daß die unterschiedliche Morphologie der Matrix auch einen Einfluß auf das Ermüdungsverhalten der Lamine haben muß, ist zu erwarten. Allerdings sind dem Verfasser keine Veröffentlichungen bekannt, die diese Fragestellung untersuchen. Curtis beschreibt den Einfluß der Abkühlgeschwindigkeit auf das Zug-Schwellverhalten von  $\pm 45^\circ$ -Laminaten aus APC /116/. Die Abkühlraten betragen  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  bzw.  $3^\circ\text{C}/\text{min}$ . Die Lamine mit höherer Abkühlrate besaßen deutlich bessere Ermüdungseigenschaften als die mit geringerer Abkühlrate. Auffallend war, daß die Lamine mit höherer Ab-

kühlrate kaum Delaminationen aufwiesen und dafür deutlich mehr translaminare Risse hatten. Curtis führte das auf die durch die unterschiedlichen Kühlraten veränderte Morphologie der Matrix zurück, untersuchte diese jedoch nicht genauer.

Weitaus häufiger wurde der Einfluß der Feuchte auf das Ermüdungsverhalten analysiert. Selzer untersuchte den Einfluß von Feuchte auf das Zug-Schwellverhalten unidirektional kohlenstoffaserverstärkter Epoxid- und PEEK-Lamine /133/. Die Proben wurden bis zur Sättigung in destilliertem Wasser gelagert. Dabei zeigten die gesättigten Epoxid-Lamine ein ausgeprägteres Grenzflächenversagen und ein schlechteres Ermüdungsverhalten als die trockenen Lamine. Die Eigenschaften der PEEK-Lamine wurden durch die Feuchte nicht beeinflusst. Zu gleichen Ergebnissen kommen Jones /117/ und Dickson /121/. Sie untersuchten zusätzlich glasfaserverstärkte Lamine und konditionierten diese unter 65 % r. L. für drei Monate und in kochendem Wasser für drei Wochen. Die luftfeuchte Konditionierung zeigte keinen Einfluß auf die Ermüdungseigenschaften, wohingegen das kochende Wasser die Glasfasern schädigte und damit eine Verringerung der Ermüdungsfestigkeit bewirkte. Intensive Untersuchungen über den Einfluß unterschiedlicher Feuchtebedingungen auf das Ermüdungsverhalten S-Glas verstärkter Epoxid-Lamine wurden von Chateauminois durchgeführt /134, 135/. Eine deutliche Verschlechterung der Eigenschaften wurde vor allem durch Feuchtelagerung bei höheren Temperaturen beobachtet. Der Grund hierfür ist die Spannungsrißkorrosionsanfälligkeit der Glasfasern bei höheren Temperaturen und die zusätzliche Schädigung der Grenzflächenfestigkeit. Für spritzgußfähiges langglasfaserverstärktes PP untersuchte Tokaji den Einfluß der Feuchtelagerung in destilliertem Wasser bei 80°C und bei Raumtemperatur für jeweils 6666 Stunden /136/. Es wurde angenommen, daß das Wasser überwiegend über die Faser/Matrix-Grenzfläche in das Laminat eindrang. Die Ermüdungseigenschaften verschlechterten sich aufgrund der dadurch verminderten Grenzflächenfestigkeit. Die Schädigungsmechanismen wechselten von Faserbruch für trockene Proben zu Faserauszug für feuchtkonditionierte Proben.

Den Einfluß einer an die Verarbeitung anschließenden Temperaturlagerung untersuchte Buggy für APC 2-Lamine unter Dreipunkt-Biege Ermüdungsbelastung /137/. Dabei wurden die Proben bei unterschiedlichen Temperaturen zwischen der Glasübergangstemperatur und der Schmelztemperatur der PEEK Matrix gelagert. Dies bewirkte bei langen Lagerzeiten eine Verschlechterung der Ermüdungseigenschaften, was Buggy auf eine Matrixdegradation zurückführte aber nicht eindeutig nachweisen konnte. Es waren vermehrt Delaminationen und in den Bruchflächen nur gering duktil verformte Matrixbereiche vorhanden. Eine kurzzeitige Lagerung hatte jedoch eine Verbesserung der Ermüdungseigenschaften zur Folge. Diese wurde einer kristallinen



Homogenisierung der morphologischen Struktur unter Kurzzeitlagerung zugeschrieben. Ein thermischer Wechselzyklus zwischen Raumtemperatur und 250°C zeigte ähnliche Ergebnisse.

Den Einfluß hoher Prüftemperaturen während der Belastung untersuchten Miyamo /138/ und Richardson /139/ für CFK/Epoxid- und Glas/Phenol-Lamine. In beiden Fällen trat eine deutliche Verschlechterung der Ermüdungseigenschaften mit hohen Temperaturen ein, insbesondere wenn die Belastungstemperaturen oberhalb der Glasübergangstemperatur lagen. Pannkoke untersuchte den Einfluß kryogener Temperaturen auf unidirektional kohlenstoffaserverstärkte Epoxid- und PEEK-Lamine /140/. Die PEEK-Lamine wiesen schlechtere Ermüdungseigenschaften auf. Solange die Belastungen in Faserrichtung verliefen, war keine Beeinträchtigung der Ermüdungseigenschaften bei tiefen Prüftemperaturen vorhanden.

## 3 Experimentelle Arbeit

### 3.1 Untersuchte Werkstoffe

Das Angebot an kontinuierlich glasfaserverstärkten Thermoplasten hat in den letzten Jahren stark zugenommen /141, 142/. Es werden Halbzeuge in unterschiedlichen Formen angeboten. Zwei wichtige Halbzeugsysteme sind: a) die sogenannten Prepregs, bei denen die Fasern bereits mit der Matrix imprägniert sind und b) die technischen Textilien, bei denen sowohl Verstärkungsfasern, als auch Matrix als Filamente vorliegen, mit denen über textile Verarbeitungsmethoden flächige Halbzeuge hergestellt werden können.

#### Zusammensetzung

Es werden zwei unterschiedliche, endlos glasfaserverstärkte Thermoplasthalbzeuge für die Untersuchungen verwendet. Diese sind ein Prepreg der Firma Borealis (Norwegen) mit der Handelsbezeichnung Plytron<sup>®</sup> und ein technisches Textil der Firma Vetrotex (Frankreich) mit der Bezeichnung Twintex<sup>®</sup>. Die Matrix ist in beiden Systemen ein isotaktisches Polypropylen (iPP) und die Verstärkungsfaser eine kommerziell erhältliche E-Glasfaser. Die Kenndaten der jeweiligen Einzelkomponenten sind *Tabelle 3.1-1* zu entnehmen.

*Tabelle 3.1-1* Werkstoffkennwerte

	Zugfestigkeit [MPa]	Zugdehnung [%]	E-Modul [GPa]	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Faserdurch- messer [μm]	Längenausdehnungskoeffizient [10 <sup>-6</sup> /K]
<b>Plytron<sup>®</sup></b>						
PP <sup>1</sup>	34.7	7.4	1.5	0.90	-	150
E-Glas <sup>1</sup>	3400	4.5	73	2.6	17	5.4 <sup>2</sup>
<b>Twintex<sup>®</sup></b>						
PP <sup>1</sup>	37	8.6	1.9	0.90	-	150
E-Glas <sup>1</sup>	3400	4.5	75	2.6	18.5	5.4 <sup>2</sup>

<sup>1</sup>: Angaben der Hersteller Borealis bzw. Vetrotex

<sup>2</sup>: /35/

#### Verarbeitung und Laminataufbau

##### Plytron<sup>®</sup>

Die Verarbeitung der Halbzeuge zu Prüfplatten fand bei den Herstellerfirmen statt. Je nach System wurden unterschiedliche Fertigungsverfahren angewendet. Die Prepregs von Plytron<sup>®</sup> besaßen eine Dicke von etwa 0.20 mm. Zur Weiterverarbeitung der Prepregs zu Prüfplatten wurden Zuschnitte der gewünschten Abmessung und Lagenzahl in eine metallische Form abgelegt und

mit einer temperaturbeständigen Vakuumfolie luftdicht abgeschlossen. Die Konsolidierung der Prüfplatten erfolgte im Vakuum in einem Autoklaven mit einem definierten Temperatur-Druck-Zeitprogramm (Abb. 3.1-1). Der Verarbeitungszyklus untergliederte sich in drei Segmente. Zunächst wurden die Zuschnitte in einem auf 240°C vorgeheizten Autoklaven im Vakuum bei 12 bar Druck über 30 Minuten konsolidiert. Anschließend wurde das Laminat ohne Druck, aber weiterhin im Vakuum innerhalb von 10 Minuten auf 110°C abgekühlt. Dies entsprach einer Kühlrate von 13°C/Minute. Im letzten Segment wurde das Laminat auf Raumtemperatur mit einer Kühlrate von 10°C/Minute ohne Vakuum abgekühlt.

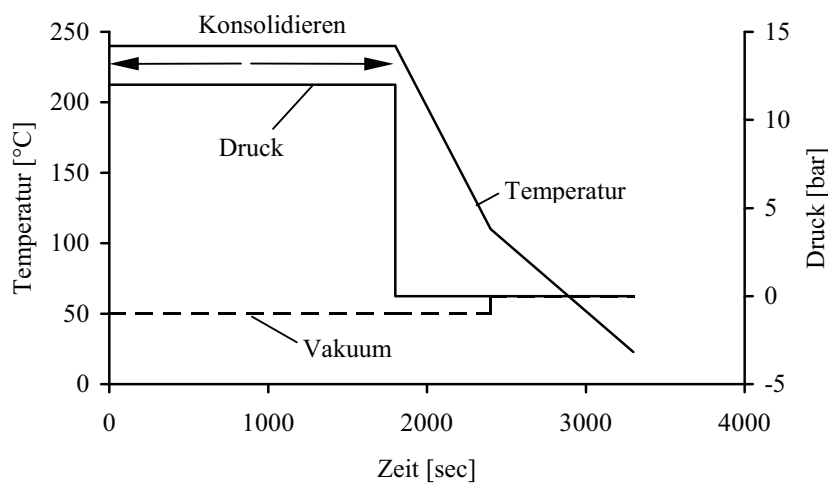


Abb. 3.1-1: Plytron® Fertigungszyklen

### Twintex®

Im Gegensatz zu Plytron® fand bei Twintex® die Imprägnierung der Fasern mit der Matrix und die Konsolidierung des Laminats zu Prüfplatten in zwei unmittelbar aufeinander folgenden Arbeitsschritten statt. Dazu wurden zwei beheizbare Pressen verwendet. Die erste Presse heizte die zugeschnittenen textilen Laminatlagen, die eine Dicke von etwa 0,3 mm besaßen, bei einem geringen Druck von 4 bar über die Matrixschmelztemperatur von ca. 160°C auf 220°C für 3 Minuten auf und bewirkte damit eine Imprägnierung der Fasern mit der Matrix. Die zweite Presse konsolidierte daraufhin das Laminat in einem kalten Werkzeug (30°C) für 3 Minuten bei 10 bar zu den Prüfplatten. Der Transport zwischen beiden Pressen benötigte weniger als 5 Sekunden und verhinderte damit eine zu große Abkühlung des Laminats. Abb. 3.1-2 zeigt den Temperatur-Druck- Zeitverlauf dieser Laminatfertigung. Die Höhe der Kühlrate betrug ca. 66°C/min.

Zur textilen Verarbeitung von Twintex<sup>®</sup> zu flächigen Halbzeugen wurden PET-Bindefäden verwendet. Diese schmolzen während der Verarbeitung nicht auf, da die maximale Verarbeitungstemperatur von 220°C unterhalb der Schmelztemperatur der PET-Fasern (ca. 250°C) lag. Um den Einfluß der Bindefäden auf die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Lamine analysieren zu können, wurde zusätzlich eine Prüfplatte unter identischen Verarbeitungsbedingungen ohne PET-Bindefäden gefertigt.

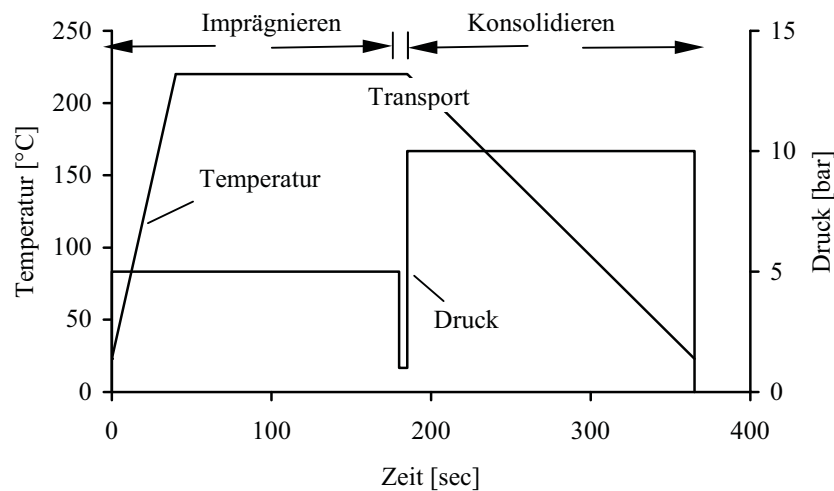


Abb. 3.1-2: Twintex<sup>®</sup> Fertigungszyklen

### Laminataufbau

Die Abmessungen der Prüfplatten betragen 250 x 250 mm<sup>2</sup> mit einer Dicke von etwa 2 mm bzw. 3 mm. Dabei wurden von Plytron<sup>®</sup> sowohl unidirektionale (UD) als auch Kreuzlamine (KL) hergestellt. Von Twintex<sup>®</sup> wurden ausnahmslos UD Lamine gefertigt. Der genaue Lagenaufbau, der Faservolumengehalt sowie die zugehörige Geometrie der einzelnen Prüfplatten sind *Tabelle 3.1-2* zu entnehmen.

*Tabelle 3.1-2:* Laminataufbau und Faservolumengehalt der Prüfplatten

Laminat	Faservolumen [%]	Lagenaufbau	Probendicke [mm]	Herstellungsverfahren
Plytron <sup>®</sup>	35	[0] <sub>10</sub>	2	Autoklav
Plytron <sup>®</sup>	35	[0] <sub>14</sub>	3	Autoklav
Plytron <sup>®</sup>	34	[0, 90, 0, 90, 0] <sub>s</sub>	2	Autoklav
Plytron <sup>®</sup>	34	[0, 90, 0, 90, 0, 90, 0] <sub>s</sub>	3	Autoklav
Twintex <sup>®</sup>	45	[0] <sub>6</sub>	2	Presse
Twintex <sup>®</sup>	45	[0] <sub>10</sub>	3	Presse

### Bestimmung des Faservolumens

Die Bestimmung des Faservolumenanteils  $v_F$  der unterschiedlichen Lamine erfolgte nach ASTM D792-86. Dabei wurden etwa 10 mm x 10 mm x 3 mm große Stücke aus den Laminatplatten gesägt und bei 500°C über 4 Stunden in einem Muffelofen verascht. Der Fasergewichtsanteil  $\psi_F$  errechnet sich aus dem Anfangsgewicht der Proben  $m_L$  und dem nach dem Veraschen wägbaren Fasergewicht  $m_F$ .

$$\psi_F = \frac{m_F * 100}{m_L} \quad (3.1.1)$$

Die Dichte der Glasfasern  $\rho_F$  wurde mit Hilfe des Auftriebverfahrens ermittelt. Dabei wurden die nach der Veraschung freigelegten Glasfasern in einer Flüssigkeit bekannter Dichte  $\rho_W$ , hier destilliertes Wasser, gewogen und ihr Gewicht  $m_{F'}$  ermittelt.

$$\rho_F = \frac{m_F * \rho_W}{m_F - m_{F'}} \quad (3.1.2)$$

In entsprechender Weise wurde die Dichte der Matrix  $\rho_M$  bestimmt. Der Faservolumenanteil  $v_F$  errechnet sich dann nach Gleichung 3.1.3:

$$v_F = \frac{1}{1 + \frac{1 - \psi_F * \rho_F}{\psi_F * \rho_M}} \quad (3.1.3)$$

### 3.2 Alterungsbedingungen

Ein Ziel dieser Untersuchung war es, die Einflüsse unterschiedlicher Konditionierungen, bzw. Alterungen auf das mechanische Verhalten endlos glasfaserverstärkter Thermoplaste zu ermitteln. Dabei sind bei Berücksichtigung der Anforderungen im Fahrzeugbau zwei Konditionierungen von besonderer Bedeutung für Kunststoffe. Zum einen eine kombinierte Alterung des Werkstoffs durch klimatische Wechselwirkungen von Temperatur und Luftfeuchte, wie sie vor allem

für ungeschützte Bauteile im Motorraum eines Kraftfahrzeugs auftreten. Zum anderen eine rein thermische Alterung des Materials, wie sie am Fahrzeug aufgrund Erwärmung durch Sonneneinstrahlung oder durch Wärmeabstrahlung des Motors vorkommt. Im folgenden werden diese zwei Konditionierungen als Alterung I und Alterung II bezeichnet. Beide Konditionierungen dienen einer beschleunigten Alterung der Lamine und sollen dazu beitragen, Aussagen über deren Langzeitverhalten treffen zu können. Es ist darauf hinzuweisen, daß mit diesen Alterungen nur Anhaltswerte ermittelt werden, die keine allgemein gültige mathematische Bestimmung von Alterungsfunktionen zulassen.

### Alterung I (Klimawechsellagerung)

Die Klimawechsellagerung der Lamine, d. h. die Alterung durch kombinierte Belastung der Prüfplatten mit Temperatur und Luftfeuchte, erfolgte in einem Klimaschrank der Firma Weiss (SBR 180; Temperaturbereich:  $-80^{\circ}\text{C}$  -  $160^{\circ}\text{C}$ , 5 % r. L. – 95 % r. L., Temperaturgenauigkeit  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ , Feuchtekonstanz:  $\pm 2$  % r. L.) über 125 Tage. Die Prüfplatten wurden einem Klimawechselzyklus mit 100 Wiederholungen ausgesetzt. Alle 25 Wiederholungen erfolgte eine thermische Alterung im Umluftofen bei  $90^{\circ}\text{C}$  über 600 Stunden. Eine komplette Alterung setzte sich zusammen aus den Klimawechsellagerungen I, II, III, IV und den Wärmelagerungen I, II und III (Abb. 3.2-2). Jeder einzelne Klimawechselzyklus bestand aus 8 Stufen mit Feuchte- und Temperaturänderungen (Tabelle 3.2-1 und Abb. 3.2-1).

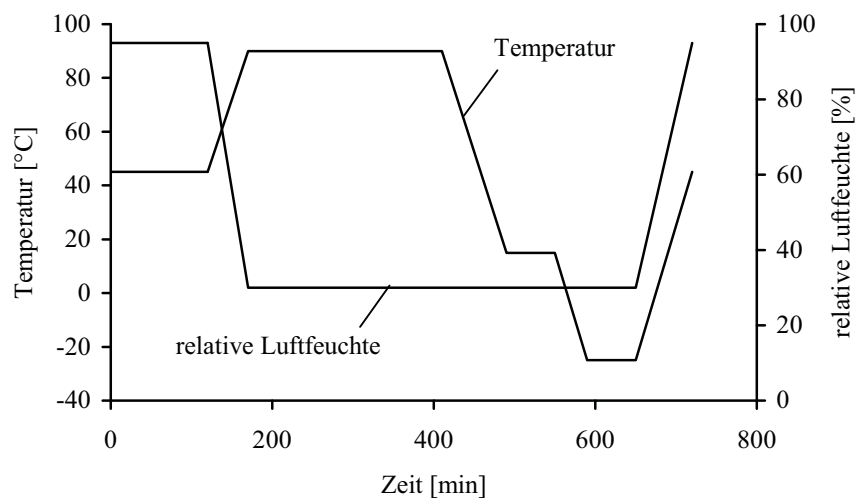


Abb. 3.2-1: Ablaufdiagramm eines Klimawechselzyklus

Es erfolgte eine Lagerung der Prüfplatten anstatt der bereits zugeschnittenen Probekörper, da ein Einfluß von Feuchte bei FVK vor allem durch die geschnittenen, unversiegelten Ränder stattfindet und deshalb das Verhältnis von Probenkanten zu Probenoberfläche die Feuchteaufnahme des Laminats erheblich beeinflussen kann. Ein reales Bauteil besitzt in der Regel jedoch ein geringes Verhältnis von freien Probenkanten zu Probenoberfläche. Der Temperatureinfluß auf die Laminats ist nahezu unabhängig von den Probenkanten, sondern hängt in weitaus größerem Maße von den Temperaturexpansionskoeffizienten der Matrix und der Fasern ab.

Tabelle 3.2-1: Stufen eines Klimawechselzyklus, siehe auch Abb. 3.2.1; (trocken = 30 % r. L.)

Stufe	Programm	Dauer [Minuten]
1	45°C/95 % r. L.	120
2	Aufheizen auf 90°C/trocken	50
3	90°C/trocken	240
4	Abkühlen auf 15°C/trocken	80
5	15°C/trocken	60
6	Abkühlen auf -25°C/trocken	40
7	-25°C/trocken	60
8	Aufheizen auf 45°C/95 % r. L.	70

### Alterung II (thermische Lagerung)

Die zweite Konditionierung der Proben war eine rein thermische Lagerung bei 90°C in einem Umluftofen der Firma Heraeus (Temperaturkonstanz:  $\pm 1^\circ\text{C}$ ). Es wurden die bereits auf ihr späteres Probenmaß zugeschnittenen Probekörper im Ofen gelagert. Die Gesamtdauer der thermischen Lagerung betrug 100 Tage. Abb. 3.2-2 gibt einen zeitlichen Überblick über die Konditionierungen der Proben.

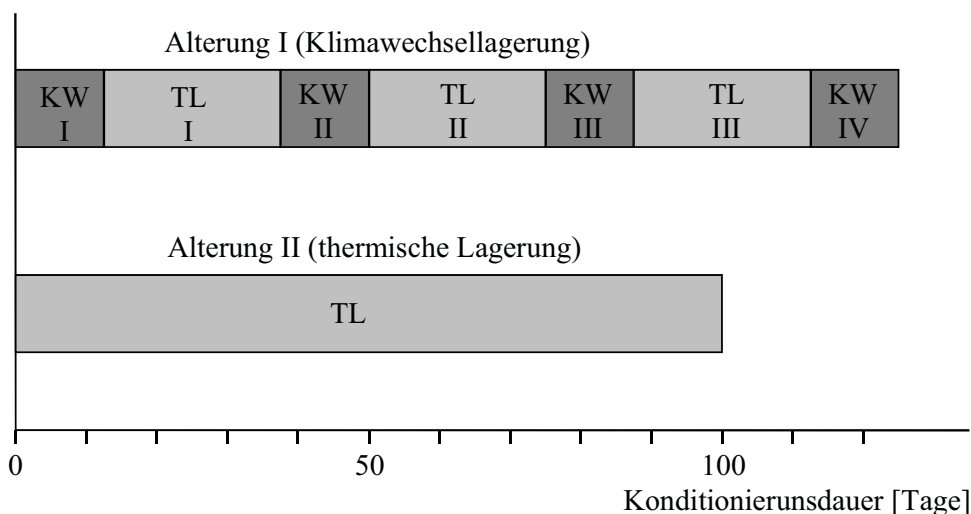


Abb. 3.2-2: Zeitliche Abfolge der Alterungen; KW=Klimawechsel, TL = thermische Lagerung

### Wasseraufnahmeverhalten

Das Wasseraufnahmeverhalten der Lamine wurde nach DIN 53495 analysiert. Die Proben im Anlieferungszustand wurden über 180 Stunden in einem Wärmeschrank bei 50°C getrocknet und anschließend in einem Exsikator auf Raumtemperatur abgekühlt. Sobald die Proben Raumtemperatur erreicht hatten, wurden sie mit einer Waage (Sartorius 1615 MP) auf  $\pm 1$  mg genau gewogen ( $m_T$ ). Danach wurden die Proben bei Raumtemperatur, bzw. bei 50°C in destilliertem Wasser gelagert, periodisch herausgenommen, abgetrocknet und gewogen ( $m_W$ ). Die Wasseraufnahme  $W_W$  wird nach Gleichung 3.2.1 berechnet und aus dem Mittelwert dreier gelagerter Proben gebildet.

$$W_W = \frac{(m_W - m_T) * 100}{m_T} \quad (3.2.1)$$

Bei der Bestimmung der Feuchtigkeitsaufnahme der Lamine im Klimawechselzyklus wurden die Proben nach jedem Abschnitt der Alterung (*Abb. 3.2-2*), d. h. nach Klimawechsel I, thermischer Lagerung I usw., gewogen und die Gewichtsveränderung gegenüber dem Anfangszustand bestimmt.

### 3.3 Versuchseinrichtungen, -durchführung und Auswertung

Um den Einfluß der Konditionierungen auf das Verhalten der untersuchten Lamine bestimmen zu können, wurden mehrere unterschiedliche mechanische Prüfungen durchgeführt. Dabei wurden die wichtigsten, in einem belasteten Bauteil auftretenden Spannungszustände beachtet. Die in dieser Arbeit verwendeten Versuche waren der Zug-, der Biege- und der Druckversuch unter quasistatischen Belastungsbedingungen. Zusätzlich wurden die Einflüsse auf das zyklische Ermüdungsverhalten unter Zug-Schwell- ( $R = 0.1$ ) und Zug-Druck-Wechselbelastung ( $R = -1$ ) analysiert. Wenn möglich, wurden geltende Normen bei der Versuchsdurchführung eingehalten. Alle Versuche, bis auf die Temperaturversuche, wurden unter Normklima (23°C, 50 % r. L.) durchgeführt.



### 3.3.1 Zugversuche

Die Zugversuche wurden an einer rechnergesteuerten Universalprüfmaschine der Fa. Zwick (1485, 100 kN) in Anlehnung an DIN EN ISO 527 durchgeführt. Die Beanspruchungsgeschwindigkeit betrug 2 mm/min, die freie Meßlänge der Probekörper 150 mm. Gemessen wurden die Bruchspannung  $\sigma_{bzi}$  und die Bruchdehnung  $\varepsilon_{bzi}$  (Abb. 3.3.1-1). Der Index i steht für 0° bzw. 90° und gibt die Lage der Fasern bzgl. der Belastungsrichtung an. Der Elastizitätsmodul  $E_{zi}$  wurde als Sekantenmodul zwischen 0.05 % und 0.25 % Dehnung berechnet. Beim Zugversuch der Kreuzlamine wurden zwei weitere Kennwerte, die Kniespannung  $\sigma_K$  und die Kniedehnung  $\varepsilon_K$ , aus den Mittelwertskurven durch Projektion des Tangentschnittpunktes auf das Spannungs-Dehnungs-Diagramm ermittelt.

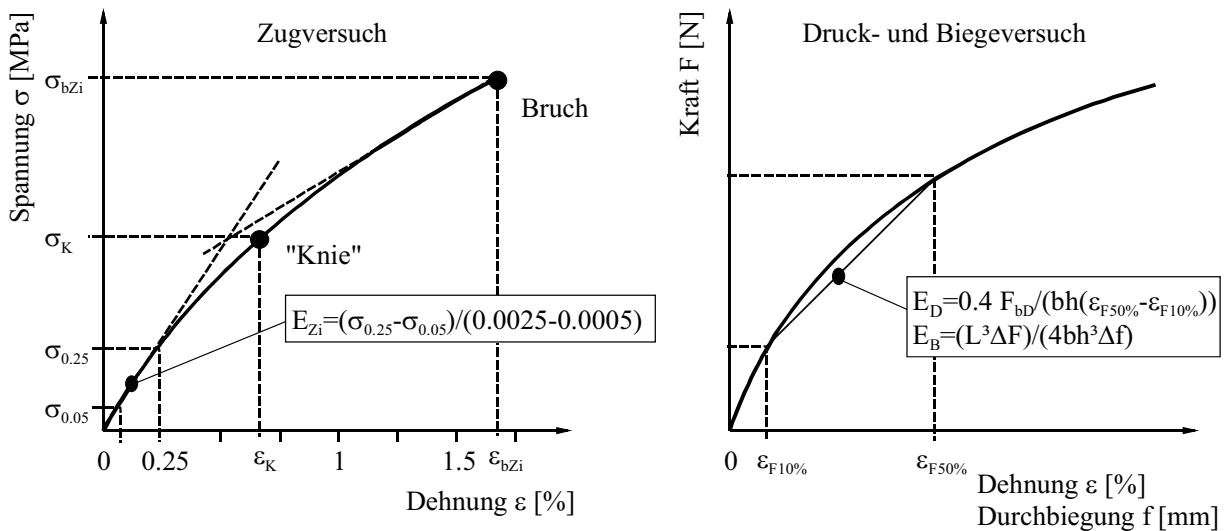


Abb. 3.3.1-1: Kennwerte aus dem Zug-, Druck- und Biegeversuch

### 3.3.2 Druckversuche

Die Druckversuche wurden ebenfalls an einer rechnergesteuerten Universalprüfmaschine der Fa. Zwick (1485, 100 kN) in Anlehnung an DIN 65380 durchgeführt. Die Belastungsgeschwindigkeit betrug 1 mm/min. Die Ermittlung der Kennwerte  $\sigma_{bD}$  und  $\varepsilon_{bD}$  erfolgte analog denen der Zugversuche. Der Druck-Elastizitätsmodul  $E_D$  wurde als Sekantenmodul zwischen 10 % und 50 % der Bruchkraft  $F_{bD}$  ermittelt (Abb. 3.3.1-1). Für die Prüfung der Druckeigenschaften von FVK existieren mehrere Normen. Die am häufigsten verwendeten Prüfungen sind der sogenannte Celanese-Test nach ASTM D3410 und die IITRI-Testmethode /94/. Beiden Methoden ist

gleich, daß die Proben über den größten Teil ihrer Länge abgestützt werden und nur in der Probenmitte ein definierter Bereich ein Ausknicken unter Belastung erlaubt. Diese sehr komplexen Prüfvorrichtungen eignen sich jedoch nicht für die Durchführung von Ermüdungsversuchen. Deshalb wurde in dieser Arbeit für die Druckversuche eine Knickstütze nach Schulte /91/ verwendet. Diese erlaubte der Probe über eine Länge von 12.5 mm mittig zu versagen und konnte sowohl für quasistatische, als auch für Ermüdungsversuche eingesetzt werden, so daß eine Vergleichbarkeit der Spannungszustände zwischen statischer und zyklischer Belastung gegeben war. Die mit dieser Prüfvorrichtung erzielten Ergebnisse an CFK sind mit denen der beiden oben genannten Prüfmethode vergleichbar /91/. In *Abb. 3.3.2-1* ist eine Prinzipskizze der verwendeten Knickstütze gezeigt. Durch ein auf der Probe befestigtes Extensometer mit einem Meßbereich von 45 mm wurden online die Dehnungen während der Belastung gemessen. Die Probenaufflächen in der Knickstütze wurden mit einer Teflonfolie beklebt, um so mögliche Einflüsse durch Reibung zu minimieren.

### 3.3.3 Biegeversuche

Die Bestimmung der Biegekennwerte erfolgte an einer rechnergesteuerten Universalprüfmaschine der Fa. Zwick (1445, 10 kN) in Anlehnung an DIN 29971 mit einer Belastungsgeschwindigkeit von 6 mm/min. Der Radius des Druckstempels betrug 10 mm, der der Auflager 5 mm. Der Auflagerabstand  $L$  war 120 mm, was einem Verhältnis von Auflagerabstand-zu-Probendicke ( $L/h$ ) von 40 entsprach. Damit war gewährleistet, daß die das Ergebnis beeinflussenden Schubspannungen minimiert wurden. Die aus dem Biegeversuch erhaltenen Kennwerte sind die Biegebruchspannung  $\sigma_{bB}$  und der Elastizitätsmodul  $E_B$ , der wie bei den Druckversuchen als Sekantenmodul berechnet wird (*Abb. 3.3.1-1*).

$$\sigma_{bB} = \frac{M_{\max}}{W} = \frac{3F_{\max}L}{2bh^2} \quad (3.3.1)$$

Die mit Gleichung 3.3.1 berechnete Biegespannung entspricht der Randfaserspannung an der Probenoberfläche, vorausgesetzt die neutrale Faser befindet sich in der Mitte des Probenquerschnitts. Die Randfaserbruchdehnung  $\epsilon_{bB}$  einer auf Biegung beanspruchten Probe bei einer Durchbiegung  $f_b$  im Augenblick des Versagens errechnet sich zu /143/:

$$\varepsilon_{bB} = \frac{600hf_b}{L^2} \quad (3.3.2)$$

Es ist zu beachten, daß aufgrund der in Gleichung 3.3.2 einfließenden Ungenauigkeiten, wie Nachgiebigkeiten der Prüfmaschine und Verschiebung der neutralen Faser im Biegebalken, eine höhere Bruchdehnung errechnet wird, als dies in Wahrheit der Fall ist.

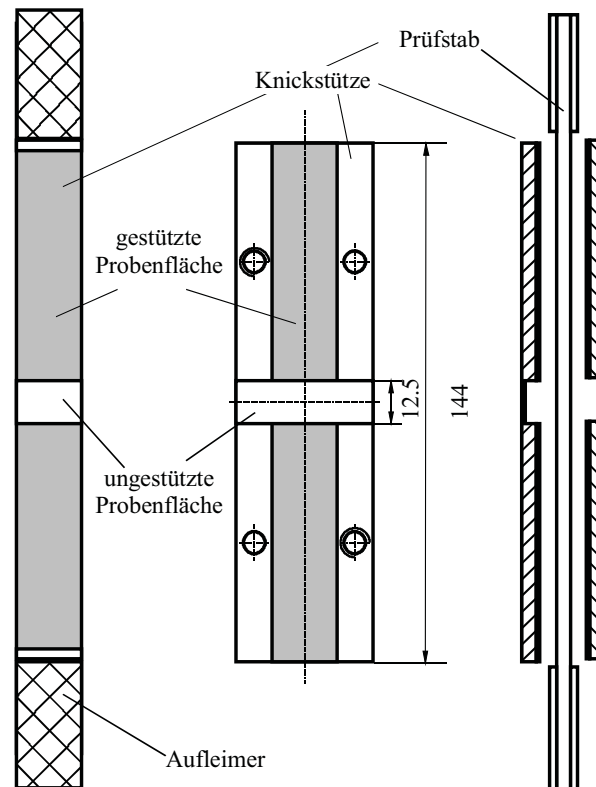


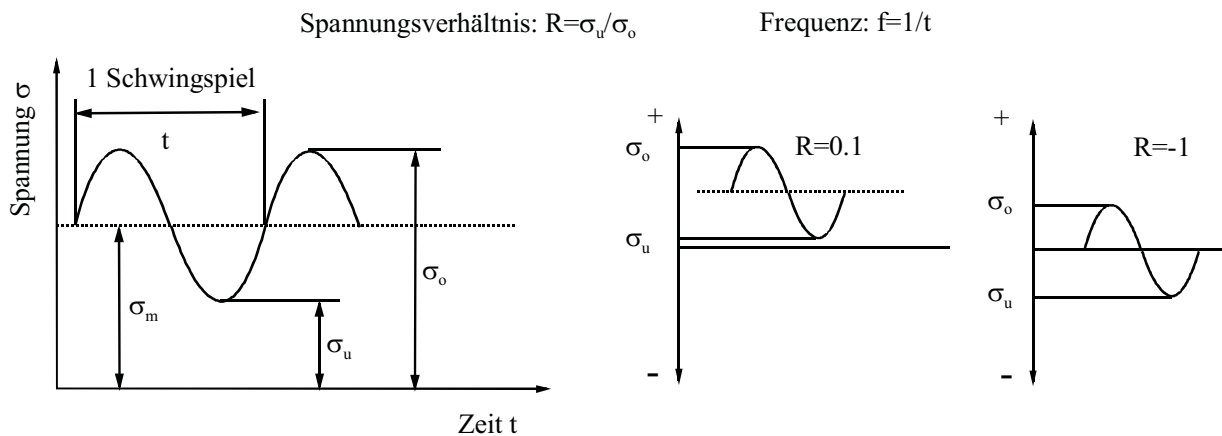
Abb. 3.3.2-1: Knickstütze zur Durchführung der statischen Druck- und der zyklischen Zug-Druck-Wechselversuche

### 3.3.4 Ermüdungsversuche

Die Ermüdungsversuche wurden an zwei servohydraulischen Pulsern (Schenck:  $F_N = 10$  kN; Zwick:  $F_N = 20$  kN) mit einer sinusförmigen Beanspruchung spannungsgeregelt bei einer Frequenz von 10 Hz, bzw. 5 Hz durchgeführt. Die verwendeten Bezeichnungen sind DIN 50 100 angelehnt. Dabei sollte das mechanische Verhalten der Laminat unter Zug-Schwell-Belastung ( $R = 0.1$ ) und Zug-Druck-Wechselbelastung ( $R = -1$ ) ermittelt werden. Die Dehnungen der Proben wurden online durch ein zur Probenmitte symmetrisch angebrachten Extensometer mit einem Meßbereich von 45 mm gemessen. Dadurch konnten Veränderungen der Steifigkeit während der Ermüdungsbelastungen erfaßt werden. Die Probentemperatur während der Versuche bei

Raumtemperatur wurden durch ein auf der Probenoberfläche angebrachtes Thermoelement gemessen. *Abb. 3.3.4-1* beschreibt die wichtigsten Begriffe und Bereiche der Ermüdungsversuche.

Der dynamische Elastizitätsmodul wurde als Sekantenmodul  $E_S$  berechnet. Die Sekante wird durch den oberen und den unteren Umkehrpunkt eines Lastwechsels im Spannungs-Dehnungs-Diagramm bestimmt. Dies gilt auch für Versuche mit Druckanteilen. Für die Ermüdungsversuche mit Druckanteilen wurde die aus den statischen Druckversuchen beschriebene Knickstütze verwendet, um ein Ausknicken der Proben während der Belastung zu vermeiden. Um eine unerwünschte Erwärmung der Proben durch Reibung an den Auflageflächen der Knickstütze zu verhindern, wurden die Zug-Druck-Wechselversuche bei einer geringeren Testfrequenz von 5 Hz durchgeführt. Die Probentemperaturen wurden ebenfalls während des Versuchs gemessen.



*Abb. 3.3.4-1:* Begriffe und Bereiche der zyklischen Ermüdungsprüfung in Anlehnung an DIN 50 100

Die Ergebnisse der Ermüdungsversuche wurden in Form von Wöhler-Diagrammen dargestellt. Dazu wurde die Oberspannung  $\sigma_o$  der Ermüdungsbelastung über der logarithmischen Anzahl der Lastwechsel bis zum Bruch  $N_F$  aufgetragen. Die maximal gemessene Lastwechselzahl  $N$  betrug  $10^7$ . Hatte eine Probe diese Lastwechselzahl ohne Bruch überstanden, so wurde das Ergebnis als Durchläufer bezeichnet und im Wöhler-Diagramm mit einem Pfeil gekennzeichnet. Aus der Gesamtheit der durchgeführten Ermüdungsversuche eines Laminats und Spannungsverhältnisses wurden die Korrelationskoeffizienten  $R_K$  mit Hilfe einer linearen Regressionsrechnung ermittelt.

### 3.3.5 Einfluß der Prüftemperatur

Einige Versuche wurden außer bei Raumtemperatur auch bei hohen ( $90^\circ\text{C}$ ) und tiefen ( $-20^\circ\text{C}$ ) Temperaturen durchgeführt. Durch die Variation der Prüftemperatur sollte vor allem die Beein-

flussung des mechanischen Verhaltens der FVK durch Temperatur analysiert werden. Dafür waren die oben genannten Prüfeinrichtungen mit Temperaturkammern ausgestattet. Diese erlaubten es, die Prüftemperaturen in den gewünschten Bereichen zu variieren. Die Proben wurden vor den Prüfungen 24 Stunden in einem Ofen (Gefrierschrank) bei  $90^{\circ}\text{C}$  ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) gelagert und kurz vor der Prüfung in die Temperaturkammer der Prüfvorrichtung gelegt. Um sicher zu gehen, daß die Proben die gewünschte Prüftemperatur beim Versuch besaßen, wurden weitere 15 Minuten zwischen dem Einspannen und der Prüfung der Proben abgewartet.

### 3.4 Thermische Analysen

Um die physikalischen und chemischen Auswirkungen der unterschiedlichen Konditionierungen auf die Lamine, insbesondere auf die Matrix, analysieren zu können, stellen die Methoden der thermischen Analyse ein breites Spektrum an Möglichkeiten zur Verfügung. Es kamen in dieser Arbeit die Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) und die Dynamisch-Mechanische Analyse (DMA) zum Einsatz.

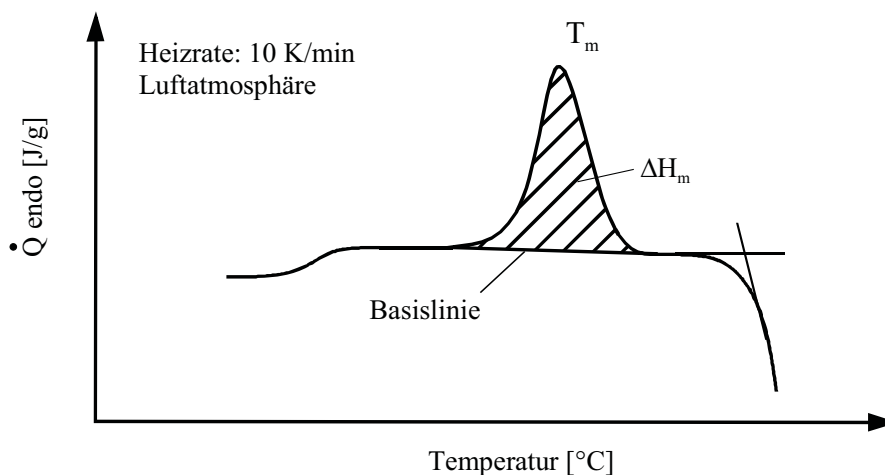


Abb. 3.4-1: Schematische Darstellung eines charakteristischen DSC-Kurvenverlaufs

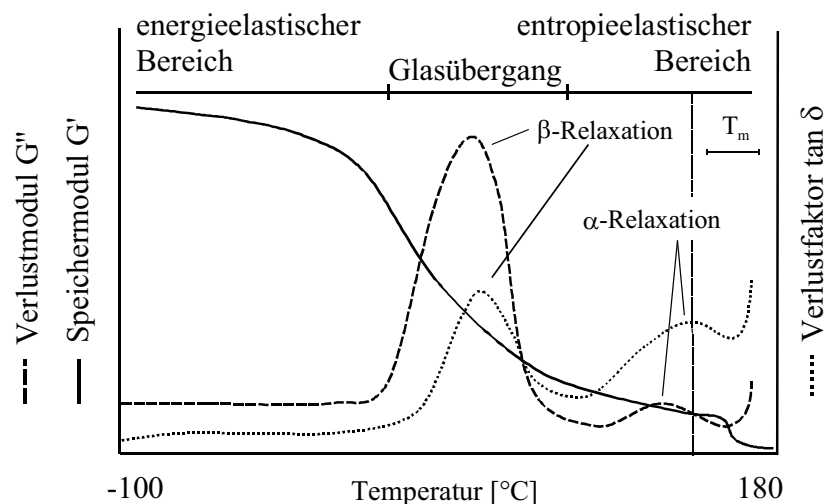
#### Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Aus den Ergebnissen der DSC können Aussagen über den physikalischen und chemischen Zustand der teilkristallinen thermoplastischen Polypropylenmatrix gemacht werden. Zur Verfügung stand eine DSC der Firma Mettler Toledo (DSC 821 $^{\circ}$ /700). Die DSC-Messungen wurden unter Luftatmosphäre mit einer Heizrate von 10 K/min durchgeführt. Die Proben wurden in einem mit einem perforierten Deckel verschlossenen Aluminiumtiegel von  $25^{\circ}\text{C}$  auf  $200^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Dabei

wurde die Schmelzenthalpie  $\Delta H_m$  und die Schmelztemperatur  $T_m$  analysiert. Die Schmelzenthalpie  $\Delta H_m$  errechnet sich aus der Fläche unter der Kurve des Wärmestroms  $Q$  und der Basislinie der Wärmestromkurve. *Abb. 3.4-1* zeigt einen charakteristischen Kurvenverlauf. Die endothermen Wärmeströme sind in positiver Ordinatens-Richtung aufgetragen. Die Berechnung der Kristallinität  $K$  der Matrix erfolgte mit Hilfe der gemessenen Schmelzenthalpie  $\Delta H_m$  aus der DSC und dem Literaturwert für 100 % kristallinem PP  $\Delta H_m^0$ , der mit 207 J/g angegeben ist /144/.

$$K = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^0} * 100 \quad (3.4.1)$$

Eine ideale Einwaagemenge des Polymers für das Messen von Schmelzeffekten ist ca. 5 mg bis 10 mg /145/. Da bei dem Einwägen sowohl die Matrix, als auch die Glasfasern mit gewogen werden, mußten zunächst höhere Einwägungen verwendet werden. Im Anschluß an die DSC-Messung erfolgte eine thermogravimetrische Analyse, die den reinen Gewichtsanteil der Matrix bestimmte. Mit diesem wurden die DSC-Messungen korrigiert und ausgewertet.



*Abb. 3.4-2:* Schematische Darstellung einer typischen DMA-Kurve eines thermoplastischen FVK

### Dynamisch-Mechanische Analyse (DMA)

Die Dynamisch-Mechanische Analyse liefert Informationen über das temperaturabhängige viskoelastische Materialverhalten von Kunststoffen und deren Verbundwerkstoffe /145/. Die wich-

tigsten mechanischen Kennwerte sind der Speichermodul  $G'$ , der Verlustmodul  $G''$  und der Verlustfaktor  $\tan \delta$ . Letzterer berechnet sich aus dem Quotienten von Verlust- und Speichermodul und wird auch als mechanische Dämpfung bezeichnet. Die Versuche wurden mit einer DMA der Firma Rheometrics, Modell RDA II (Meßtemperatur:  $-150^{\circ}\text{C} - 600^{\circ}\text{C}$ ), durchgeführt. Die Proben temperatur wurde während des Versuchs mit einem Thermoelement gemessen. Zur Bestimmung der in der Probe auftretenden Belastungen war eine Kraftmeßdose, bzw. ein Drehmoment-Meßaufnehmer, im oberen statischen Verformungssystem angebracht.

Die Untersuchungen wurden in Anlehnung an DIN 65583 im Torsionsmodus durchgeführt. Für die Messungen wurde ein Temperaturbereich von  $-100^{\circ}\text{C}$  bis  $180^{\circ}\text{C}$  gewählt, wobei die Aufheizrate, in Anlehnung an DIN 29971 4 K/min und die Meßfrequenz 1 Hz betrug. Alle 60 Sekunden wurden die Daten erfaßt und abgespeichert. Die erhaltenen Werte für den dynamischen Speichermodul  $G'$ , Verlustmodul  $G''$  und Verlustfaktor  $\tan \delta$  wurden über der Meßtemperatur aufgetragen. In *Abb. 3.4-2* ist ein charakteristischer Kurvenverlauf für einen teilkristallinen Thermoplasten und den zugehörigen Auswertungen gezeigt. Die Analyse der Glasübergangstemperaturen erfolgte jeweils an den Maxima des Verlustmoduls  $G''$  und des Verlustfaktors  $\tan \delta$  im Glasübergangsbereich, auch  $\beta$ -Relaxation genannt.

### 3.5 Probengeometrie

Die in den Untersuchungen verwendeten Probengeometrien, die sich wenn möglich an gültige Prüfnormen anlehnten, sind in *Abb. 3.5.1* dargestellt. Es zeigte sich im Laufe der Versuche, daß diese Probengeometrien nicht für alle Untersuchungen geeignet sind. Die Ermüdungsversuche des Twintex<sup>®</sup>-Laminats mußten aufgrund einer Vielzahl von Brüchen in den Einspannungen mit einer taillierten Probenform in Anlehnung an Maier und Ott durchgeführt werden, um ein gültiges Versagen der Prüfkörper im freien Meßbereich zu erhalten /146/. Die den jeweiligen Probengeometrien zugrunde liegenden Prüfnormen sind ebenfalls *Abb. 3.5-1* zu entnehmen.

Für die statischen Zug- und Druck-, sowie für die Ermüdungsversuche mußten Aufleimer aus glasgewebeverstärktem Polyester verwendet werden. Die Dicke der Aufleimer betrug 1.5 mm. Aufgrund des unpolaren Charakters der Polypropylenmatrix wurde ein spezieller Ethyl-Cyanoacrylat Kleber verwendet (Loctite 406). Die Proben wurden an den Enden vorsichtig angeraut und vor dem Verkleben der Aufleimer mit einem Primer (Loctite 770) bestrichen. Vor einer Prüfung härteten die Verklebungen mindestens 24 Stunden aus.

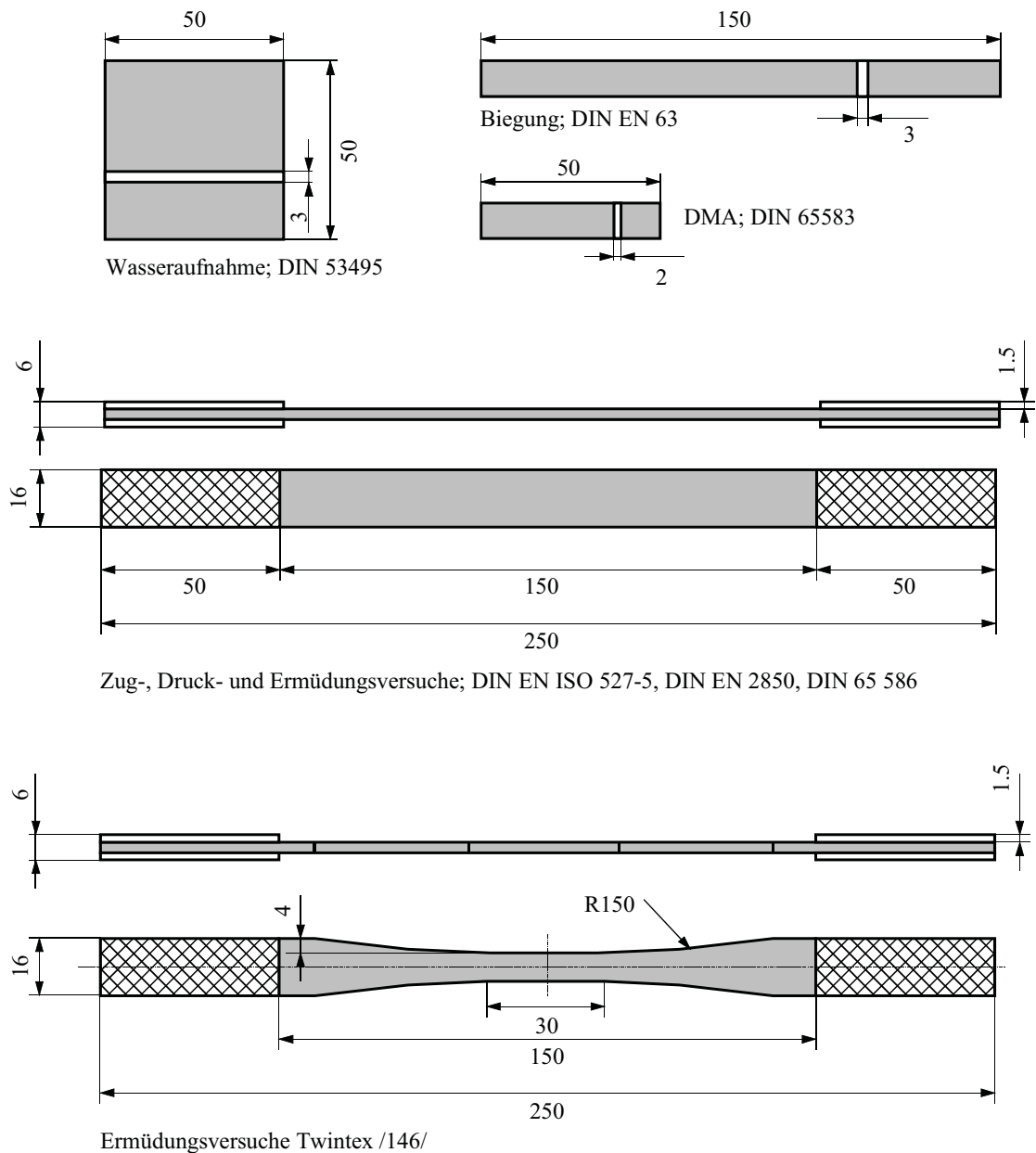


Abb. 3.5-1: Verwendete Probengeometrien und Prüfnormen

### 3.6 Prüfplan

Bei der Durchführung der mechanischen Prüfungen wurde darauf geachtet, ein möglichst vollständiges und umfassendes Bild der Schädigungsmechanismen und des mechanischen Verhaltens von unidirektional glasfaserverstärkten Thermoplasten zu erhalten. Es war jedoch nicht sinnvoll, alle Versuche für jedes Laminat durchzuführen. Um wiederholende Mechanismen und Ereignisse auszuschließen, wurde eine gezielte Auswahl von Versuchen getroffen, die in *Tabelle 3.6-1* gezeigt ist.



Tabelle 3.6-1: *Prüfplan*

Laminat/Prüfung	Raumtemperatur (23°C)			Hochtemperatur (90°C)	Tieftemperatur (-20°C)
	NK <sup>1</sup>	AI <sup>2</sup>	AII <sup>3</sup>	NK <sup>1</sup>	NK <sup>1</sup>
<b>Plytron® UD</b>					
Zug 0°	X	X	X	X	X
Zug 90°	X	X	X	X	X
Druck	X	X	X	X	
Biegung	X	X	X	X	X
Ermüdungsversuche					
R=0.1	X	X	X		
R=-1	X	X	X		
<b>Plytron® KL</b>					
Zug 0°	X	X	X	X	X
Druck	X	X	X	X	X
Biegung	X	X	X	X	X
Ermüdungsversuche					
R=0.1	X	X	X	X	X
R=-1	X	X	X		
<b>Twintex® UD</b>					
Zug 0°	X	X	X	X	
Zug 90°	X	X	X		
Druck	X	X	X	X	X
Biegung	X	X	X	X	X
Ermüdungsversuche					
R=0.1	X	X	X		
R=-1	X				

<sup>1</sup>: nicht konditioniert, Anlieferungszustand

<sup>2</sup>: Alterung I, Klima-Wechsel-Alterung

<sup>3</sup>: Alterung II, thermische Alterung

### 3.7 Analyse der Schädigungsmechanismen und Gefügecharakterisierung

#### Mikroskopie

Die Analysen unterschiedlicher Details und Mechanismen wurden mit Stereo-, Auflicht- und Rasterelektronenmikroskopen (REM) durchgeführt. Dazu wurden die Proben in Harz (Epofix, Struers) eingebettet und mit Schleifpapier der Körnung 600.....4000 geschliffen. Anschließend erfolgte ein Polieren der Anschliffe mit Diamantspray der Körnungen 9, 3 und 0.25 µm (OPS, Struers).

Die REM Untersuchungen wurden an einem CS4 CamScan durchgeführt. Um eine Analyse der Lamine im REM zu ermöglichen, wurden diese mit Gold für 5 Minuten besputtert. Für Untersuchungen der sphärolithischen Struktur betrug die Sputterzeit lediglich 1 Minute, um kleinste Details nicht durch die Goldschicht zu verdecken. Beschleunigungsspannungen zwischen 5 und 20 kV wurden verwendet. Die Proben wurden unter einem Kippwinkel von 20° betrachtet.

## Ätzen

Zur Visualisierung der Sphärolitstruktur in den Laminaten wurden polierte Proben aus der Harzeinbettung genommen und in einer Ätzlösung für ca. 20 Stunden bei Raumtemperatur gelagert. Die Ätzlösung setzte sich zusammen aus Schwefel- und Phosphorsäure sowie Kaliumpermanganat /147, 148/:

- 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- 70 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$
- 1.47 g  $\text{KmnO}_4$

Die jeweilige Ätzzeit war abhängig von der Qualität der Probenoberfläche und der Laminatzusammensetzung und betrug zwischen 18 und 25 Stunden.

## Replica Technik

Schadensmechanismen und Schadensbilder, wie z. B. Delaminationen oder Rißbildungen, die während einer zyklischen Ermüdungsbelastung an den Probenkanten entstehen, können sehr gut mit mikroskopischen Untersuchungsmethoden untersucht und verfolgt werden. Hierbei kommt entweder die direkte mikroskopische Betrachtung mit einem Auflichtmikroskop oder die Replica Technik zum Einsatz.

Grundlage der Replica Technik, bei der zur Wiedergabe des Oberflächenzustandes entweder Nitrozelluloselacke oder Kunststoffolien eingesetzt werden können, ist DIN 54150. Sie setzt eine polierte Oberfläche voraus. Nach dem letzten Schleifgang wurde die Oberfläche poliert und danach rückstandsfrei gereinigt und getrocknet. Die Unterschiede in der Härte von Faser und Matrix bewirkten, daß sich beim Poliervorgang eine Oberflächenstruktur herausbildet. Zur Erstellung des Oberflächennegativs wurde die zu prüfende Oberfläche – gegebenenfalls auch die Replica folie – mit Azeton bestrichen. Danach wurde die Folie auf die Oberfläche gedrückt. Beim Trocknen wurde die durch das Lösungsmittel gequollene Folie viskos und drang in die Oberflächenunregelmäßigkeiten ein. Nachdem die Folie ausgehärtet war (ca. 1 min), konnte sie von der Oberfläche abgelöst und im Licht- oder Rasterelektronenmikroskop betrachtet werden. Durch die Verwendung von Azeton bestand allerdings die Gefahr, daß bei mehrfacher Replica nahme auch die Matrix des Verbundes stellenweise angelöst wird und so die Schadensentwicklung zusätzlich negativ beeinflusst wird. Deswegen wurden die hierfür verwendeten Proben nicht für quantitative Aussagen über die mech. Kennwerte herangezogen. Des weiteren beschränkt

sich die Aussagefähigkeit der Replica Technik auf die Schädigungsentwicklung am Probenrand und macht keine Aussagen über den Zustand im Probeninneren.

### **Direkte Mikroskopie**

Durch eine direkte mikroskopische Untersuchung der polierten Probenkanten konnte die Schädigungsentwicklung auch während Hoch- und Tieftemperaturversuchen durchgeführt werden. Dazu wurde das Mikroskop auf einem Stativ auf Höhe der zu untersuchenden Probe aufgestellt und durch eine isolierende Schicht (Glaswolle/Styropor) vor einer Temperatureinwirkung geschützt.

## 4 Ergebnisse und Diskussion

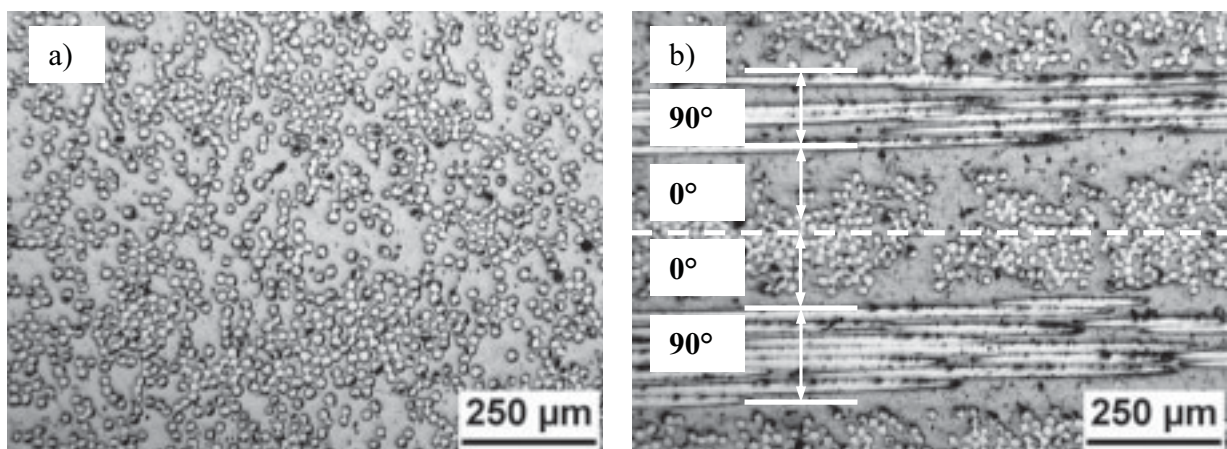
### 4.1 Mikrostruktur und Matrixmorphologie der Lamine

#### Mikrostruktur

Die in dieser Untersuchung verwendeten Lamine aus glasfaserverstärktem Polypropylen (PP) unterscheiden sich im Lagenaufbau, im Halbzeugtyp und im Faservolumenanteil. Für jedes Prüflaminat ergibt sich ein charakteristischer mikrostruktureller Aufbau, der entscheidend die mechanischen Eigenschaften, das Schädigungs- und das Alterungsverhalten der Lamine beeinflusst. Im folgenden werden die mikrostrukturellen Merkmale und Unterschiede der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Lamine analysiert.

#### Plytron®

Das aus Prepregs hergestellte Plytron® steht in zwei unterschiedlichen Lagenaufbauten für die Untersuchung zur Verfügung: als Unidirektional- und als Kreuzgelege. Im unidirektionalen Laminat sind alle Fasern in einer Richtung parallel zueinander angeordnet. Im Kreuzgelege sind die einzelnen Laminatlagen jeweils um  $90^\circ$  zueinander versetzt. *Abb. 4.1-1 a* zeigt einen zur Faserichtung senkrechten Anschnitt des unidirektionalen Lagenaufbaus. Eine Unterscheidung der einzelnen Lagen ist nicht mehr möglich. Während des Umformens zur Probenplatte werden die Lagen miteinander verschmolzen und es findet eine gute Konsolidierung des Laminats statt. Die Fasern sind homogen in der Matrix verteilt. Makroskopische Störstellen in Form von Lunkern oder interlaminaren Defekten sind nicht erkennbar.



*Abb. 4.1-1:* Faserverteilung und -schichtung von Plytron®; a) Unidirektionalgelege, b) Kreuzgelege

Das symmetrisch aufgebaute Kreuzlaminat weist ebenfalls keinerlei makroskopische Störstellen auf. In Abb. 4.1-1 b ist die Symmetrieachse des Laminats als Anschliff senkrecht zu den 0°-Lagen gezeigt. Ausgehend von einer 0°-Lage folgen abwechselnd weitere, um 90° zueinander versetzte Lagen. In dem Kreuzlaminat können die interlaminaren Trennschichten deutlich unterschieden werden. In Tabelle 4.1-1 sind die Mittelwerte der Faservolumenanteile  $v_F$  der Lamine, sowie die auftretende Standardabweichung aufgetragen. Der Faservolumenanteil des unidirektionalen Plytron® beträgt 34 %, der des Kreuzlaminats ist mit 32 % geringfügig niedriger.

Tabelle 4.1-1: Faservolumenanteile  $v_F$  und deren Standardabweichungen

	Plytron® UD	Plytron® KL	Twintex® UD
$v_F$ [%]	$34 \pm 0.7$	$32 \pm 1.1$	$44 \pm 0.8$

### Twintex®

Abb. 4.1-2 a und b zeigen einen Anschliff des unidirektionalen Twintex®-Laminats senkrecht zur Faserrichtung. Im Gegensatz zu Plytron® sind jedoch die Fasern gebündelt und es existieren faser- und matrixreiche Zonen. Als dritte Komponente im Laminat sind die Polyethylenterephthalat-(PET) Binfäden zu erkennen, mit denen die gemischten Faserovings aus Matrix- und Glasfasern zu flächigen Halbzeugen vernäht wurden. Die Fasern sind inhomogen in der Matrix verteilt. Der interlaminare Lagenaufbau kann deutlich anhand der Lage der Binfäden und matrixreichen Zonen unterschieden werden.

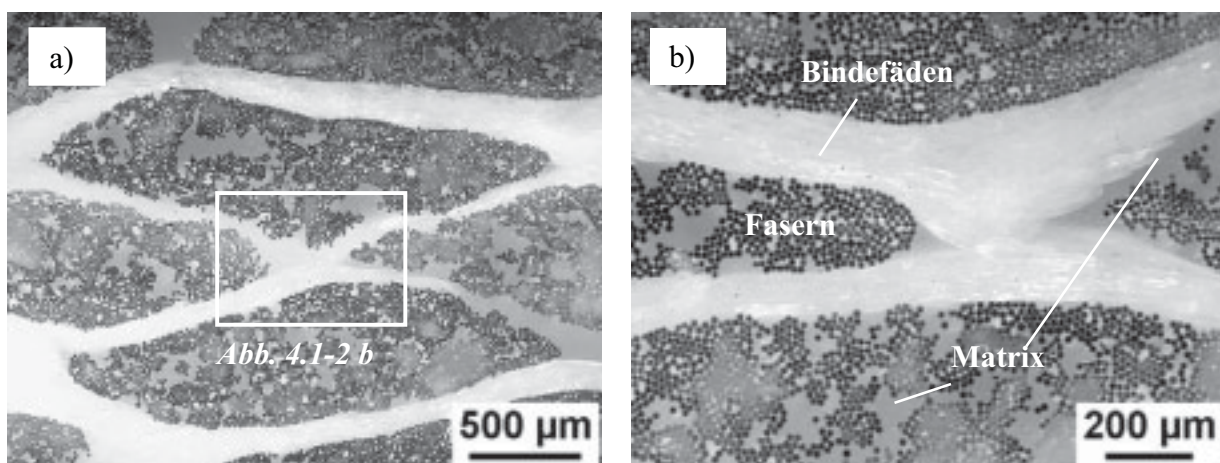


Abb. 4.1-2: Faserverteilung und -schichtung von Twintex®, Anschliff senkrecht zu den Verstärkungsfasern; a) Unidirektionalgelege, b) Knotenbereich eines Binfäden

Twintex<sup>®</sup> besteht als Halbzeug aus unidirektional zueinander angeordneten Rovings, die mit einem Binfaden aus PET durch eine textile Verarbeitung flächig zusammengehalten werden. Die Rovings selbst bestehen aus Mischgarnen aus Glas- und Polypropylenfasern, sogenannten „Commingeled Yarns“ /149/. Abb. 4.1-3 a zeigt den charakteristischen Aufbau von Twintex<sup>®</sup>. Die Polypropylenmatrix wurde thermisch pyrolisiert. Die Glasfasern sind nur noch mit einer dünnen Polypropylenschicht umgeben. Die übrige Matrix, die auch die Zwischenräume der Rovings im verpreßten Zustand ausfüllt, ist durch den thermischen Trennprozeß größtenteils pyrolisiert. Deutlich wird in diesem Bild die Struktur, die sich durch den Preßvorgang ergibt und die textile Verarbeitung der Binfäden, die an zwei gegenüberliegenden Stellen des jeweiligen Rovings Knoten bilden. Die übereinandergeschichteten flächigen Faserlagen ordnen sich durch den Preßvorgang möglichst dicht gepackt an. Dabei schieben sich die einzelnen Rovings zweier übereinanderliegender Faserlagen zusammen (Abb. 4.1-4). In dieser Lage werden die Lamine imprägniert und konsolidiert, was zu der in Abb. 4.1-2 gezeigten Struktur führt.

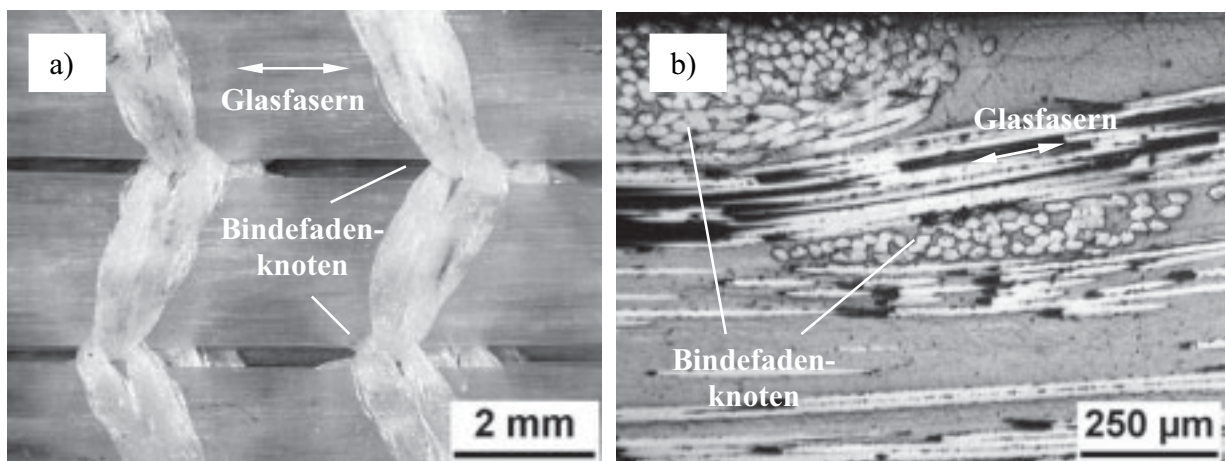


Abb. 4.1-3: Textiler Aufbau Twintex<sup>®</sup>; a) Laminatlage thermisch pyrolisiert; b) Faserverteilung und -schichtung parallel zu den Verstärkungsfasern

Die textilen Binfäden bewirken nicht nur eine Bündelung der Glasfasern zu faserreichen Zonen, sondern auch an den Knotenpunkten eine Auslenkung der Fasern aus der Verstärkungsrichtung (Abb. 4.1-3 b). Dies ist mit der Auslenkung der Fasern an den Knotenpunkten von Schuß- und Kettfäden in Gewebelaminaten vergleichbar.

Ähnliche charakteristische Laminatstrukturen sind aus Untersuchungen mit technischen Textilien bekannt /14/. Eine Analyse des Einfluß des Binfadenwerkstoffs sowie des -volumenanteils im Laminat auf ausgewählte statische Eigenschaften zeigte, daß dieser das mechanische Verhalten des Laminats mit bestimmt. Mit zunehmendem Binfadenvolumen verschlechtern

sich die mechanischen Eigenschaften /14/. Als Grund hierfür wurde die Auslenkung der Verstärkungsfasern durch die Einbringung nicht schmelzender Polymerfilamente (hier PET) und die Indizierung von makroskopischen Störstellen und matrixreichen Zonen im Laminat genannt. Die von Mäder untersuchten Binfadenwerkstoffe waren Polyethersulfon (PES) und PP.

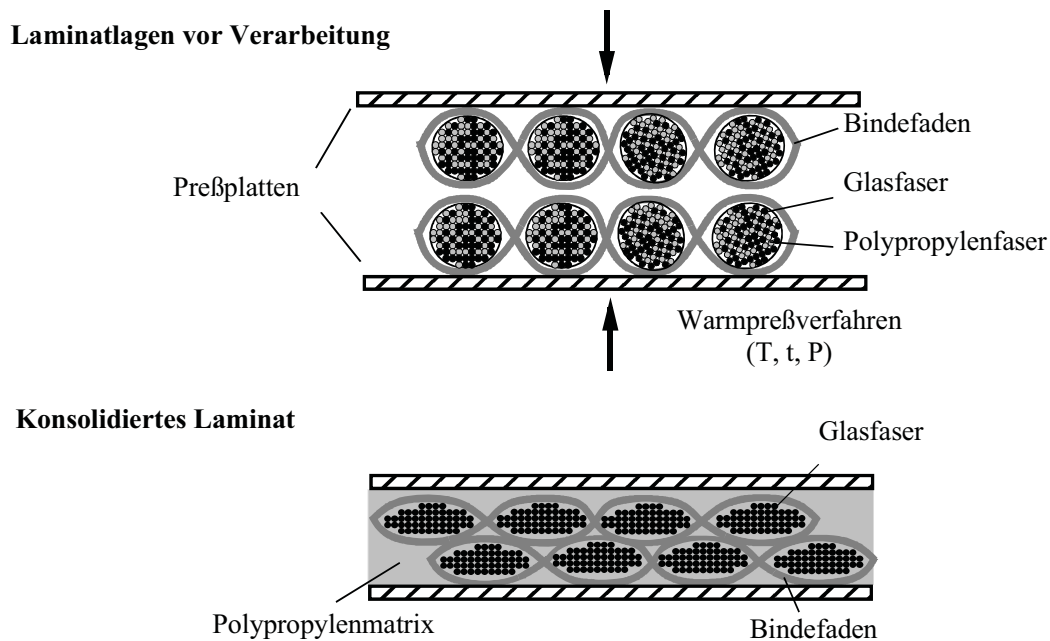


Abb. 4.1-4: Verarbeitungsbedingte Laminatstruktur Twintex®

### Matrixmorphologie

Die physikalischen und mechanischen Eigenschaften von unverstärktem PP sind maßgeblich abhängig von der kristallinen Struktur des Polymer. Insofern ist zu erwarten, daß die mechanischen Eigenschaften eines unidirektional faserverstärkten Laminats, das eine teilkristalline Matrix besitzt, ebenfalls durch deren kristalline Struktur beeinflusst werden. Im Rahmen von Untersuchungen an glasmattenverstärktem PP (GMT) mit ungerichteter Faserverstärkung und geringem Faservolumen, wurden die von der Kristallinität der Matrix abhängigen mechanischen Eigenschaften bereits teilweise nachgewiesen und unterstützen diese Annahme /150, 151/.

Für die mechanischen Eigenschaften der Matrix und deren Zusammenwirken mit den Verstärkungsfasern ist die Gesamtheit des morphologischen Aufbaus ausschlaggebend und nicht die im Detail unterschiedliche substrukturelle Zusammensetzung /152/. Das bedeutet, daß die Anordnung und Lage der Sphärolithe zueinander für das Gesamtverhalten des Laminats wichtiger ist, als die Orientierung einzelner Lamellen oder Lamellenpakete innerhalb der Sphärolithe. Der

morphologische Aufbau ist vor allem von den Verarbeitungsbedingungen und thermischen Nachbehandlungen abhängig /153/ und kann durch mikroskopische und thermische Analyseverfahren untersucht werden. Alle oben genannten Fakten zeigen, daß für eine spätere detaillierte Interpretation der Schadensmechanismen zunächst die Morphologie der Matrix im Laminat analysiert und verstanden werden muß.

Im folgenden wird vor allem am Beispiel von Twintex<sup>®</sup> die sphärolithische Struktur in unidirektional glasfaserverstärktem PP (Glas/PP) beschrieben, da aufgrund der Zugabe von UV-Stabilisatoren in Form von Ruß die Visualisierung der Matrixmorphologie von Plytron<sup>®</sup> größtenteils unmöglich ist.

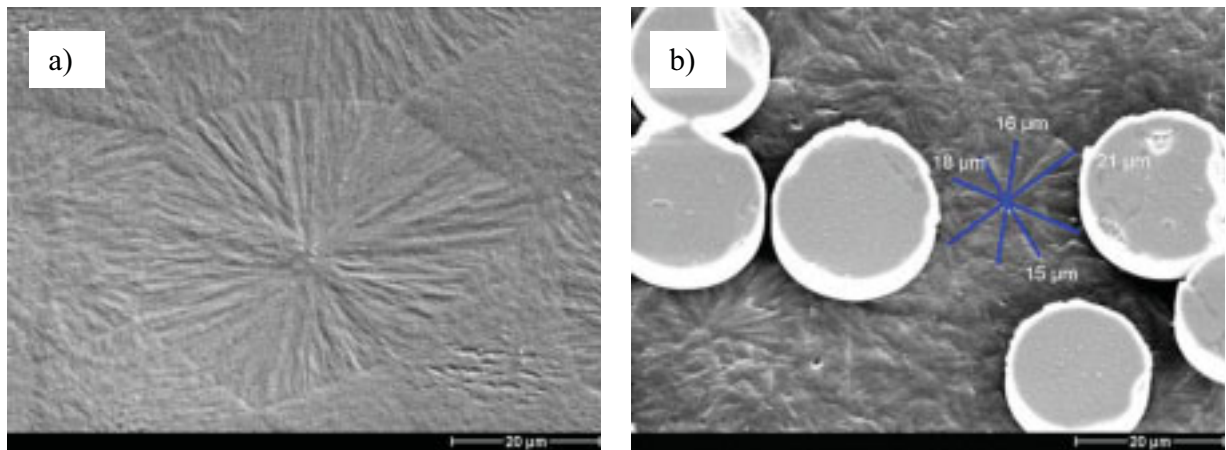


Abb. 4.1-5: REM Aufnahmen geätzt; a) unverstärkte PP-Matrix, b) Twintex<sup>®</sup> Glas/PP

Abb. 4.1-5 zeigt die Aufnahmen geätzter Anschliffe der unverstärkten Matrix und des glasfaserverstärkten Laminats. Es können einzelne Sphärolithe, sowie deren Grenzen deutlich unterschieden werden. Alle Analysen zeigen, daß die mittlere Sphärolithgröße der unverstärkten Matrix größer ist, als die der glasfaserverstärkten Laminats. In der unverstärkten Matrix beträgt der mittlere Sphärolithdurchmesser etwa 40 µm und ist damit fast doppelt so groß wie der in den Laminaten mit etwa 22 µm. Ähnliche Beobachtungen werden bei Tan für kohlenstoffaserverstärktes PP beschrieben, der dieses Phänomen einer Veränderung des molekularen Kristallwachstums durch die Kohlenstoffasern zuschreibt, jedoch nicht näher erklärt /154/. Auch für Polyamid (PA 66) wird eine Verringerung des Sphärolithdurchmessers durch die Anwesenheit von Glasfasern beobachtet /155/.

Da sowohl die unverstärkten Matrix-, als auch die Laminatplatten unter identischen Parametern gefertigt werden, ist eine Beeinflussung durch die Verarbeitungsbedingungen weitestgehend ausgeschlossen. Im Inneren des Laminats ist jedoch davon auszugehen, daß es aufgrund der uni-



direktionalen Glasfasern zu veränderten thermischen Abkühlbedingungen kommt, da die Glasfasern eine weitaus höhere Wärmeleitfähigkeit als das PP (PP) besitzen /156/. Dies bedingt eine schnellere Wärmeabfuhr über die Glasfasern während des Abkühlens aus der ruhenden Schmelze und somit für die Sphärolithe weniger Wachstumszeit und eine insgesamt geringere effektive Kristallisationstemperatur. Eine geringere Kristallisationstemperatur führt zu einer höheren Keimbildungsrate in der Matrix /42, 65/ und damit zu einer höheren Anzahl an Sphärolithkeimen, die sich gegenseitig im Größenwachstum einschränken. Diese Erklärung steht mit Ergebnissen von Davies im Einklang, der unverstärktes PP mit glasmattenverstärktem PP (GMT) in seiner thermodynamischen Zustandsveränderung in Abhängigkeit von der Temperatur verglich. Dabei wiesen die mit Glasfasern verstärkten Lamine ein um 5°C reduziertes Kristallisieren als das unverstärkte PP auf /150/.

Neben den veränderten thermodynamischen Kristallisationsbedingungen können auch die Glasfasern selbst, die in den untersuchten Laminen keine nachweisbare Nukleierung in Form von Transkristallinität bewirken, das Wachstum der Sphärolithe einschränken. Waddon beschreibt diesen Effekt für unidirektional kohlenstofffaserverstärktes PEEK, indem er das Sphärolithwachstum unbehandelter Kohlenstofffasern mit speziell nukleierungsfördernden Kohlenstofffasern verglich /157/. Eine besonders ausgeprägte Nukleierungsdichte an den Glasfaseroberflächen der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Glas/PP-Lamine kann nicht beobachtet werden.

Zusätzlich zu der Polypropylenmatrix und den Glasfasern besitzt Twintex<sup>®</sup> noch eine dritte Werkstoffkomponente. Dies sind die organischen Binfäden aus Polyethylenterephthalat (PET). Die Neigung von PP an organischen Fasern eine spezielle, gerichtete sphärolithische Substruktur zu bilden, ist aus vielen Untersuchungen bekannt und von Varga und Karger-Kocsis in einer aktuellen Veröffentlichung umfassend diskutiert /71/. Daraus ergeben sich zwei für diese Untersuchung wichtige Feststellungen. Zum einen ist die Bedeutung einer solchen gerichteten Morphologie auf die mechanischen Eigenschaften des Laminats noch nicht eindeutig geklärt, d. h., weder eine festigkeitssteigernde, noch eine festigkeitsmindernde Wirkung auf die Faser/Matrix-Grenzfläche ist nachgewiesen. Zum anderen gibt es zwei vom morphologischen Aufbau abweichende Arten dieser Substrukturen, die zu unterscheiden sind. Diese sind die bekannten, sogenannten transkristallinen Schichten, die sich bevorzugt an organischen Oberflächen bilden, und die für PP eine keimbildende Wirkung besitzen. Sie sind aus monoklinen  $\alpha$ -Sphärolithen aufgebaut. Als zweites wird eine zylindrische Kristallisation an Substratoberflächen innerhalb der Polymermatrix beobachtet, wenn Scherbewegungen während des Erstarrens aus der bewegten Schmelze auftreten, wie dies z. B. beim Spritzguß von faserverstärktem PP der Fall ist. Diese

Schicht setzt sich sowohl aus monoklinen  $\alpha$ - als auch aus hexagonalen  $\beta$ -Sphärolithen zusammen.

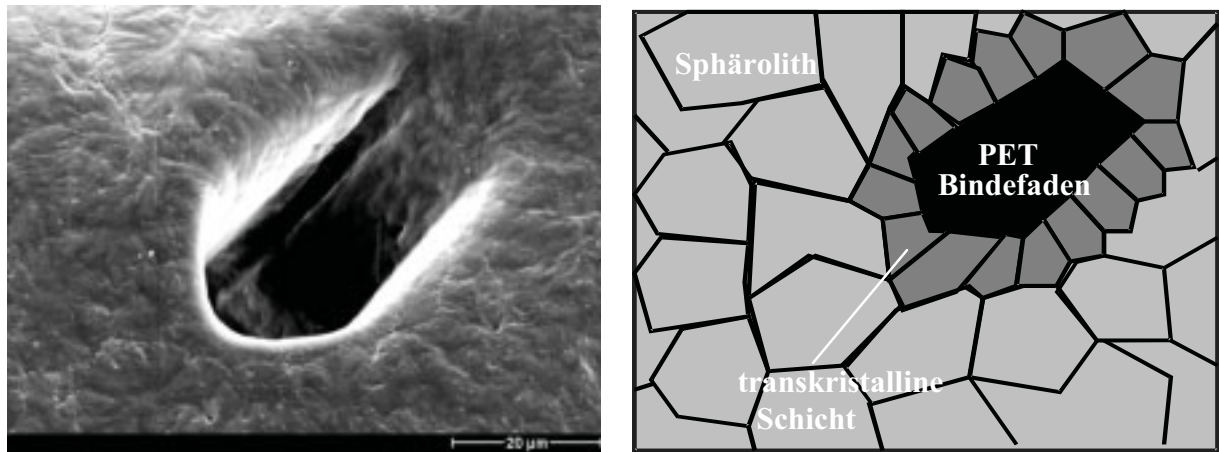


Abb. 4.1-6: REM Aufnahmen, geätzte Twintex® Probe in der Umgebung eines PET Binfadens

Abb. 4.1-6 zeigt die Aufnahme einer geätzten Twintex® Laminatoberfläche. Die PET-Binfäden werden aufgrund der im Vergleich zu PP geringen chemischen Beständigkeit an den Kontaktflächen zur Ätzlösung stark angegriffen und aufgelöst. Eine solche aufgelöste Stelle eines PET-Binfadens ist auf dieser Aufnahme abgebildet. Es wird eine gerichtete Substruktur um den Binfaden deutlich. Diese kann nach der oben beschriebenen Definition von Varga und Karger-Kocsis als transkristalline Zone, bestehend aus senkrecht zur organischen Faseroberfläche orientierten  $\alpha$ -Sphärolithen, identifiziert werden. Transkristalline Zonen werden für Twintex® nur an den Kontaktstellen zu den organischen Binfäden, nicht aber an den Glasfasern gefunden. Dies ist verständlich, da es beim Verarbeiten der Lamine kaum zu Relativbewegungen zwischen den Fasern und der Polymerschmelze kommt und die anorganische Glasfaseroberfläche, trotz Schlichtebehandlung, in diesem Laminat keine keimbildende Wirkung besitzt.

### Interkristalline Defekte

Es ist für Plytron® aufgrund der Rußzugabe zur Matrix nicht möglich, durch Ätzen einer polierten Oberfläche die Matrixstruktur deutlich zu visualisieren. Dünnschliffe sind eine weitaus aufwendigere Möglichkeit, morphologische Details in faserverstärkten Thermoplasten darzustellen. Dadurch kann in Plytron® ebenfalls nicht die sphärolithische Struktur der Matrix sichtbar gemacht werden; mikrostrukturelle Defekte können jedoch erkannt werden.

Abb. 4.1-7 zeigt einen ca. 15  $\mu\text{m}$  dicken Dünnschliff eines unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Laminats im Anlieferungszustand. In der Matrix sind deutlich einzelne Defekte zu erkennen, die in der Skizze des Dünnschliffs zur besseren Visualisierung als schwarze Linien dargestellt sind. Durch die Anfertigung mehrerer Dünnschliffe unterschiedlicher Dicke ist sichergestellt, daß es sich hierbei nicht um Artefakte handelt, die durch die Dünnschliffpräparation hervorgerufen werden. Frühere Untersuchungen an Plytron<sup>®</sup> haben gezeigt, daß es durch eine sehr langsame Abkühlung aus der Schmelze während der Verarbeitung zu interkristallinen Defekten kommen kann /72/. Je geringer die Abkühlrate, desto mehr Zeit verbleibt der Schmelze, kristalline Überstrukturen, wie z. B. Sphärolithe, auszubilden. Diese haben dann das Bestreben, einen möglichst hohen Grad an innerer Ordnung in einem möglichst optimalen energetischen Gleichgewichtszustand zu erreichen. Nach Bildung und Wachstum erster Sphärolithe kommt es zur Anlagerung und Ausrichtung kristallisationsfähiger Polymerbereiche. Dadurch werden Schwindungsprozesse innerhalb der Sphärolithe initiiert. Diese Schwindungsprozesse rufen Zugspannungen an den Sphärolithgrenzen hervor /41/ und erste interkristalline Defekte in Form von Mikrorissen entlang der Sphärolithgrenzen werden initiiert /40/.

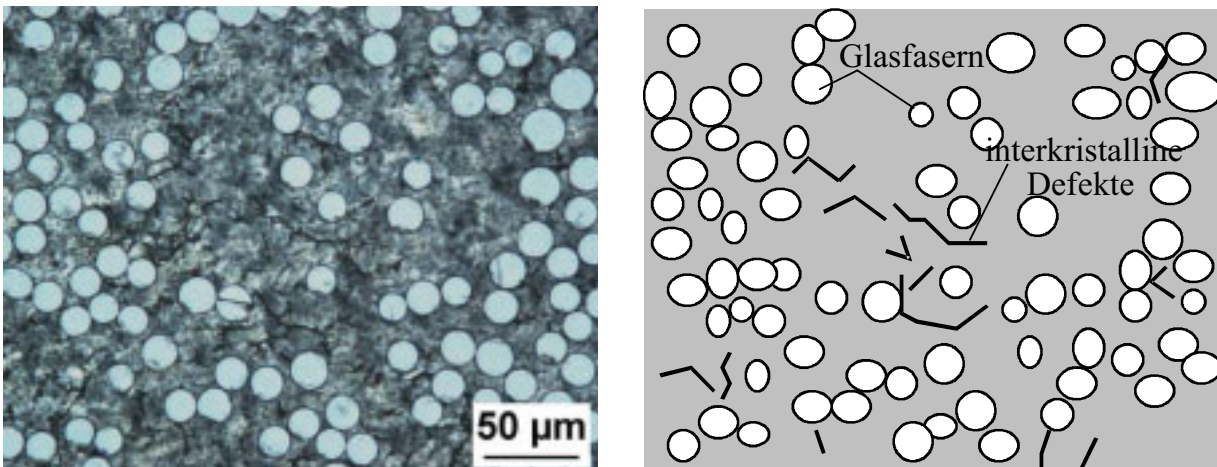
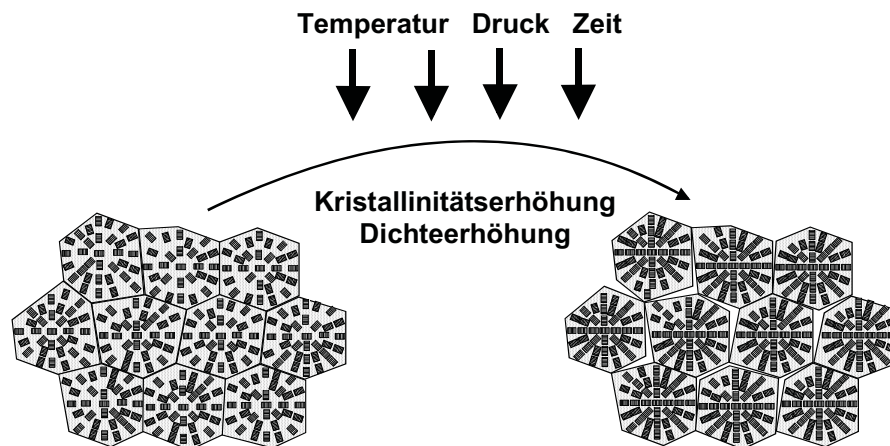


Abb. 4.1-7: Dünnschliff Plytron<sup>®</sup> im Anlieferungszustand, unidirektional, Schliffdicke ca. 15  $\mu\text{m}$

Im Fall von Plytron<sup>®</sup> ist ein weitaus bedeutenderer Faktor als die Abkühlrate, die lange Verweildauer während der Verarbeitung in der Schmelze (30 Minuten). Dies hat ähnliche Folgen wie eine zu geringe Abkühlgeschwindigkeit und führt zu den in Abb. 4.1-7 schematisch dargestellten Defekten. Für unverstärktes isotaktisches PP konnte Friedrich die Entstehung dieser Defekte nachweisen /158/. Mit längeren Kristallisationszeiten kommt es aufgrund einer erhöhten Kontraktion der hochkristallinen Sphärolithe zur Ausbildung von Poren und Rissen an den Sphärolithgrenzen /49/. Schematisch ist die Bildung interkristalliner Defekte sowie deren Einflußfakto-

ren in *Abb. 4.1-8* gezeigt. In Twintex<sup>®</sup> können keinerlei interkristallinen Defekte festgestellt werden, was aufgrund der kurzen Verarbeitungszeiten und hohen Abkühlraten auch zu erwarten ist.



*Abb. 4.1-8:* Schematische Darstellung der Entstehung interkristalliner Defekte in einer teilkristallinen Matrix

## 4.2 Alterungseinflüsse

### 4.2.1 Kristallinität und Gefüge

Die optischen Analyseverfahren haben es nicht ermöglicht, quantitative morphologische Unterschiede zwischen den angelieferten und den gealterten Laminaten nachzuweisen. Es ist jedoch davon auszugehen, daß die Alterungen, denen die Lamine ausgesetzt werden, die Kristallinität und das Gefüge sowohl der Matrix, als auch des gesamten Laminats beeinflussen. Mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) können diese Kristallinitätsänderungen der Matrix untersucht und aufgrund der gemessenen Kurvenverläufe Rückschlüsse auf die Veränderungen der Matrixmorphologie gezogen werden [152, 154]. Zusätzlich kann mit Hilfe von Gewichtsmessungen und der Untersuchung des Wasseraufnahmeverhaltens der Lamine der Einfluß der Klimawechsellagerungen analysiert werden.

Um Vergleiche über den Einfluß der Glasfasern auf das Alterungsverhalten durchführen zu können, werden im folgenden sowohl das Laminat, als auch die unverstärkte Matrix analysiert. Beide, Laminat und unverstärkte Matrix, werden unter identischen Verarbeitungsbedingungen hergestellt. Im Fall von Twintex<sup>®</sup> werden außerdem identische Lamine ohne zusätzliche PET-Bindefäden zum Vergleich herangezogen.

## Kristallinitätsänderungen

Veränderungen der Kristallinität in PP laufen meßbar nur bei entsprechend erhöhten Temperaturen ab [38]. Dies ist sowohl für die thermisch gealterten Proben (Alterung II) der Fall, die bei 90°C gelagert werden, als auch für die im Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine, die über einen großen Zeitraum Temperaturen von 90°C ausgesetzt werden. Deshalb erfolgt eine kontinuierliche Analyse der Kristallinitätsänderungen der im Umluftofen gelagerten (Alterung II) Lamine und der unverstärkten Matrix (*Tabelle 4.2.1-1*). Die maximale thermische Lagerdauer beträgt dabei 2400 Stunden. Die unter Klimawechselbedingungen gealterten Lamine (Alterung I) werden nach der kompletten Alterungsdauer analysiert.

*Tabelle 4.2.1-1:* Kristallinität der reinen Matrix und der Laminatmatrix in Abhängigkeit von der Lagerdauer (Lagertemperatur: 90°C); Angaben in %

Lagerdauer [h]	Plytron <sup>®</sup> Matrix	Twintex <sup>®</sup> Matrix	Plytron <sup>®</sup> Laminat	Twintex <sup>®*</sup> Laminat
Anlieferung	51.1 ± 1.6	42.4 ± 0.8	53.5 ± 1.2	41.6 ± 2.8
480		46.0 ± 0.7	56.4 ± 1.2	47.9 ± 1.1
600	54.6 ± 0.5			
960		46.6 ± 0.4	56.4 ± 0.7	50.6 ± 1.7
1440		47.1 ± 0.4	56.9 ± 1.0	50.6 ± 0.6
1500	54.6 ± 0.8			
2400 (A II)		47.3 ± 0.6	57.3 ± 0.5	51.2 ± 1.2

\*: Twintex<sup>®</sup> ohne PET Bindefäden

*Abb. 4.2.1-1 a* zeigt die Änderungen der Kristallinität für Plytron<sup>®</sup> und dessen unverstärkte Matrix abhängig von der Lagerungsdauer. Die Ausgangskristallinität der angelieferten Proben liegt mit 51.1 % bzw. 53.5 % bereits relativ hoch, was aufgrund der langen Verarbeitungszeiten und der morphologischen Untersuchungen aus Kapitel 4.1 zu erwarten war. Die Kristallinität steigt mit zunehmender Lagerdauer bis 500 Stunden zunächst schnell, darüber hinaus flacht die Kurve asymptotisch ab. Dies gilt sowohl für die Matrix, als auch für das Laminat. Plytron<sup>®</sup> erreicht eine maximale Kristallinität von etwa 57.3 % nach 2400 Stunden und die unverstärkte Matrix von etwa 54.5 % nach 1500 Stunden.

Ein ähnliches Verhalten bei der Zunahme des Kristallinitätsgrades zeigt Twintex<sup>®</sup> als Laminat ohne PET-Bindefäden und dessen unverstärkte Matrix (*Abb. 4.2.1-1 b*). Die Ausgangskristallinität liegt bei Twintex<sup>®</sup> mit ca. 42 % knapp 10 % unter der von Plytron<sup>®</sup>. Der Grund hierfür liegt in der kürzeren Zykluszeit bei der Fertigung und in der höheren Abkühlrate von Twintex<sup>®</sup> (Plytron<sup>®</sup>: 13°C/min; Twintex<sup>®</sup>: 66°C/min; siehe Kap. 3.1). Die Kristallinität der unverstärkten Matrix nimmt bis 500 Stunden, die des Laminats bis etwa 1000 Stunden schnell zu. Danach fla-

chen die Kurven ebenfalls asymptotisch ab und es folgt eine geringe weitere Kristallinitätszunahme. Die Kristallinitäten nach 2400 Stunden Lagerung betragen für Twintex<sup>®</sup> 51.2 % und für die unverstärkte Matrix 47.3 %.

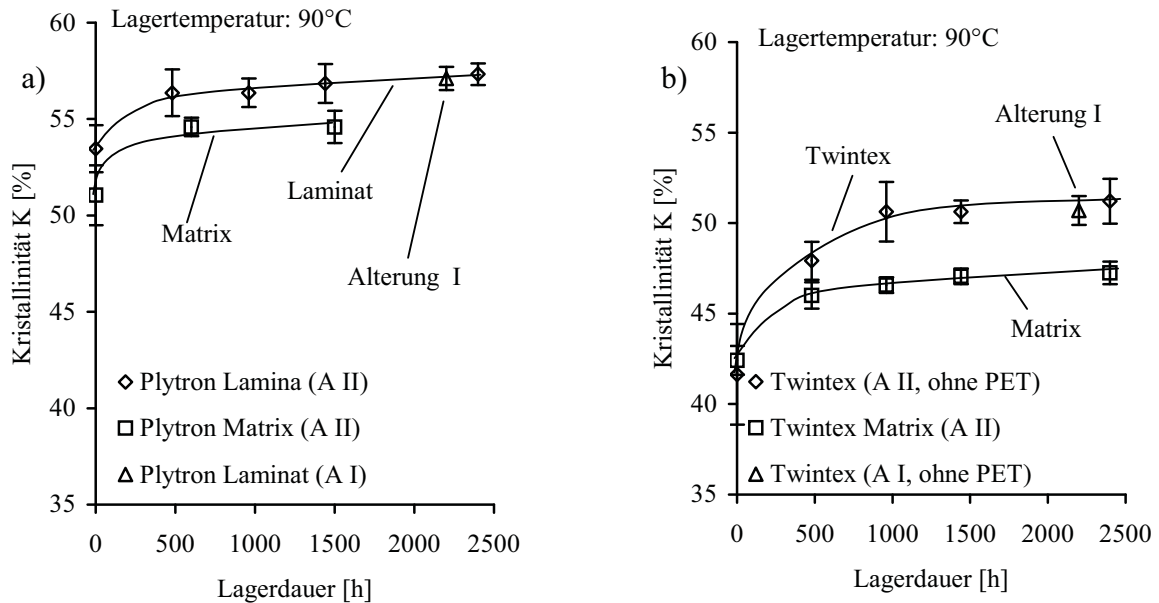


Abb. 4.2.1-1: Kristallinität der unverstärkten Matrix und des Laminats in Abhängigkeit von der thermischen Lagerdauer (A II, Lagertemperatur: 90°C) sowie der im Klimawechsel gealterten (A I) Lamine; a) Plytron<sup>®</sup>; b) Twintex<sup>®</sup>

In Abb. 4.2.1-2 a und b ist die absolute und die relative Zunahme des Kristallinitätsgrades, abhängig von der Lagerdauer, für beide Lamine und die jeweils unverstärkte Matrix dargestellt. Daraus werden mehrere Effekte ersichtlich. Erstens, je niedriger die Ausgangskristallinität  $K_0$  ist, desto größer ist die Kristallinitätszunahme. Zweitens, die Kristallinität erreicht eine Art Sättigungswert und drittens, die Glasfasern besitzen offensichtlich einen Einfluß auf die Kristallinitätszunahme.

Das Verhältnis zwischen Ausgangskristallinität und Kristallinitätszunahme wird besonders deutlich in der relativen Darstellung (Abb. 4.2.1-2 b). Dabei besitzt das Twintex<sup>®</sup>-Laminat und dessen Matrix einen deutlich höheren Zuwachs als Plytron<sup>®</sup>. Dieses Phänomen ist bereits von anderen Alterungsversuchen mit unverstärktem PP und Polyethylen bekannt /159, 160/. Das thermodynamische Gleichgewicht innerhalb der einzelnen Sphärolithe steigt mit zunehmender Kristallinität /40/. Je niedriger die Kristallinität innerhalb des Polymers ist, desto weniger Energie benötigen die Sphärolithe, um eine Erhöhung dieses inneren energetischen Gleichgewichtszustandes zu erreichen. Ist bereits eine sehr hohe Kristallinität und damit ein hoher Ord-

nungszustand der sphärolithischen Struktur vorhanden, so reicht eventuell die zugeführte Energie nicht mehr aus, um eine weitere Verschiebung zu einem höheren Ordnungszustand zu erreichen.

Der maximal erreichbare Grad an Kristallisierung eines teilkristallinen Thermoplasten ist abhängig von dessen molekularem Aufbau und kann unter technischen Bedingungen niemals 100 % erreichen /41/. Außerdem hängt er von dem während der Verarbeitung erreichten freiem Volumen, den Verarbeitungsdrücken und der Verarbeitungstemperatur ab. Durch thermische Lagerung nach der Verarbeitung kann es zu einem Nachkristallisieren kristallisationsfähiger Werkstoffbereiche kommen. Aber auch dann kann wiederum abhängig von der zugeführten Wärmeenergie und Kettenbeweglichkeit der Kristallisationsgrad eine bestimmte Schwelle nicht überschreiten. Diese Ergebnisse bestätigen Blundell und Tregub, die amorphes PEEK 30 bzw. 40 Minuten lang bei unterschiedlichen Temperaturen getempert und eine teilweise deutliche Zunahme der Kristallinität erreichten /152, 161/, die abhängig von der Tempertemperatur war.

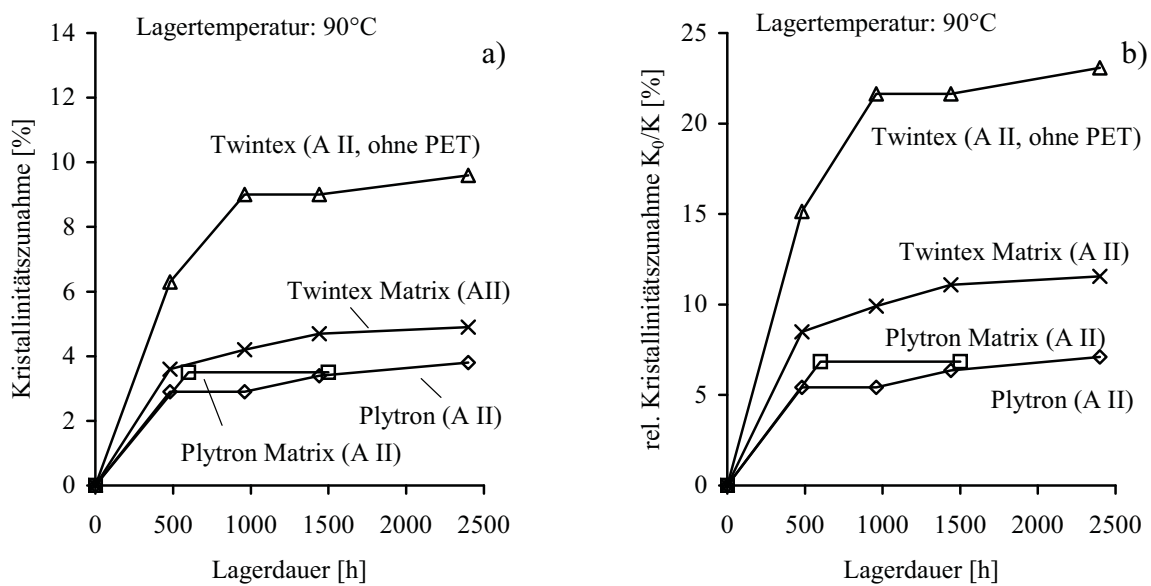


Abb. 4.2.1-2: Zunahme der Kristallinität in Abhängigkeit von der Lagerdauer; a) absolut; b) relativ zur Ausgangskristallinität  $K_0$

Trotz nahezu identischer Ausgangskristallinität erreicht das Twintex<sup>®</sup>-Laminat einen doppelt so hohen Zuwachs an Kristallinität als dessen unverstärkte Matrix. Dies kann mit der Wärmeleitfähigkeit der Glasfasern zusammenhängen, die um eine Dekade höher liegt als die des PP /156/. Dadurch kommt es während der Temperaturlagerung zu einem verbesserten Wärmetransport in die Matrix und das wiederum führt zu einem erleichterten Energieaustausch innerhalb des Laminats. Daß dieser Effekt bei Plytron<sup>®</sup> weniger ausgeprägt ist, kann mehrere Gründe haben.

Zum einen ist die Ausgangskristallinität um ein Vielfaches höher und dürfte bereits nahe am maximal möglichen Kristallisationsgrad liegen. Außerdem ist der Faservolumengehalt um etwa 10 % niedriger als bei Twintex<sup>®</sup>. Die Glasfasern liegen in Twintex<sup>®</sup> in gebündelter Form vor, so daß insgesamt mehr und schneller die Wärme in das Laminatinnere gelangen kann als bei Plytron<sup>®</sup>, wo eine gleichmäßige Verteilung der Fasern über den gesamten Querschnitt vorliegt. Allerdings kann der oben beschriebene Effekt des Wärmetransports in die Matrix nicht der einzige Grund für den höheren Nachkristallisationsgrad sein, da davon auszugehen ist, daß nach einer bestimmten Lagerzeit die Temperatur gleichmäßig über das Laminat verteilt ist. Tan hat einen vergleichbaren Effekt beim Kristallisationsverhalten nach der Verarbeitung von kurzfaserverstärktem PP/CF festgestellt /154/. Dabei nahm der Kristallisationsgrad mit zunehmendem Kohlenstoffasergehalt zu. Er schrieb diesen Effekt einer Verkürzung der molekularen Transportwege aufgrund der Kohlenstofffasern zu. Shiao konnte eine Veränderung der Kristallgröße in glasfaserverstärktem PA 66 ebenfalls dann feststellen, wenn mehrere Fasern dicht beisammen liegen, wohingegen dieser Effekt bei gleichmäßig in der Matrix verteilten Glasfasern nicht auftritt /155, 162/. Auch Shiao sieht den Grund dafür in einer verbesserten Energieübertragung, die allerdings erst ab einem genügend hohen zusammenhängenden Glasvolumen auftritt.

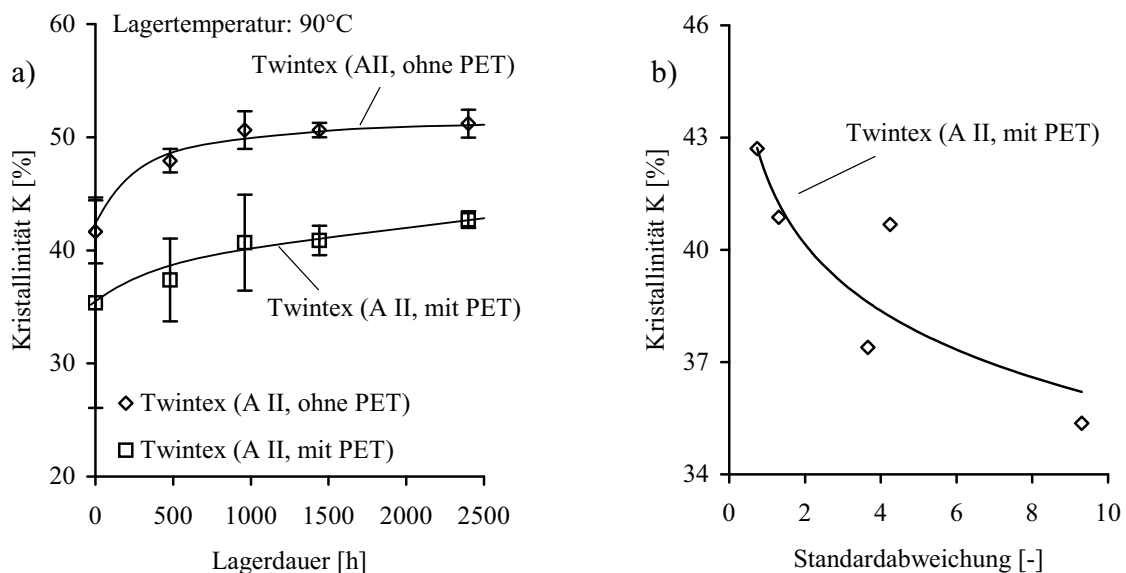


Abb. 4.2.1-3: a) Kristallinität von Twintex<sup>®</sup> mit und ohne PET Binfäden in Abhängigkeit von der Lagerdauer; b) Standardabweichung von Twintex<sup>®</sup> mit Binfäden in Abhängigkeit von der Kristallinität



Bei der Messung des Kristallinität von dem aus technischen Textilien hergestellten Twintex<sup>®</sup> mit Bindefäden aus PET fällt auf, daß die Ergebnisse stark streuen (Abb. 4.2.1-3). Diese Streuungen nehmen mit zunehmender Lagerzeit im Umluftofen und mit zunehmender Kristallinität ab (Abb. 4.2.1-3 b). Außerdem liegen die mit der DSC gemessenen Werte weit unter denen der unverstärkten Matrix. Da dieses Verhalten für glasfaserverstärktes PP untypisch ist, ist davon auszugehen, daß die Bindefäden aus PET die Ergebnisse beeinflussen. Es ist bekannt, daß PET im Temperaturbereich von etwa 160°C nachkristallisieren kann, bevor es bei ca. 250°C seinen Schmelzpunkt erreicht /145/. Das würde bedeuten, daß sich in der DSC-Analyse der endotherme Schmelzpeak des PP mit dem exothermen Kristallisationspeak des PET überlagert und somit die Messung „verfälscht“. Für diese Annahme spricht die Abnahme der Streuung der Meßergebnisse mit zunehmender Lagerdauer, da natürlich auch im PET eine Nachkristallisation stattfindet und damit der Effekt der Nachkristallisation schwindet. Allerdings müßte dann auch die gesamte Zunahme der gemessenen Kristallinität höher und annähernd gleich der des Laminats ohne PET-Bindefäden sein. Erste Messungen mit einer temperaturmodulierten DSC zeigen tatsächlich eine Überlagerung der beiden oben genannten Effekte /163/. Allerdings müssen für eine endgültige Klärung der Auswirkungen der PET-Bindefäden auf das Kristallisationsverhalten von Twintex<sup>®</sup> weitere Analysen erfolgen. Dafür erscheint die temperaturmodulierte DSC (TMDSC) ein geeignetes Verfahren.

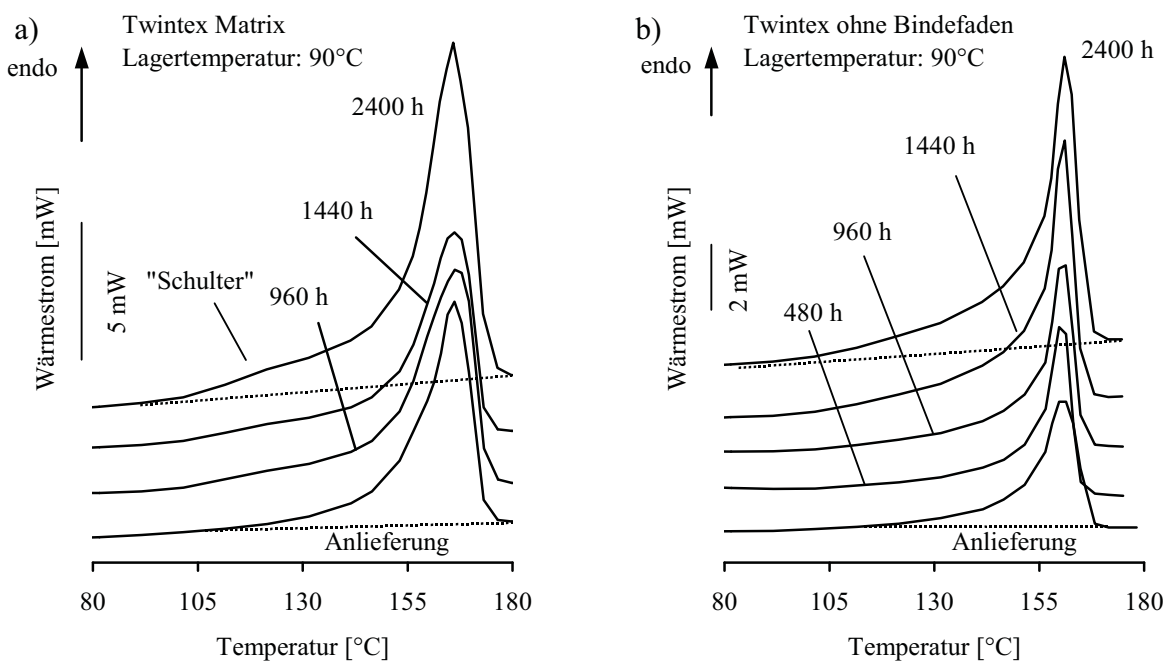
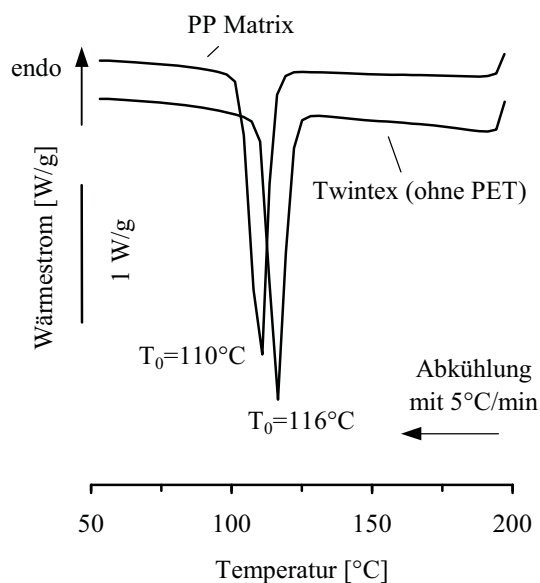


Abb. 4.2.1-4: Verlauf der DSC-Kurven in Abhängigkeit von der Lagerdauer von Twintex<sup>®</sup>; a) unverstärkte Matrix; b) Laminat ohne PET-Bindefäden

In den *Abb. 4.2.1-4* sind charakteristische DSC-Kurven der unverstärkten Matrix und des Laminats von Twintex<sup>®</sup> in Abhängigkeit von der Lagerdauer gezeigt. Es sind die endothermen Schmelzkurven der kristallinen Phasen in der ersten Aufheizung zu sehen. Allen Analysen ist gleich, daß die Schmelzenthalpie  $\Delta H_m$  unter der Kurve mit zunehmender Lagerdauer zunimmt und der Beginn der Schmelzreaktion früher einsetzt. Dies ist gleichbedeutend mit einer Kristallinitätserhöhung. Die Verbreiterung der Schmelzreaktion ist darauf zurückzuführen, daß während des Temperns zusätzliche, meist instabilere Sphärolithe entstehen, die früher aufschmelzen /145/. Bei den gealterten Laminaten setzt ein Aufschmelzen erster Kristallite teilweise schon bei ca. 90°C ein, während bei den angelieferten Proben ein meßbares Aufschmelzen erst ab etwa 110°C auftritt.

Die Kurven der unverstärkten Matrix zeigen zusätzlich eine sogenannte Temperschulter bei ca. 110°C, die durch Temperaturlagerungen bei ca. 20°C oberhalb der Lagerungstemperatur entstehen und bereits von anderen teilkristallinen Thermoplasten bekannt sind /164/. Auch diese Schulter ist auf die Bildung neuer, instabiler Sphärolithe zurückzuführen. Eine Änderung der Schmelztemperatur  $T_m$  kann nicht beobachtet werden.



*Abb. 4.2.1-5:* Kristallisation in der DSC für Twintex<sup>®</sup>, Kühlrate: 5°C/min nach geregelter Aufheizung auf 220°C

In *Abb. 4.2.1-5* sind von Twintex<sup>®</sup> die Kristallisationskurven der unverstärkten Matrix und des Laminats ohne Binfäden beim Abkühlen in der DSC zu sehen. Die Proben werden nach einer geregelten Aufheizung auf 220°C mit einer Geschwindigkeit von 5°C/min abgekühlt. Es tritt ein deutlicher Unterschied der Kristallisationstemperatur  $T_0$  zwischen der unverstärkten Matrix und

dem Laminat auf. Das Laminat kristallisiert bereits bei 116°C, während die Matrix erst bei 110°C kristallisiert. Bei Plytron<sup>®</sup> ist lediglich ein Unterschied von ca. 1.5°C zu erkennen. Beide Ergebnisse bestätigen die Annahmen zum Kristallwachstum aus Kap. 4.1. Die gebündelte Form der Glasfasern in Twintex<sup>®</sup> bewirken beim Abkühlen aus der Schmelze einen schnelleren Abtransport der Wärme aus dem Laminat aufgrund der höheren Wärmeleitfähigkeit der Glasfasern im Gegensatz zu der unverstärkten Matrix. Dadurch wird die effektive Kristallisationstemperatur  $T_0$  herabgesetzt und eine höhere Nukleierungsrate in der Matrix erzielt. In Plytron<sup>®</sup> bewirkt das geringere Faservolumen und die homogene Faserverteilung in der Matrix einen geringeren Unterschied in der Kristallisationstemperatur  $T_0$  im Vergleich zur unverstärkten Matrix.

### **Einfluß durch die Klimawechsellagerung**

Nach Fiebig treten morphologische, zeitabhängige Veränderungen in den kristallinen Bereichen von PP erst ab einer Temperatur von 60°C ein /38/. Bei niedrigeren Temperaturen kommt es zu Veränderungen in den amorphen Bereichen, die eine Dichteerhöhung bewirken. Diese Veränderungen haben aber keinerlei meßbare Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften /46/. Aus diesem Grund werden für die durch Klimawechsellagerung gealterten Lamine (Alterung I) ausschließlich die Lagerzeiten bei 90°C im Klimawechselschrank, bzw. Umluftofen berücksichtigt (2200 Stunden), um diese mit den rein thermisch gealterten (Alterung II) Laminaten zu vergleichen (*Abb. 4.2.1-1*). Die mit der DSC nach einer kompletten Klimawechselalterung (Alterung I) analysierten Kristallinitätsgrade liegen für Plytron<sup>®</sup> bei 57.1 % ( $\pm 0.6$  %) und für Twintex<sup>®</sup> ohne Binfäden bei 50.7 % ( $\pm 0.8$  %). Beide Werte liegen im Streubereich der für die rein thermisch gealterten (Alterung II) Lamine gemessenen Kurven (*Abb. 4.2.1-1*) und bestätigen damit die von Fiebig und Agarwal beschriebenen zeitabhängigen Temperatureinflüsse auf die kristallinen Bereiche der Matrix.

Neben Temperaturbelastungen werden die Lamine während der Klimawechselalterung zusätzlichen Feuchtebelastungen von maximal 95 % r. L. ausgesetzt. Um den Einfluß der Feuchte auf die Lamine zu untersuchen, werden neben reinen Feuchtelagerungen bei Raumtemperatur in destilliertem Wasser die Gewichtsveränderungen der Lamine nach den einzelnen Klimawechsel- und Temperaturlagerungen analysiert.

*Abb. 4.2.1-6 a* zeigt das Feuchteaufnahmeverhalten aller drei Lamine in destilliertem Wasser bei Raumtemperatur. Twintex<sup>®</sup> besitzt ein signifikant höheres Wasseraufnahmevermögen als Plytron<sup>®</sup>. Alle drei Lamine erreichen während einer Lagerdauer von 2300 Stunden einen Sättigungswert, der für Twintex<sup>®</sup> 1.62 %, für das unidirektionale Plytron<sup>®</sup> 0.4 % und für das Kreuz-

gelege 0.6 % beträgt. Die höhere Feuchtaufnahme von Twintex<sup>®</sup> ist auf die textilen Bindefäden aus PET zurückzuführen. Da diese während der Verarbeitung nicht aufschmelzen, kann es zu einer unzureichenden Imprägnierung der PET-Garne kommen. Die einzelnen PET-Fasern werden teilweise nicht von der PP-Matrix umhüllt. Es wird lediglich der Bindefaden als Ganzes umschlossen. Dadurch entstehen Mikrohohlräume entlang der PET-Fasern die es der Feuchte ermöglichen aufgrund von Kapillarwirkungseffekten in das Laminat einzudringen. Darüber hinaus besitzen die Twintex<sup>®</sup>-Laminat einen höheren Porenanteil. Ein Großteil der Feuchte gelangt über die Faser/Matrix-Grenzfläche in das Laminat. Die Feuchte selbst wird dann allerdings vor allem in der Matrix und deren Poren gespeichert /165/. Abb. 4.2.1-7 zeigt die Aufnahme eines Twintex<sup>®</sup> Zugstabs, nach einer Stunde Lagerung in einer Tintenlösung. Es ist deutlich zu erkennen, daß die Tintenlösung entlang der Bindefäden, aufgrund der Kapillarwirkung der oben beschriebenen Hohlräume, innerhalb der nicht aufgeschmolzenen PET-Garne in das Laminat eindringen kann.

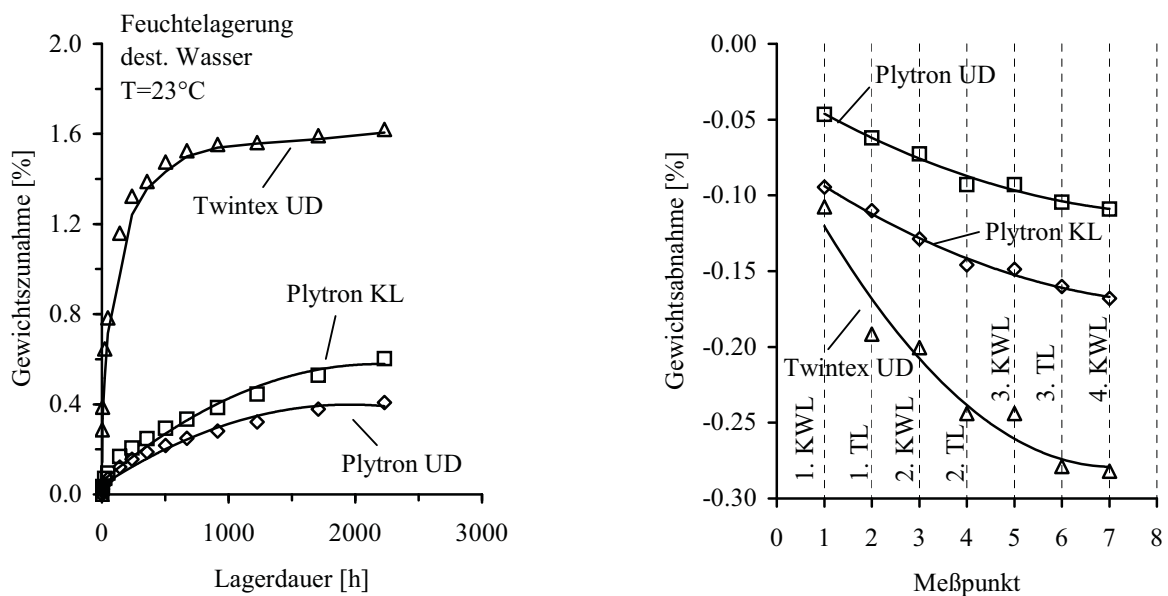


Abb. 4.2.1-6: a) Wasseraufnahmeverhalten der Laminat in destilliertem Wasser bei  $T = 23^{\circ}\text{C}$ ;  
b) Gewichtsabnahme während der Klimawechselalterung; KWL: Klimawechselalterung, TL: thermische Lagerung

Die geringe Feuchtaufnahme der Plytron<sup>®</sup>-Laminat spiegelt auch den unpolaren Charakter der Polypropylenmatrix wieder, die kaum Feuchte aufnimmt /166/. Der größte Anteil der Feuchte wird zunächst über Kapillaren der Faser/Matrix-Grenzfläche aufgenommen /167/. Dies erklärt auch die höhere Feuchtaufnahme der Kreuzlaminat, die fast doppelt so viele, senkrecht zur

Schnittfläche gelegene Faserflächen aufweisen als unidirektionale Lamine. Außerdem ist das Matrixvolumen in den Kreuzlaminaten geringfügig höher als in den unidirektionalen. Dies führt zu einer ebenfalls höheren Feuchteaufnahme. Vergleichbare Messungen ergaben für CF/Epoxid Sättigungswerte von 1.5 % /167/ und für CF/PEEK (APC 2) von 0.2 % /168/.

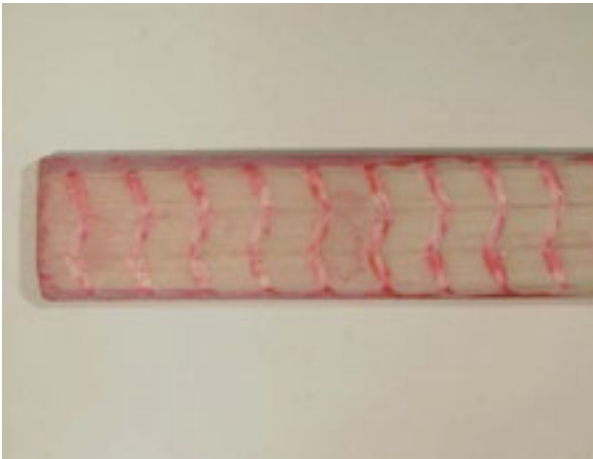


Abb. 4.2.1-7: in Tintenlösung gelagerter Twintex<sup>®</sup> Zugstab; Kapillarwirkung entlang der PET-Garne

Die in *Abb. 4.2.1-6 a* dargestellte Feuchteaufnahme wird für Proben gemessen, die in destilliertem Wasser eingelagert sind. Während der Klimawechsellagerung sind die Lamine jedoch maximal nur 190 Minuten zusammenhängend innerhalb eines Klimawechselzyklus einer Luftfeuchte von 95 % ausgesetzt (siehe dazu *Abb. 3.2-1* und *3.2-2* sowie *Tabelle 3.2-1*). Für eine komplette Klimawechsellagerung, in der der Klimawechselzyklus 25 mal wiederholt wird, werden die Lamine bei einer Lagerdauer von mehr als 290 Stunden insgesamt nur 79 Stunden mit 95 % r. L. beaufschlagt, bevor die Alterung mit einer thermischen Lagerung im Umluftofen weitergeführt wird. Um die Gewichtsveränderungen in Anschluß an die Klimawechsellagerungen und den thermischen Lagerungen zu verfolgen, wurden die Proben nach jedem Einlagern gewogen. Die Gewichtsveränderungen zwischen den Klimawechsellagerungen (KWL) und den thermischen Lagerungen (TL) sind in *Abb. 4.2.1-6 b* dargestellt. Es ist zu erkennen, daß eine Gewichtsabnahme erfolgt. Die Lamine nehmen während der Alterung im Klimawechsel keine zusätzliche Feuchte auf. Im Gegenteil, die Lamine verlieren an Gewicht, was auf eine Trocknung und den Verlust leicht flüchtiger Bestandteile zurückzuführen ist. Aufgrund des höheren Poren- und Fehlstellengehalts besitzt Twintex<sup>®</sup> vor Beginn der Klimawechselalterung einen höheren Feuchtegehalt und nimmt deswegen auch mehr und schneller an Gewicht ab als Plytron<sup>®</sup>.

#### 4.2.2 Dynamisch-Mechanische Eigenschaften

Mit Hilfe der dynamisch-mechanischen Analyse (DMA) können Aussagen über das mechanische Verhalten, die Veränderungen der Matrixmorphologie und der Faser/Matrix-Haftung von FVK in Abhängigkeit von Temperatur und Belastung getroffen werden. Die Faserorientierung, das Faservolumen, sowie die Meß- und Auswertemethoden bestimmen das Meßergebnis entscheidend und sind bei vergleichenden Untersuchungen zu berücksichtigen /169/. Im Rahmen dieser Arbeit werden alle Analysen im Torsionsmodus durchgeführt.

### Speichermodul $G'$

Der Speichermodul  $G'$  beschreibt die Steifigkeit eines viskoelastischen Werkstoffs und ist proportional zur maximal während eines Schwingenspiels elastisch gespeicherten Energie.  $G'$  erhöht sich mit zunehmendem Fasergehalt  $v_F$ . Durch die Orientierung der Fasern in der Belastungslängsachse tritt während der in der DMA aufgetragenen Torsionsbelastung eine Verformungshinderung auf. Am Probenrand kommt es zu Zug-, im Probeninneren zu Druckspannungen. Es ist deshalb zu erwarten, daß die Ergebnisse auf Schwankungen im Faservolumen sehr sensibel reagieren. Veränderungen in der Kristallinitäten der Matrix, wie sie bei unverstärkten, teilkristallinen Thermoplasten im Speichermodul erkennbar sind, können dadurch überdeckt werden. Deshalb wird nach jeder Messung der genaue Fasergehalt der Probe durch Veraschen ermittelt und die Ergebnisse auf ein mittleres Faservolumen von 35 % (Plytron<sup>®</sup>) bzw. 45 % (Twintex<sup>®</sup>) normiert, um eine bessere Vergleichbarkeit zu gewährleisten.

In *Abb. 4.2.2-1* sind die charakteristischen Verläufe der Speichermoduln, auf ein mittleres Faservolumen von 35 % für Plytron<sup>®</sup> und 45 % für Twintex<sup>®</sup> (mit PET-Bindefäden) normiert dargestellt. Der Speichermodul  $G'$  der thermisch gealterten Lamine (Alterung II) ist am höchsten, der der im Anlieferungszustand belassenen am niedrigsten. Dies kann zwei Gründe haben. Zum einen bewirkt eine Kristallinitätserhöhung der Matrix einen erhöhten E-Modul der kristallinen Matrixbereiche und damit des gesamten Laminats /161, 170/. Zum anderen kann es aufgrund der mit einer Kristallinitätserhöhung verbundenen Schwindung zu einem engeren Verbund zwischen der Matrix und den Fasern kommen, und damit zu einer verbesserten Faser/Matrix-Haftung, die ebenfalls zu höheren Modulwerten führt /171-174/. Eine ähnliche Annahme wurde bereits für kurzfaserverstärktes PEEK zur Erklärung des erhöhten Widerstands gegen Ermüdungsrißausbreitung von getemperten Proben im Vergleich zu angelieferten vorgeschlagen /175/. *Abb. 4.2.2-2* verdeutlicht diesen Effekt schematisch.

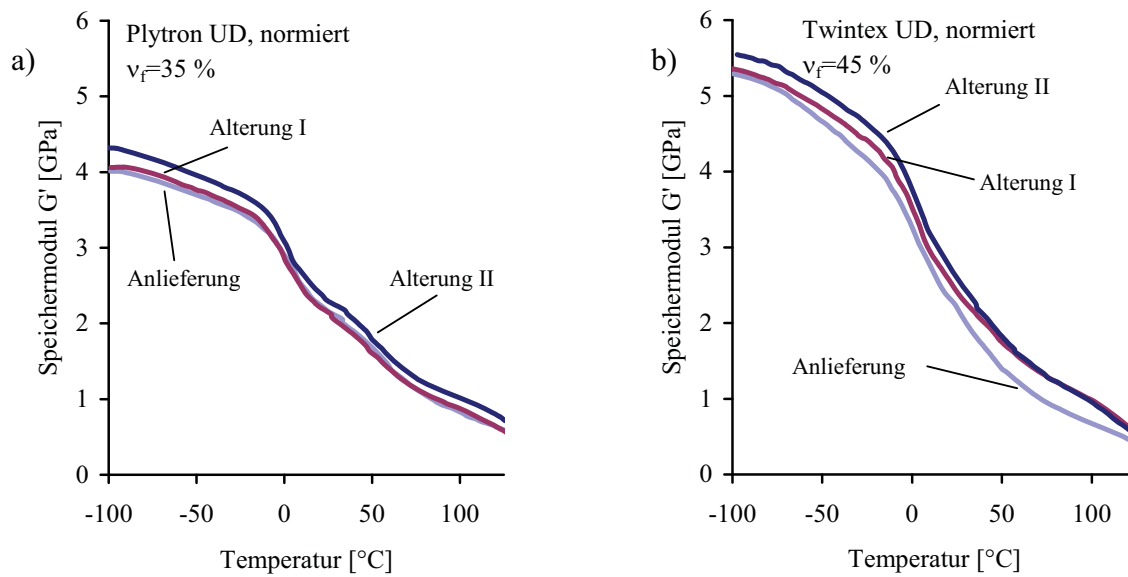


Abb. 4.2.2-1: Auf das Faservolumen  $v_f$  genormte Verläufe der Speichermoduln und Einfluß der Konditionierung; Alterung I: Klimawechselalterung; Alterung II: thermische Alterung; a)  $v_{f\text{Plytron}} = 35\%$ ; b)  $v_{f\text{Twintex}} = 45\%$ ;

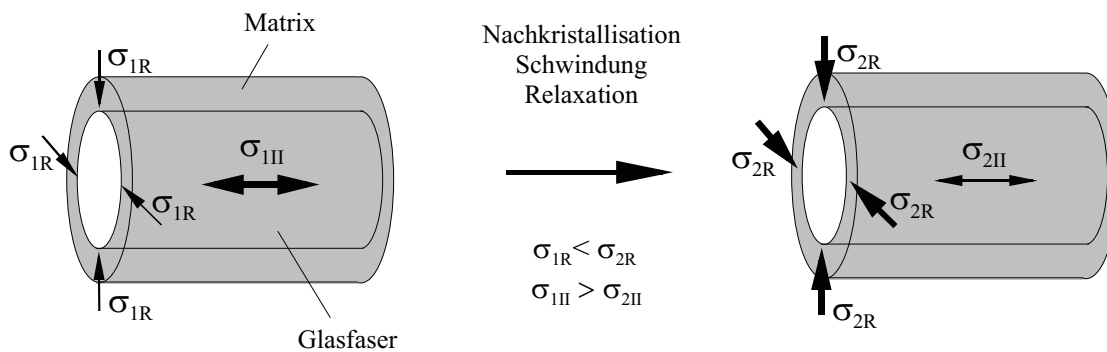


Abb. 4.2.2-2: Schematische Darstellung zum Einfluß der Kristallinitäts-erhöhung und der damit verbundenen Schwindung sowie der Relaxationsvorgänge auf die Faser/Matrix-Haftung;  $\sigma_{xII}$ : tangentielle Zugspannung entlang der Faserachse;  $\sigma_{xR}$ : radiale Druckspannungen auf die Faser; x: im Anlieferungszustand (1), thermisch gealtert (2);

Aufgrund der mit einer Nachkristallisation verbundenen Schwindung der kristallinen Matrixbereiche kommt es zu einer Erhöhung der radialen Druckspannungen  $\sigma_R$  von der Matrix auf die Verstärkungsfasern. Dadurch wird eine bessere mechanische Übertragung von Schubspannungen zwischen Faser und Matrix möglich. Die Erhöhung der radialen Druckspannungen kann eine erhöhte Faser/Matrix-Festigkeit bewirken und damit den Modul des Laminats insgesamt erhöhen.

Neben den beschriebenen Schwindungsprozessen ist zusätzlich zu erwarten, daß Relaxationsprozesse in der Matrix aufgrund der Wärmelagerungen eintreten /155, 162, 176-178/. Dabei werden die durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Glasfasern und PP während der Verarbeitung eingebrachten thermischen tangentialen Zugspannungen  $\sigma_{II}$  verringert. Der Abbau der tangentialen Zugspannungen besitzt offensichtlich einen geringeren Einfluß auf den Schubmodul  $G'$  als die Erhöhung der Matrixkristallinität und der damit verbundenen radialen Druckspannungen.

Obwohl die Kristallinität der Lamine nach beiden Alterungskonditionierungen (Klimawechsel- und thermische Lagerung) fast identisch sind (vergleiche Kap. 4.2.1), zeigen die Klimawechselgealterten Lamine (Alterung I) keine signifikante Erhöhung des Schubmoduls. Es ist zu vermuten, daß mit den Temperaturwechseln, denen diese Lamine ausgesetzt werden, die Grenzflächen zwischen den Fasern und der Matrix aufgrund der unterschiedlichen Temperaturexpansionskoeffizienten geschwächt werden. Die Kristallinitätssteigerung der Matrix und die gleichzeitige Verschlechterung der Faser/Matrix-Verbindung überlagern sich dann.

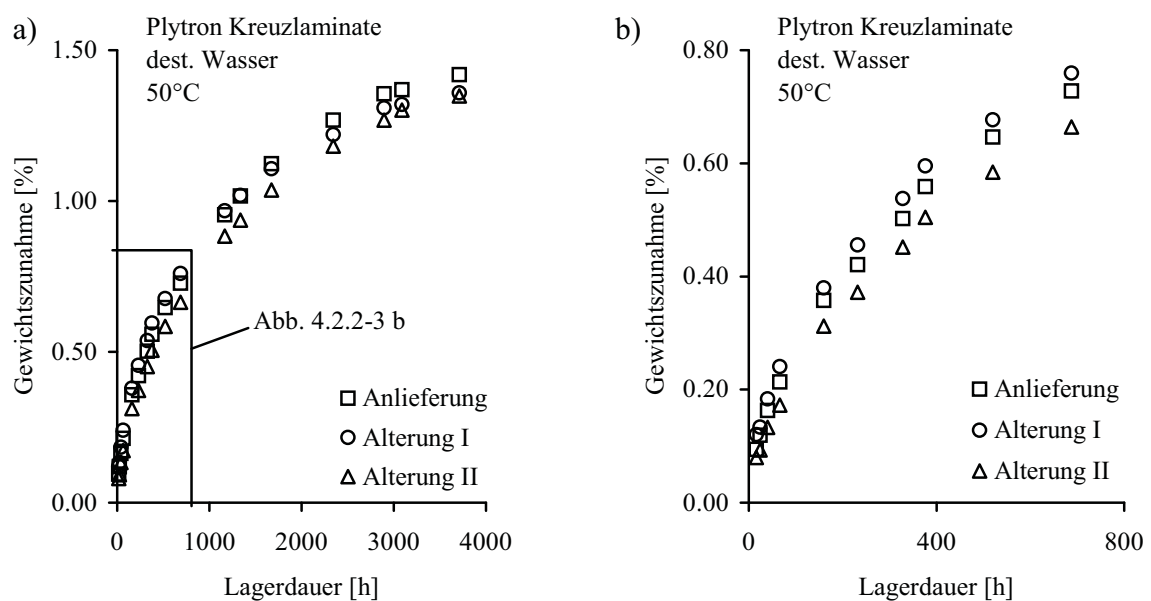


Abb. 4.2.2-3: a) Feuchteaufnahme in destilliertem Wasser bei 50°C für Plytron® Kreuzlamine; b) Vergrößerung aus a)

Eine Verschlechterung der Faser/Matrix-Verbindung kann unter anderem über das Feuchteaufnahmeverhalten nachgewiesen werden. Dabei nehmen die Lamine mit schlechterer Haftung insgesamt nicht mehr Feuchte auf, aber der Diffusionskoeffizient, die Geschwindigkeit der Feuchteaufnahme, ist zu Beginn der Feuchtelagerung höher /133/. Die Begründung, daß bei

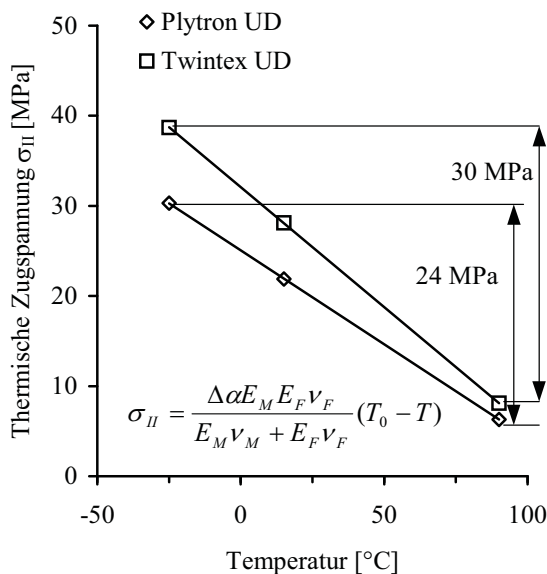


schlechterer Faser/Matrix-Haftung nicht mehr Feuchte aufgenommen wird, ist, daß in Laminaten ein vielfach höherer Anteil an Feuchte über das Polymergefüge und dessen Fehlstellen eingelagert wird, als über die Faser/Matrix-Grenzfläche selbst /165/. In *Abb. 4.2.2-3* ist das Feuchteaufnahmeverhalten der Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlamine in destilliertem Wasser bei 50°C dargestellt. Der Diffusionskoeffizient der Klimawechsel belasteten Lamine (Alterung I) ist zu Beginn der Feuchtelagerung deutlich höher, als für die angelieferten bzw. thermisch gealterten (Alterung II) Lamine (*Abb. 4.2.2-3 b*). Der Diffusionskoeffizient der thermisch gealterten Lamine ist am geringsten und bestätigt damit die oben getroffenen Annahmen der Haftungsverbesserung und der Relaxationsvorgänge in der Matrix. Der Sättigungswert liegt für die angelieferten Lamine nach fast 4000 Stunden mit 1.42 % am höchsten, wohingegen die Klimawechsel belasteten Lamine (Alterung I) in etwa den gleichen Wert wie die thermisch gealterten Lamine (Alterung II) von ca. 1.35 % erreichen (*Abb. 4.2.2-3 a*). Die höhere Feuchteaufnahme gegenüber den bei Raumtemperatur gelagerten Laminaten (*Abb. 4.2.1-6 a*) liegt in der höheren Molekülbeweglichkeit der amorphen Bereiche begründet. Pomies und Carlsson vermuten zusätzlich eine Schädigung der Molekülkettenstruktur aufgrund der weit über der Glasübergangstemperatur  $T_g$  liegenden Lagertemperatur /76/. Obige Ergebnisse bestätigen die Annahme einer verschlechterten Faser/Matrix-Haftung der Klimawechsel belasteten Lamine (Alterung I). Für eine Feuchteaufnahme in teilkristallinen Thermoplasten sind die amorphen Polymerbereiche und Fehlstellen in der Matrix ausschlaggebend, weil dort um ein Vielfaches mehr Feuchte aufgenommen werden kann als in den dicht gepackten, kristallinen Bereichen. Das erklärt die geringere Feuchteaufnahme der gealterten, höher kristallinen Lamine.

Zu einer Schädigung der Grenzflächen zwischen den Fasern und der Matrix durch die Klimawechselzyklen kann es aus zwei Gründen kommen: Zum einen besitzen die Glasfasern einen um etwa zwei Dekaden niedrigeren Ausdehnungskoeffizienten als PP und zum anderen bewirken die Temperaturschwankungen während der Klimawechselbelastung eine Erhöhung bzw. Erniedrigung von Zugspannungen entlang den Faserlängsachsen, deren Größe abhängig von der jeweiligen Belastungstemperatur ist /179-182/. Schapery hat für die während der Verarbeitung in ein Laminat eingebrachten thermischen Spannungen einen energetischen, dreidimensionalen Ansatz vorgeschlagen /183/. Aus diesem Ansatz leiteten Nairn und Zoller eine einfache, eindimensionale Abschätzung der mindestens in Faserrichtung auftretenden Zugspannungen in Abhängigkeit von der im Laminat vorherrschenden Temperatur ab (Gleichung 4.2.1) /184-186/:

$$\sigma_{II} = \frac{\Delta\alpha E_M E_F v_F}{E_M v_M + E_F v_F} (T_0 - T) \quad (4.2.1)$$

$\sigma_{II}$  entspricht der Zugspannung parallel zu der Faserlängsachse,  $\Delta\alpha$  der Differenz der Ausdehnungskoeffizienten zwischen Faser und Matrix,  $E_m$  und  $E_F$  dem E-Modul der Matrix und der Faser,  $v_F$  und  $v_M$  dem Faser- bzw. dem Matrixvolumen,  $T_0$  der Kristallisationstemperatur der Matrix und  $T$  der jeweiligen Belastungstemperatur. Nairn und Zoller gehen davon aus, daß sich erst ab dem Erstarren aus der Schmelze Spannungen zwischen den Fasern und der Matrix aufbauen. Die mit Hilfe der DSC ermittelten Kristallisationstemperaturen  $T_0$  betragen sowohl für Twintex<sup>®</sup> als auch für Plytron<sup>®</sup> ca. 120°C. Alle weiteren Werte können den *Tabellen 3.1-1* und *4.1-1* entnommen werden. Damit ergeben sich die in *Tabelle 4.2.2-1* und *Abb. 4.2.2-4* aufgeführten thermischen Zugspannungen in der Faser/Matrix-Grenzschicht abhängig von der im Klimawechselzyklus vorherrschenden Temperatur.



*Tabelle 4.2.2-1:* Thermische Zugspannungen  $\sigma_{II}$  entlang der Faserlängsachse in [MPa]

Plytron <sup>®</sup>		
90°C	15°C	-25°C
6.3	21.9	30.3
Twintex <sup>®</sup>		
90°C	15°C	-25°C
8.1	28.1	38.7

*Abb. 4.2.2-4:* Thermische Zugspannungen  $\sigma_{II}$  entlang der Faserlängsachse

Es ist davon auszugehen, daß die errechneten Spannungsamplituden von etwa 24 MPa für Plytron<sup>®</sup> bzw. 30 MPa für Twintex<sup>®</sup> zwischen einem Temperaturwechsel von 90°C auf -25°C durchaus eine Schwächung, wenn nicht gar vereinzelt Totalablösungen der Fasern von der sie umgebenden Matrix bewirken können. Jedes im Klimawechsel gealterte Laminat (Alterung I) durchläuft 100 dieser Temperaturwechsel.

Ein Vergleich des Verlaufs der Speichermoduln  $G'$  beider Laminat im Anlieferungszustand zeigt die Untergliederung in die drei Bereiche energieelastisch, Glasübergang und entropieelastisch (Abb. 4.2.2-5). Die Temperaturgrenzen für diese Zustandsbereiche können Tabelle 4.2.2-2 entnommen werden. Für die Auswertung wird der Verlauf des Verlustfaktors  $\tan \delta$  herangezogen. Der höhere Speichermodul im energieelastischen Bereich von Twintex<sup>®</sup> macht den Einfluß des Fasergehalts deutlich. Ein höherer Faservolumengehalt behindert die Tordierung der Probe, solange die Faser/Matrix-Grenzfläche steif genug ist, um die Spannungen auf die Fasern zu übertragen. Dabei fallen die Speichermoduln von Twintex<sup>®</sup> im energieelastischen Bereich steiler ab, als die von Plytron<sup>®</sup>. Das zeigt, daß sich der höhere Faservolumenanteil von Twintex<sup>®</sup> nur im energieelastischen Zustand der Laminat auswirkt. Vergleichbare Verläufe von wirrmattenverstärktem PP (GMT) unterschiedlicher Faservolumina finden sich auch in früheren Veröffentlichungen /173, 187/.

Tabelle 4.2.2-2 Charakteristische Temperaturgrenzen der Laminatzustandsbereiche

T [°C]	Energieelastischer Bereich	Glasübergangsbereich	Entropieelastischer Bereich
<b>Plytron<sup>®</sup></b>	-∞ - -25	-25 - 30	ab 30
<b>Twintex<sup>®</sup></b>	-∞ - -25	-25 - ca. 30	ab ca. 30

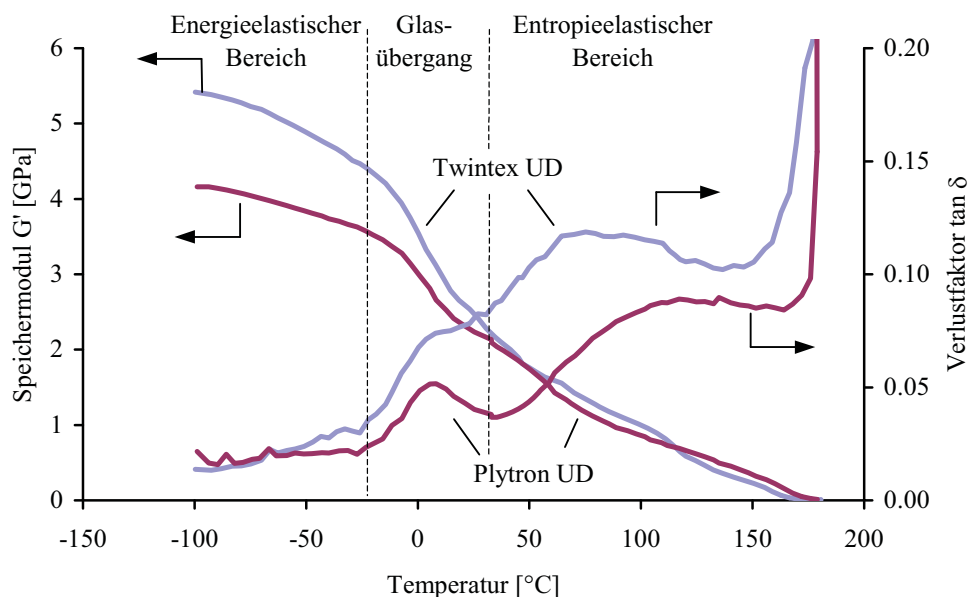


Abb. 4.2.2-5: Charakteristische Verläufe der Speichermoduln  $G'$  und der Verlustfaktoren  $\tan \delta$  für Plytron<sup>®</sup> UD und Twintex<sup>®</sup> UD im angelieferten Zustand

Auffällig ist, daß der Speichermodul ab ca. 45°C für beide Lamine nahezu identisch ist, obwohl Twintex® ein um 10 % höheres Faservolumen besitzt. Offensichtlich tragen die zusätzlichen Fasern ab einer bestimmten Temperatur nicht mehr zur Steigerung der Werkstoffsteifigkeit unter Torsionsbelastung bei und die Torsionssteifigkeit wird ausschließlich durch die Matrix bestimmt. Ein Einfluß der PET-Bindefäden auf den Verlauf des Speichermoduls von Twintex® ist nicht erkennbar.

Dieses Verhalten ist für eine Bauteilauslegung auf Torsionsbelastung besonders zu berücksichtigen. Twintex® verliert 51 % der Torsionssteifigkeit in dem Temperaturintervall zwischen -100°C und 0°C, Plytron® hingegen nur 27 % (Tabelle 4.2.2-3).

### Verlustmodul G''

Der Verlustmodul G'' ist ein Maß für die während eines Schwingenspiels durch innere Reibung und molekulare Umordnungsprozesse dissipierte Energie. Vergleichbar dem Speichermodul ist sein Verlauf von prüf- und probenbedingten Einflüssen abhängig, weist jedoch eine größere Sensitivität gegenüber Veränderungen in der Matrix auf.

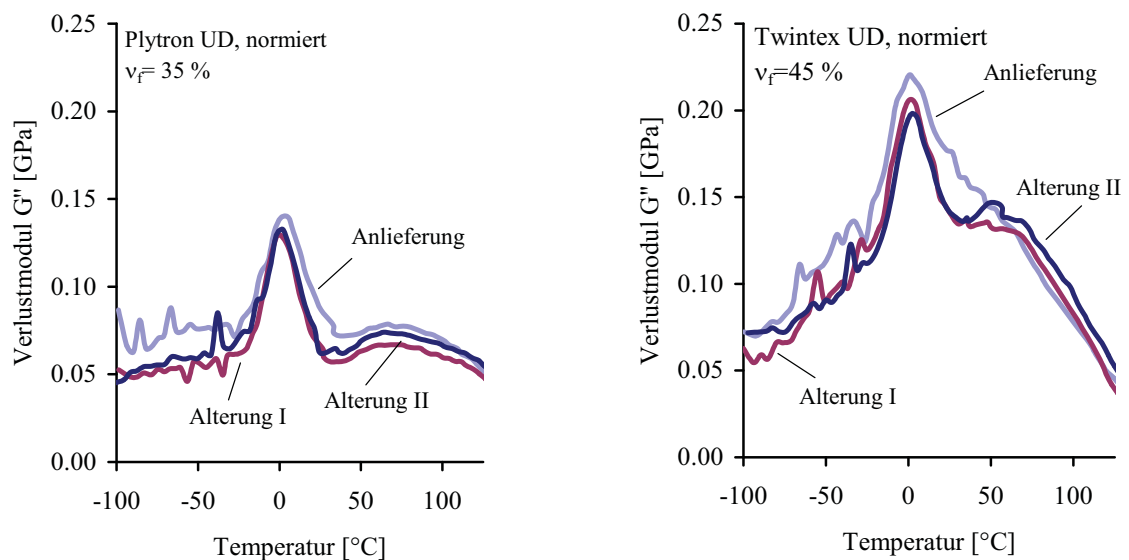


Abb. 4.2.2-6: Normierte charakteristische Verläufe der Verlustmoduln;  $v_{fPlytron®} = 35\%$ ,  $v_{fTwintex®} = 45\%$ ; Einfluß der Konditionierungen;

Abb. 4.2.2-6 zeigt die charakteristischen Kurvenverläufe des Verlustmoduls beider unidirektionaler Lamine, ebenfalls auf den Fasergehalt von 35 % bzw. 45 % normiert. Die Kurven be-

sitzen ein ausgeprägtes Maximum ( $\beta$ -Relaxation) in dem Moment, in dem die durch die Erweichung ermöglichten Molekülbewegungen in der Matrix der schwingenden Belastung des Analysators gerade folgen können. Dadurch kommt es in diesem Augenblick zu einem Maximum an innerer Reibung und unelastischer Verformung. Dieses Maximum wird unter anderem als Maß für die Glasübergangstemperatur  $T_g$  verwendet. Bei der Auswertung der Temperaturen dieser Maxima können keine signifikanten Unterschiede zwischen den einzelnen Konditionierungen festgestellt werden (Tabelle 4.2.2-3). Offensichtlich besitzen die Konditionierungen keinen Einfluß auf die in der DMA gemessene Glasübergangstemperatur.

Die angelieferten Lamine weisen die höchsten Verlustmoduln auf. Dies steht im Einklang mit den aus den DSC-Messungen erhaltenen Ergebnissen, die eine in etwa für beide Alterungen gleiche Kristallinitätszunahme der Matrix vermuten lassen. Die Matrix erhöht durch eine Zunahme der geordneten und dichter gepackten kristallinen Bereiche ihren Modul und gleichzeitig wird die Möglichkeit freier Molekülkettenbewegungen in den amorphen Bereichen geringer und damit auch die Wahrscheinlichkeit innerer Reibungsprozesse.

Die Maxima der Verlustmoduln sind für Twintex<sup>®</sup> um ca. 80 % höher als für Plytron<sup>®</sup>. Die Gründe hierfür liegen nicht ausschließlich in der geringeren Kristallinität. Untersuchungen an PP-Fasern haben gezeigt, daß der Verlustmodul nur in sehr geringem Maß durch die Kristallinität der Matrix beeinflusst wird. Vielmehr besitzen der Laminataufbau und die Fasergehalte einen entscheidenden Einfluß. Mit höherem Fasergehalt tritt mehr innere Reibung an der Faser/Matrix-Grenzfläche auf. Dies führt zu dem höheren Verlustmodul von Twintex<sup>®</sup> /188, 189/. Zusätzlich wirkt sich der höhere Porengehalt von Twintex<sup>®</sup> auf den Verlustmodul steigend aus.

Tabelle 4.2.2-3 Glasübergangstemperatur  $T_g$  der unidirektionalen Lamine in Abhängigkeit von ihrer Konditionierung

Laminat/ Konditionierung	G' [GPa]		G'' <sub>max</sub>		tan $\delta_{max}$	
	G'' <sub>max</sub>	tan $\delta_{max}$	°C	GPa	°C	
Plytron <sup>®</sup> UD						
Anlieferung	2.72 ± 0.03	2.57 ± 0.21	2.1 ± 0.08	0.141 ± 0.01	2.2 ± 0.22	0.0495 ± 0.002
Alterung I	2.86 ± 0.02	2.77 ± 0.11	1.8 ± 0.18	0.130 ± 0.01	2.6 ± 1.23	0.0456 ± 0.002
Alterung II	3.16 ± 0.15	3.02 ± 0.03	1.1 ± 0.36	0.122 ± 0.01	4.6 ± 1.24	0.0449 ± 0.001
Twintex <sup>®</sup> UD						
Anlieferung	3.30 ± 0.05	2.65 ± 0.13	1.2 ± 1.32	0.246 ± 0.01	6.7 ± 2.89	0.0760 ± 0.002
Alterung I	3.36 ± 0.26	3.06 ± 0.11	1.1 ± 0.89	0.222 ± 0.01	5.7 ± 1.65	0.0689 ± 0.001
Alterung II	3.81 ± 0.13	3.57 ± 0.13	1.8 ± 0.37	0.207 ± 0.01	5.6 ± 0.21	0.0570 ± 0.001

## Verlustfaktor $\tan \delta$

Der Verlustfaktor  $\tan \delta$  beschreibt das Verhältnis zwischen Verlust- und Speichermodul und ist ein Maß für die mechanische Dämpfung. Mit zunehmenden plastischen Verformungsanteilen im Laminat nimmt die Dämpfung zu. Da der Verlustfaktor unabhängig vom Elastizitätsmodul des Werkstoffs ist, also nur von dem Verhältnis zwischen Speicher- und Verlustmodul abhängt, gleichen sich Fehler in den Messungen beider Moduln innerhalb einer Meßreihe aus /190/ und der Verlustfaktor wird unabhängig von Probeneinflüssen, wie z. B. dem Faservolumengehalt. Dadurch können morphologische und mechanische Veränderungen in FVK, in denen normalerweise nur die Summe der Reaktionen der Verbundkomponenten erfaßbar sind, sehr genau analysiert werden.

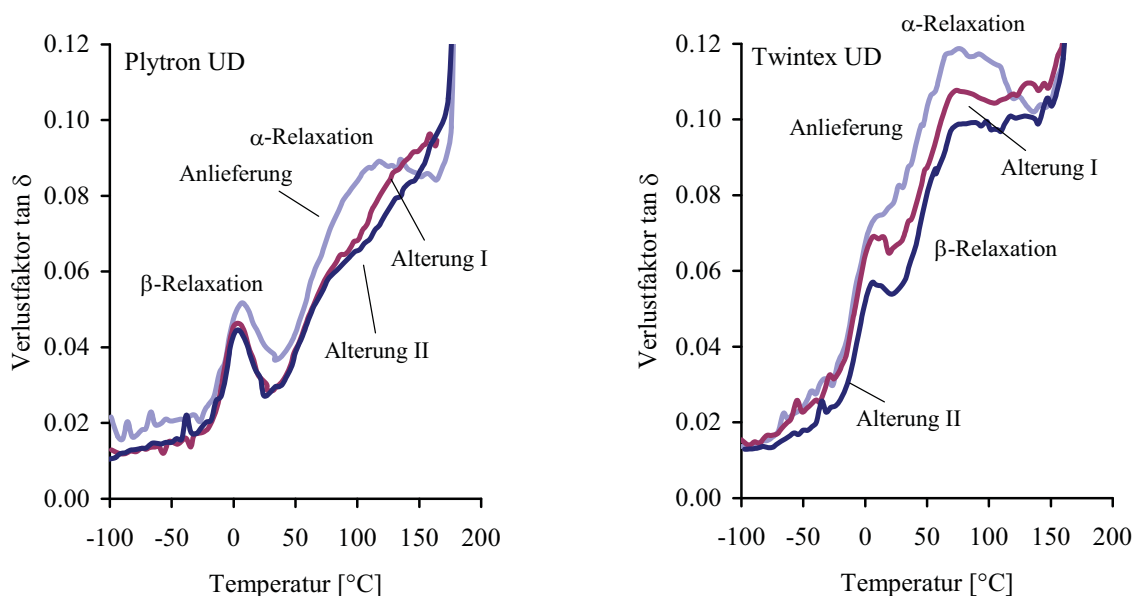


Abb. 4.2.2-7: Charakteristische Verläufe der Verlustfaktoren  $\tan \delta$ ; Einfluß der Konditionierungen

Alle Kurven der unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Lamine weisen ein lokales Maximum der  $\beta$ -Relaxation (Glasübergang  $T_g$ ) des PP's bei etwa 2°C auf (Abb. 4.2.2-7). Die Temperaturmittelwerte dieser Maxima sind für die unterschiedlichen Konditionierungen in Tabelle 4.2.2-3 zusammengefaßt. Eine Beeinflussung der Glasübergangstemperatur durch die Konditionierungen ist nicht erkennbar. Die Kurve der angelieferten Lamine besitzt ein zweites lokales Maxima, die sogenannte  $\alpha$ -Relaxation. Während die  $\beta$ -Relaxation die Glasübergangstemperatur  $T_g$  kennzeichnet und die Möglichkeit der Kettenbeweglichkeit der amorphen Bereiche in der Matrix beschreibt, ist die  $\alpha$ -Relaxation ein Maß für die Bewegungsfreiheit der kristallinen Matrixbereiche /187/. Die Verringerung der Verlustmaxima der  $\beta$ -Relaxation ist auf eine Reduzierung des freien Volumens der amorphen Bereiche zurückzuführen /46/ und bietet eine indirekte Möglichkeit

Kristallinitätsunterschiede zu analysieren. Aufgrund von Relaxationsreaktionen durch thermische Alterung entsteht eine Dichteerhöhung der amorphen Matrixbereiche und durch Verringerung der zwischenmolekularen Abstände eine Erhöhung der zwischenmolekularen Kräfte /38, 45/.

Nach dem ersten Absinken oberhalb der Glasübergangstemperatur steigt die Dämpfung ab ca. 30°C deutlich über das bereits erreichte Maximum an. Dieses Verhalten korrespondiert mit dem Abfall des Speichermoduls und kann mit einer erhöhten Kettenbeweglichkeit der amorphen Matrixbereiche erklärt werden. Da ein Großteil der amorphen Molekülketten in PP die kristallinen Bereiche miteinander verbindet, ragen deren Kettenenden teilweise in die kristallinen Bereiche hinein und sind dementsprechend „vernetzt“. Erst bei höheren Temperaturen besitzen diese Molekülketten genügend Energie, um ebenfalls freie Schwingungen auszuführen /187/. Deshalb kommt es oberhalb der Glasübergangstemperatur zu einem Anstieg der Dämpfung mit Zunahme der Temperatur. Ein zweiter Einflußfaktor fördert zusätzlich den Anstieg der Dämpfung; der thermische Ausdehnungskoeffizient für Glasfasern bleibt bis 250°C konstant /35/. Der thermische Ausdehnungskoeffizient von PP steigt dagegen im Bereich des Glasübergangs zusätzlich an /41, 191/. Das führt aufgrund der Volumenrelaxation des PP zu einer Verringerung der radialen Druckspannungen um die Fasern und zu Scherspannungen in der Faser/Matrix-Grenzfläche. Beides bewirkt eine zusätzliche Erhöhung der unelastischen Verformungsanteile im Laminat.

Die Dämpfung von Twintex<sup>®</sup> ist höher als von Plytron<sup>®</sup>. Nach Edie /188/ liegt der Grund hierfür in dem höheren Faservolumen und dem dadurch höheren Grenzflächenanteil, der in Laminaten ausschlaggebend für das Dämpfungsverhalten ist. Außerdem bewirkt der höhere Anteil an amorphen Matrixbereichen eine Dämpfungserhöhung. Ein deutliches Absinken nach dem Glasübergang ( $\beta$ -Relaxation) ist nur für die beiden gealterten Laminat vorhanden. Im Gegensatz zu Plytron<sup>®</sup> besitzt Twintex<sup>®</sup> für alle Konditionierungen eine ausgeprägte  $\alpha$ -Relaxation die von der Morphologie der kristallinen Matrixbereiche bestimmt wird und mit höherem Anteil kristallin geordneter Matrixbereiche an Höhe und Fläche abnimmt /187/.

### **4.3 Statische Eigenschaften und Schädigungsverhalten**

#### **4.3.1 Transversale Zugeigenschaften**

##### **Einfluß der Konditionierungen**

Transversale (90° zur Faserrichtung) Zugversuche geben Aufschluß über die Matriceigenschaften und über die Grenzflächenfestigkeit zwischen Fasern und Matrix. *Abb. 4.3.1-1 a* und *b* zei-

gen die Spannungs-Dehnungs-Verläufe der unterschiedlichen Konditionierungen der unidirektionalen Laminare. Plytron<sup>®</sup> besitzt ein überwiegend elastisches Werkstoffverhalten. Die angelieferten Proben verformen sich zum Ende der Belastung geringfügig plastisch. Die Elastizitätsmoduln von Plytron<sup>®</sup> sind annähernd identisch (Abb. 4.3.1-3 c). Dies liegt daran, daß die Kristallinitätsgrade der Matrix aller drei Konditionierungen geringfügig unterschiedlich sind und sich mögliche Veränderungen der Faser/Matrix-Grenzfläche kaum auf den Elastizitätsmodul auswirken /54, 57/.

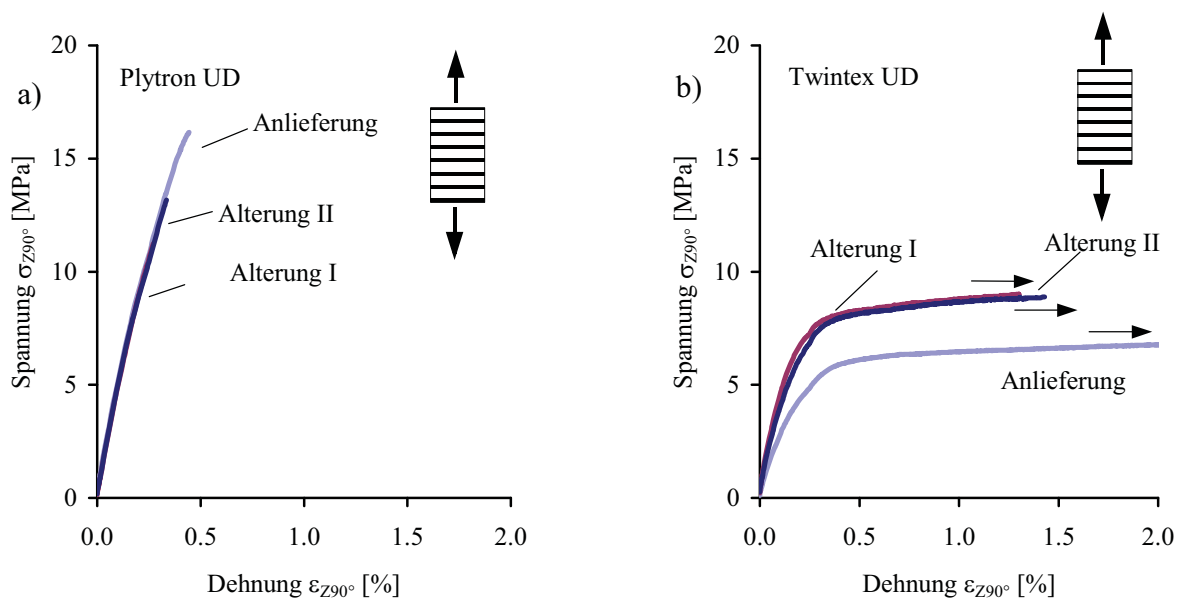


Abb. 4.3.1-1 Charakteristische Spannungs-Dehnungs-Verläufe in Abhängigkeit von der Konditionierung; a) Plytron<sup>®</sup> UD; b) Twintex<sup>®</sup> UD

Twintex<sup>®</sup> zeigt unabhängig von der Konditionierung ausgeprägte plastische Verformungen im Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Die Dehnungen werden nicht bis zum Erreichen der Bruchdehnung bei ca. 8 % gemessen, was mit Pfeilen an den Kurven angedeutet wird. Der Grund hierfür ist, daß mit zunehmender Dehnung keine weitere Spannungszunahme erfolgt. Die Proben sind beim Abflachen der Spannungs-Dehnungs-Kurve bereits gebrochen.

Abb. 4.3.1-2 verdeutlicht die Schädigungsentwicklung in Twintex<sup>®</sup> sowie die Bestimmung der Festigkeitswerte (Tabelle 4.3.1-1). Durch den Schnittpunkt der an die elastischen bzw. plastischen Bereiche der Spannungs-Dehnungs-Kurve angelegten Tangenten ist eine gute Näherung für die tatsächlichen Bruchfestigkeiten ( $\sigma_{bz90^\circ}$ ) bzw. -dehnungen ( $\epsilon_{bz90^\circ}$ ) erreicht, die mit denen von Plytron<sup>®</sup> verglichen werden können. Im Bereich 1 erfolgt zunächst eine elastische Verformung, dann tritt mit zunehmender plastischer Verformung des Laminats am Ende des Bereichs 2



ein erster durchgehender Querriß ein. Ab diesem Punkt hat das Laminat bereits versagt. Bei weiterer Belastung wird die Probe alleine durch die parallel zur Belastung verlaufenden Binfäden zusammengehalten (Bereich 3), bis auch deren Bruchfestigkeit erreicht ist.

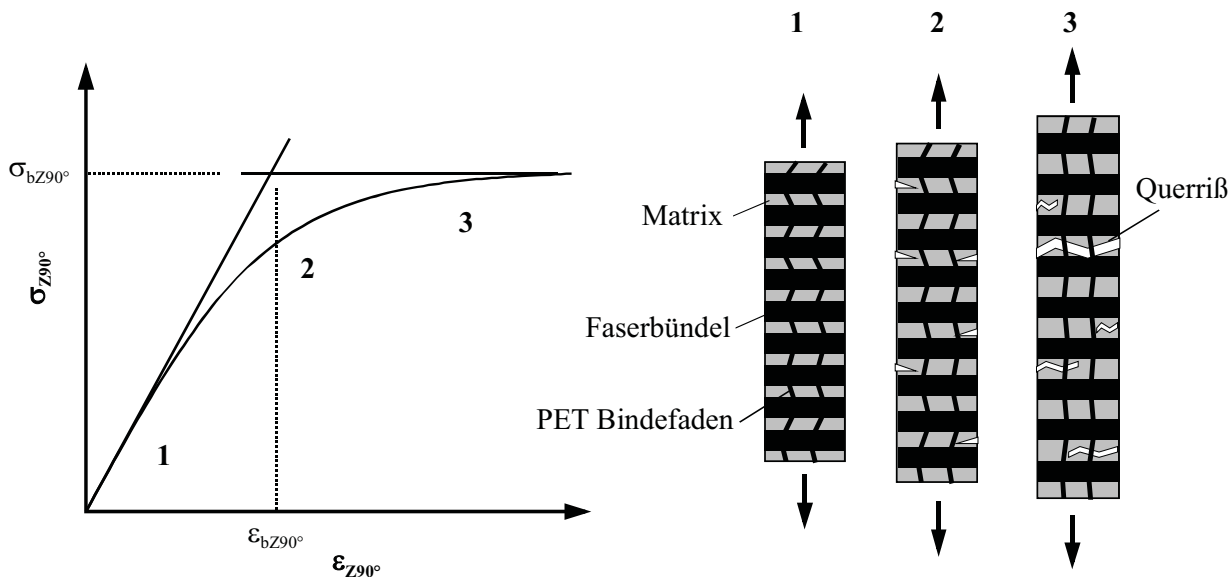


Abb. 4.3.1-2: Transversale Schädigungsentwicklung und Bestimmung der Festigkeitskennwerte  $\sigma_{bZ90^\circ}$  und  $\epsilon_{bZ90^\circ}$  in Twintex<sup>®</sup> UD

Twintex<sup>®</sup> erfährt im Gegensatz zu Plytron<sup>®</sup> eine Steigerung des Elastizitätsmoduls mit der Alterung. Die Ursache hierfür ist die Zunahme des Kristallinitätsgrades der Matrix von 41,5 % auf 51,3 % für die thermisch gealterten Lamine (Alterung II) und auf 50,5 % für die Klimawechsel gealterten Lamine (Alterung I). Außerdem ist nicht auszuschließen, daß die in Belastungsrichtung liegenden PET Binfäden durch eine Nachkristallisation und eine damit verbundene Schrumpfung entgegen der Belastungsrichtung zusätzlich zu einer Erhöhung des Elastizitätsmoduls beitragen.

Daß der Elastizitätsmodul der gealterten Twintex<sup>®</sup>-Lamine, trotz nahezu identischer Kristallinität der Matrix mit den angelieferten Plytron<sup>®</sup>-Laminen, niedriger ist als der von Plytron<sup>®</sup>, ist nicht eindeutig klar. Eine Ursache hierfür kann in der inhomogenen Faserverteilung von Twintex<sup>®</sup> liegen, deren matrixreiche Zonen die Steifigkeit des Laminats insgesamt reduzieren.

Die transversalen Bruchfestigkeiten  $\sigma_{bZ90^\circ}$  beider Lamine werden von der Alterung beeinflusst (Abb. 4.3.1-3 a). Die angelieferten Lamine von Plytron<sup>®</sup> besitzen die höchste Bruchfestigkeit. Die Werte sind mit 15 MPa vergleichbar mit den von Davies /63/ und Rijdsdijk ermittelten /75/, die ebenfalls die transversale Zugfestigkeit von Glas/PP untersuchten. Die Klimawechsel gealter-

ten Lamine (Alterung I) besitzen mit  $\sigma_{bZ90^\circ} = 11$  MPa die geringsten Bruchfestigkeiten. Die Bruchdehnungen  $\varepsilon_{bZ90^\circ}$  zeigen ein identisches Verhalten (Abb. 4.3.1-3 c).

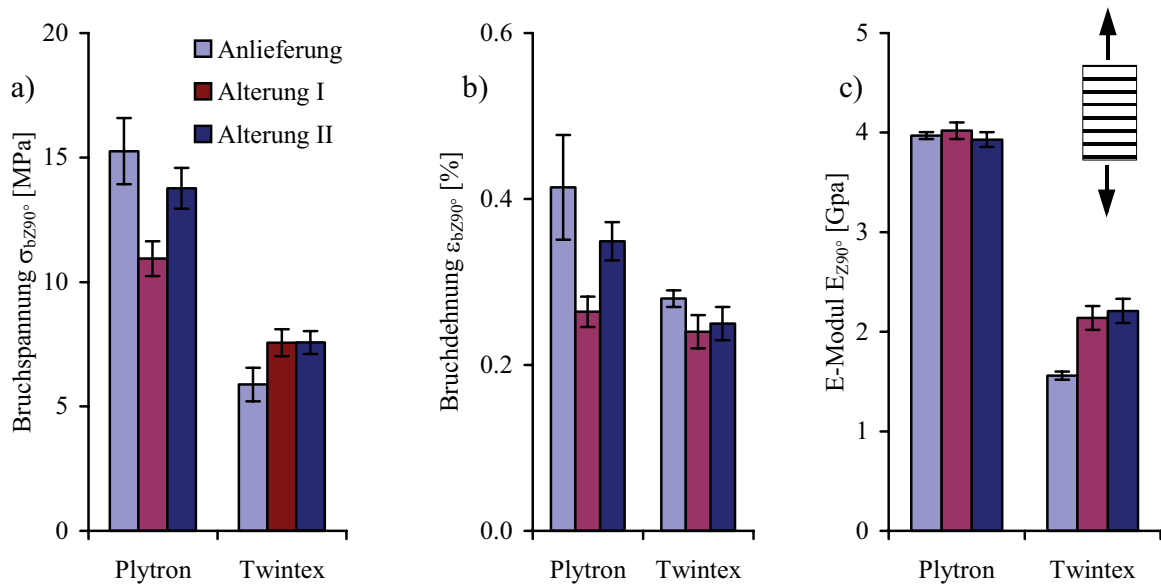


Abb. 4.3.1-3: Transversale Bruchspannungs- (a), Bruchdehnungs- (b) und E-Modulwerte (c) für Plytron<sup>®</sup> UD und Twintex<sup>®</sup> UD in Abhängigkeit von der Konditionierung

Im Gegensatz dazu erreichen die gealterten Twintex<sup>®</sup>-Lamine mit 7.6 MPa eine höhere Bruchfestigkeit als die angelieferten mit 5.9 MPa. Die Bruchdehnung  $\varepsilon_{bZ90^\circ}$  von Twintex<sup>®</sup> nimmt von 0.28 % (Anlieferung) auf 0.24 % (Alterung I und II) ab. Diese kann aber aufgrund der oben beschriebenen Auswertemethode nicht als Absolutwert, sondern nur als Vergleichswert angesehen werden. Die Bruchfestigkeit von Twintex<sup>®</sup> ist in jedem Fall geringer als die von Plytron<sup>®</sup>. Für die angelieferten Lamine beträgt sie ca. 60 % der Bruchfestigkeit von Plytron<sup>®</sup>, für die Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine 31 % und für die thermisch gealterten (Alterung II) Lamine 46 %. Ein Grund hierfür ist der höhere Faservolumenanteil von Twintex<sup>®</sup>, der zu örtlich höheren Belastungen im Laminat führt. Bei gleicher äußerer Belastung erfahren die den Fasern nächsten Matrixbereiche eine deutlich größere Dehnung als das gesamte Laminat. Die Fasern können durch ihre höhere Steifigkeit als starre Körper in der Matrix angesehen werden. Dieser Einfluß kann durch den sogenannten Dehnungsvergrößerungsfaktor nach Puck abgeschätzt werden /74/ (Formel 2.2-1). Für Plytron<sup>®</sup> errechnet sich ein Dehnungsvergrößerungsfaktor  $f_c$  von 2.71 und für Twintex<sup>®</sup> einer von 3.79; dies entspricht einer Steigerung von 40 %. Die Unterschiede in der Bruchfestigkeit sind jedoch deutlich höher als die errechneten 40 % Steigerung des Dehnungsvergrößerungsfaktors. Es ist wahrscheinlich, daß die Faserverteilung im Laminat

ebenfalls die auftretenden Spannungszustände mitbestimmt. Der Dehnungsvergrößerungsfaktor nimmt mit dichterem Fasernanordnung zu /74/, wie es aufgrund der örtlich textilen Bündelung der Glasfasern der Fall ist. Daß die Festigkeitsabnahme mit zunehmender Alterung von Twintex<sup>®</sup> geringer wird, kann mit der zunehmenden Steifigkeit der Matrix aufgrund der Kristallinitätszunahme und dem damit geringeren Unterschied der Steifigkeiten zwischen Fasern und Matrix zusammenhängen. Aber auch Relaxationsvorgänge in der Matrix, die die durch die Verarbeitung entstehenden inneren Spannungen entlang der Fasern abbauen, können die geringere Festigkeitsabnahme erklären. Die Abnahme der Bruchdehnungen der gealterten Lamine korrespondiert mit der Abnahme der Matrixbruchdehnung durch die erhöhte Kristallinität /47/.

Tabelle 4.3.1-1: Transversale Zugkennwerte (senkrecht zur Faserrichtung) in Abhängigkeit von Konditionierung und Prüftemperatur

Laminat	Prüftemperatur [°C]	Konditionierung	Zugkennwerte		
			$\sigma_{bZ90^\circ}$ [MPa]	$\epsilon_{bZ90^\circ}$ [%]	$E_{Z90^\circ}$ [GPa]
Plytron <sup>®</sup> UD	-20	Anlieferung	22 ± 1.1	0.37 ± 0.01	6.52 ± 0.50
		Anlieferung	15 ± 1.3	0.41 ± 0.06	3.97 ± 0.04
	23	Alterung I	11 ± 0.7	0.26 ± 0.02	4.02 ± 0.08
		Alterung II	14 ± 0.8	0.35 ± 0.02	3.93 ± 0.07
90	Anlieferung	6.5 ± 0.2	0.79 ± 0.03	1.13 ± 0.02	
Twintex <sup>®</sup> UD	23	Anlieferung	5.9 ± 0.7	0.28 ± 0.01	1.56 ± 0.04
		Alterung I	7.6 ± 0.5	0.24 ± 0.02	2.14 ± 0.01
		Alterung II	7.6 ± 0.5	0.25 ± 0.02	2.21 ± 0.01

Eine Analyse der Bruchmorphologien gibt Aufschluß über die auftretenden Schadensmechanismen. In Abb. 4.3.1-4 a-c sind charakteristische Bruchbilder der unterschiedlich konditionierten Plytron<sup>®</sup>-Lamine zu sehen. Die angelieferten Lamine zeigen gering mit Matrix behaftete Fasern und frei liegende Fasern und Faserbetten (Abb. 4.3.1-4 a). Der Rißfortschritt verläuft teilweise interkristallin in der Matrix und teilweise entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche. Die Klimawechsel gealterten Lamine (Alterung I) besitzen vermehrt einen Rißfortschritt entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche (Abb. 4.3.1-4 b). Auffällig sind viele freiliegende Fasern und Faserbetten. Die thermisch gealterten Lamine (Alterung II) zeigen kaum freiliegende Fasern oder Faserbetten (Abb. 4.3.1-4 c). Die Matrix besitzt erwartungsgemäß einen hoch kristallinen Charakter. Der Rißfortschritt verläuft interkristallin entlang der Sphärolithgrenzen. Herausgelöste Fasern sind von einer kompakten Matrixschicht umgeben.

Diese Bruchbilder unterstützen die bereits durch die DMA- und DSC-Ergebnisse getroffenen Annahmen. Durch die Alterungen tritt im Vergleich zu den angelieferten Laminen eine Kristallinitätssteigerung auf, die die Zähigkeit der Matrix herabsetzt und gleichzeitig für eine bessere „Faserumklammerung“ im Laminat sorgt. Die Klimawechsel gealterten Lamine (Alterung I)

erleiden jedoch eine Schwächung ihrer Faser/Matrix-Grenzfläche durch die wiederholten Temperaturwechsel. Aufgrund der hohen Ausgangskristallinität der Lamine werden die Sphärolithgrenzen weiter geschwächt und entwickeln sich damit zu Schwachstellen innerhalb des Laminats /158/. Der Wechsel der Schädigungsmechanismen zwischen Grenzflächenversagen und interkristallinem Rißwachstum in den angelieferten Plytron<sup>®</sup>-Laminaten erklärt die größeren Streubereiche der mechanischen Kennwerte im Vergleich zu den gealterten Laminaten, die jeweils nur durch einen Schädigungsmechanismus, Grenzflächenversagen oder interkristallines Rißwachstum, dominiert werden.

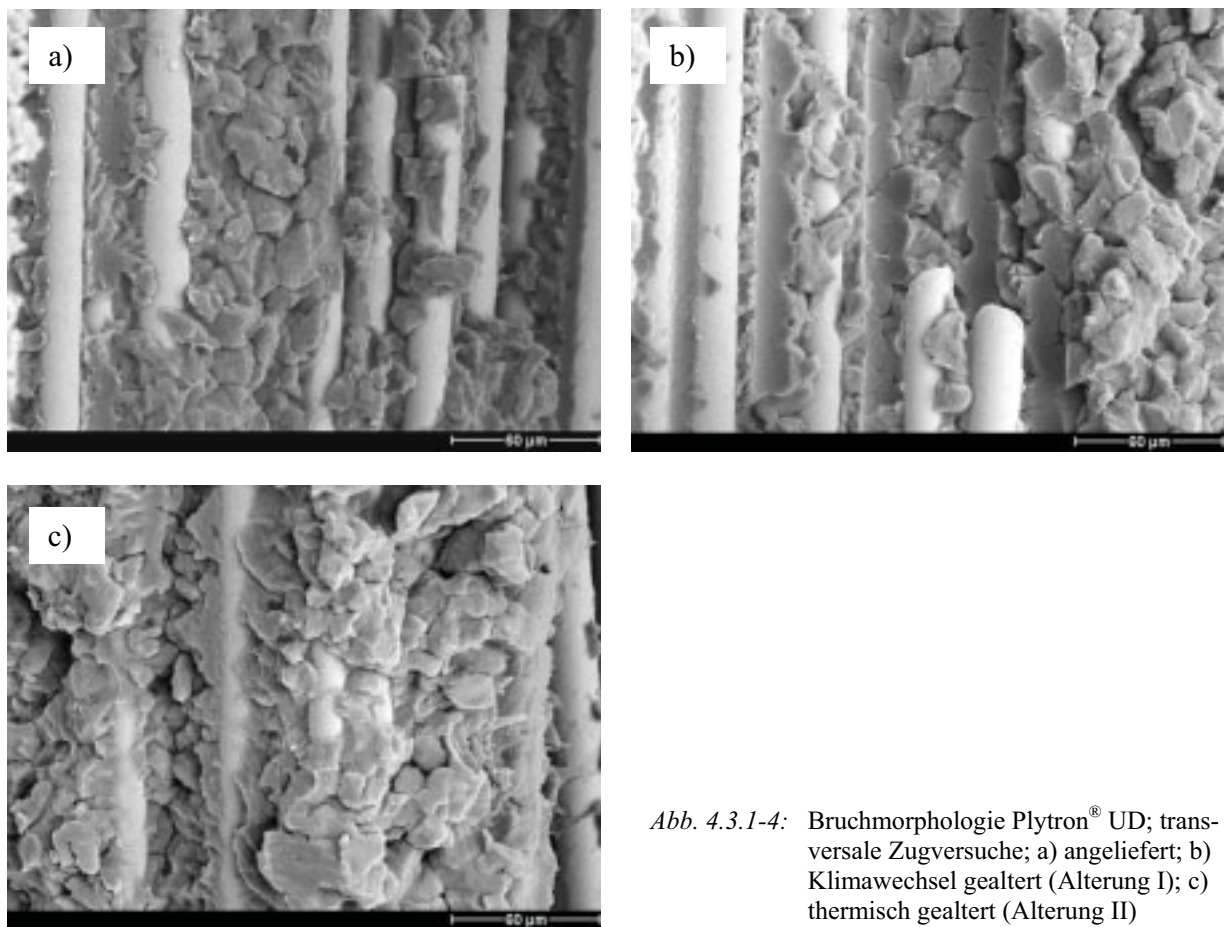


Abb. 4.3.1-4: Bruchmorphologie Plytron<sup>®</sup> UD; transversale Zugversuche; a) angeliefert; b) Klimawechsel gealtert (Alterung I); c) thermisch gealtert (Alterung II)

Die Bruchmorphologien von Twintex<sup>®</sup> sind in Abb. 4.3.1-5 a und b zu sehen. Sie zeigen erwartungsgemäß einen duktileren und weniger kristallinen Matrixcharakter als die Plytron<sup>®</sup>-Lamine. Der Rißfortschritt ist für alle Konditionierungen transkristallin. Die Fasern weisen eine gute Faser/Matrix-Haftung auf. Die Klimawechsel gealterten Lamine (Alterung I) zeigen keine deutlich schlechteren Grenzflächeneigenschaften. Dies hängt mit dem duktilen Matrixcharakter zusammen, der eine größere Toleranz gegenüber thermisch induzierten Spannungen be-

sitzt. Die transversale Bruchfestigkeit wird vor allem von der Matrixbruchfestigkeit bestimmt, die mit steigender Kristallinität in teilkristallinen Thermoplasten zunimmt.

Nach Davies können bei in destilliertem Wasser über 2500 Stunden gelagerten Plytron®-Laminaten keine Veränderungen der transversalen Bruchfestigkeiten festgestellt werden /75/. Auch hier kann eine Beeinflussung der Klimawechsel gealterten Laminare (Alterung I) durch Feuchte nicht nachgewiesen werden, wie bereits in Kap. 4.2.1 diskutiert. Eine durch Feuchte verursachte Plastifizierung der amorphen Matrixbereiche kann in den Bruchbildern nicht entdeckt werden. Es ist jedoch nicht auszuschließen, daß die zusätzliche Feuchtebelastung eine Schädigung der Faser/Matrix-Grenzflächen während der Temperaturwechsel begünstigt.

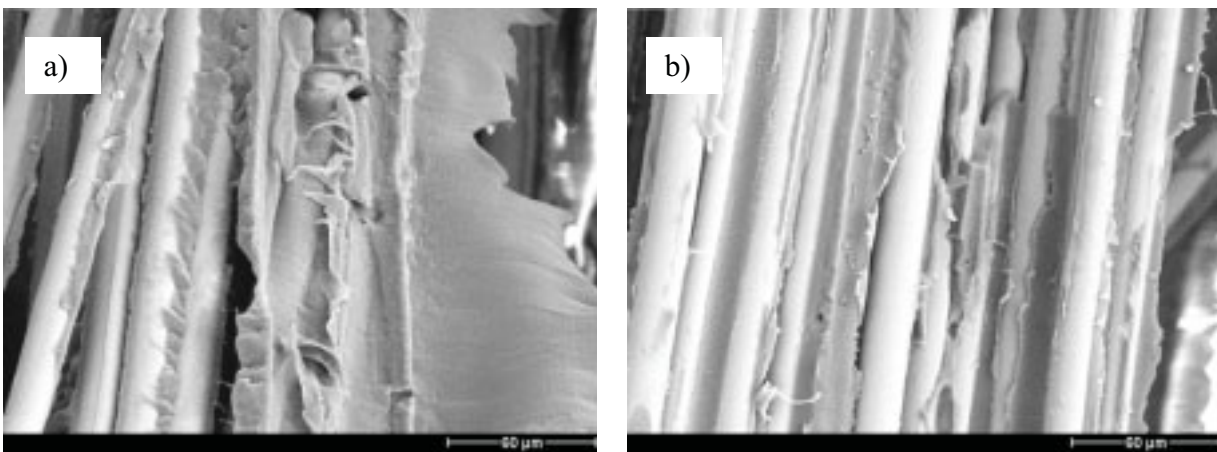


Abb. 4.3.1-5: Bruchmorphologie Twintex® UD; transversale Zugversuche; a) angeliefert; b) thermisch gealtert (Alterung II)

### Einfluß der Prüftemperatur

Die Spannungs-Dehnungs-Verläufe von Plytron® im angelieferten Zustand in Abb. 4.3.1-6 a zeigen die Abhängigkeit der Matrixeigenschaft von der Prüftemperatur. Wie in den Kurvenverläufen der DMA ersichtlich, fällt die Steifigkeit der Laminare ab  $-25^{\circ}\text{C}$  rapide ab. Der transversale Elastizitätsmodul  $E_{Z90^{\circ}}$  von Plytron® nimmt von 6.5 GPa ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) auf 1.1 GPa ( $90^{\circ}\text{C}$ ) um über 80 % ab (Tabelle 4.3.1-1), die Zugfestigkeit fällt um 70 % von 22 MPa ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) auf 6.5 MPa ( $90^{\circ}\text{C}$ ) (Abb. 4.3.1-7 a-c).

Die Bruchdehnung hingegen nimmt aufgrund der höheren Kettenbeweglichkeit in der Matrix bei hohen Temperaturen um 55 % von 0.37 % ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) auf 0.79 % ( $90^{\circ}\text{C}$ ) zu. Sowohl die Bruchfestigkeit  $\sigma_{bZ90^{\circ}}$  als auch der Elastizitätsmodul  $E_{Z90^{\circ}}$  nehmen linear mit der Temperatur ab. Diese

Ergebnisse spiegeln die Abhängigkeit der Lamineigenschaften von den Matrixeigenschaften unter transversalen Spannungszuständen wider.

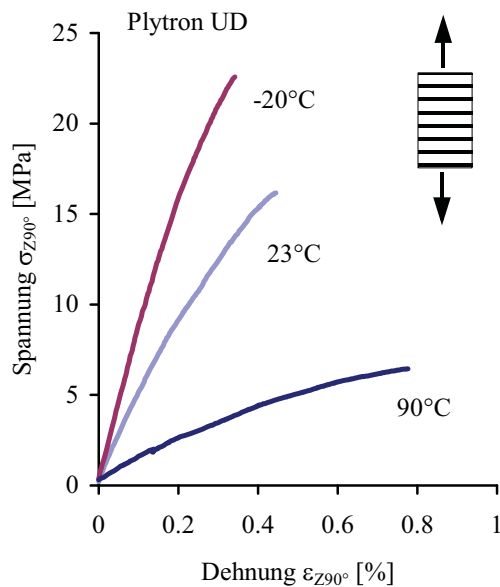


Abb. 4.3.1-6 Charakteristische Spannungs-Dehnungs-Verläufe für Plytron® UD, Einfluß der Prüftemperatur (-20°C, 23°C, 90°C)

Die Aufnahmen in *Abb. 4.3.1-8* zeigen charakteristische Bruchmorphologien der unter  $-20^{\circ}\text{C}$  und  $90^{\circ}\text{C}$  geprüften Lamine. In *Abb. 4.3.1-8 a* sind vor allem glatte Faserbetten und Faseroberflächen zu erkennen. Die Matrix zeigt die Charakteristik eines überwiegend spröden Gewaltbruchs, der interkristallin oder in der Faser/Matrix-Grenzfläche verläuft. Im Fall der hohen Prüftemperaturen sind ebenfalls Faserbetten und freie Fasern zu erkennen. Es herrschen transkristalline Matrixbrüche mit duktil verstreckten Matrixbereichen vor. Die Bruchbilder deuten darauf hin, daß die Schadensmechanismen in starkem Maße von der Prüftemperatur abhängen. Nach Formel 4.2-1, sind die internen Laminatspannungen in der Grenzfläche zwischen den Fasern und der Matrix umso höher, je niedriger die Prüftemperatur ist. Hohe interne Spannungen begünstigen bei tiefen Prüftemperaturen ein sprödes Grenzflächenversagen zwischen Fasern und Matrix.

Demgegenüber führen hohe Prüftemperaturen zu einem Abbau der internen Spannungen. Aufgrund der hohen Prüftemperaturen wird die Matrix so zäh, daß die mechanische „Umklammerung“ der Fasern, d. h. die radialen Druckspannungen der Matrix auf die Fasern, so weit reduziert wird, daß es auch hierbei zu einem Ablösen zwischen der Matrix und den Fasern kommt. Eine chemische Haftung ist nur bedingt vorhanden. Erste Sphärolithe beginnen bereits im Temperaturbereich von  $100^{\circ}\text{C}$  zu schmelzen, wie mit Hilfe der DSC-Analysen nachgewiesen werden

konnte. Dadurch kommt es bei hohen Prüftemperaturen zu einer Begünstigung duktiler Verformungsanteile innerhalb der Matrix.

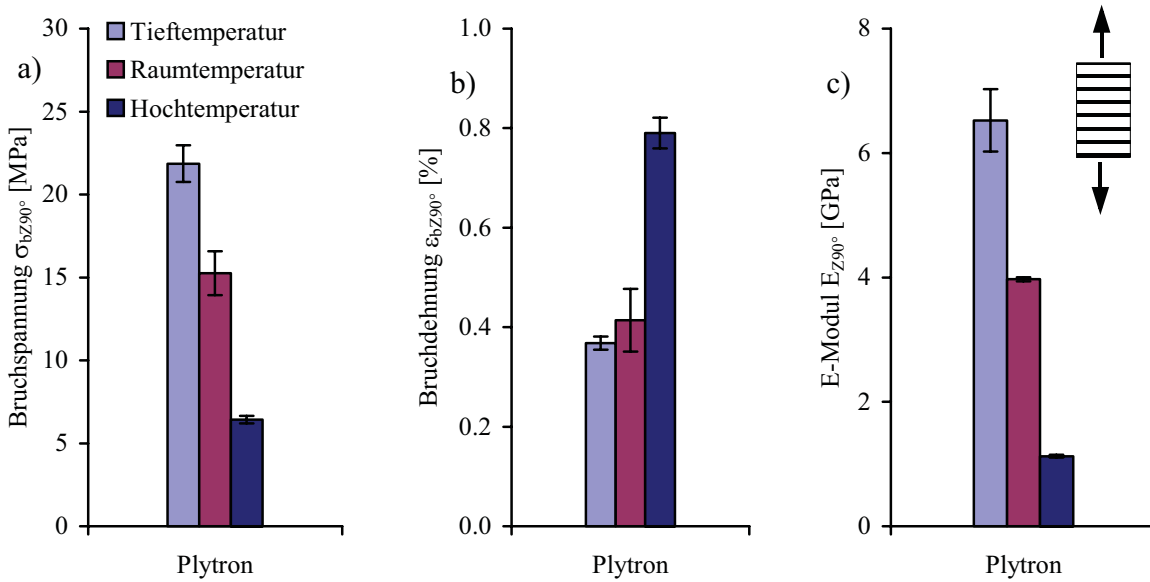


Abb. 4.3.1-7: Transversale Bruchspannungs- (a), Bruchdehnungs- (b) und E-Modulwerte (c) für Plytron<sup>®</sup> UD und Twintex<sup>®</sup> UD in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

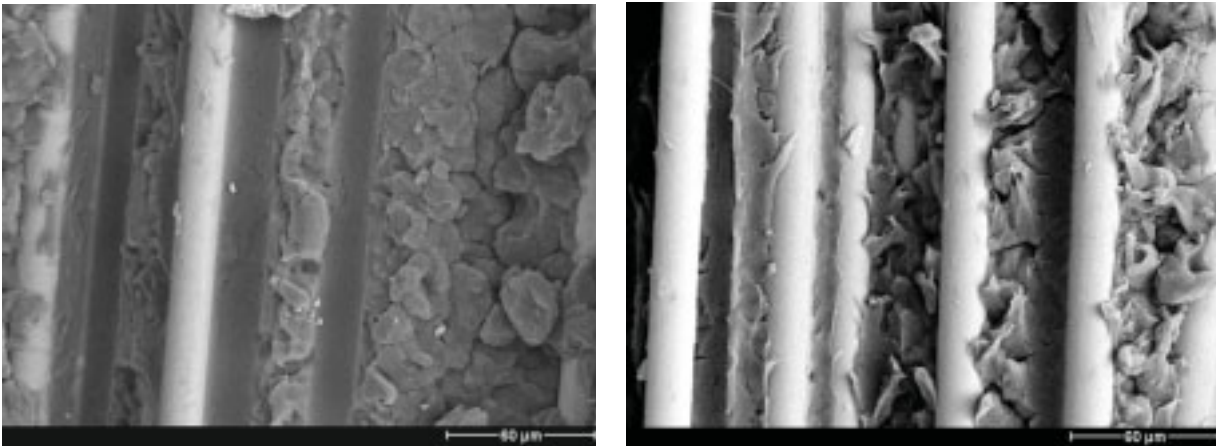


Abb. 4.3.1-8: Charakteristische Bruchmorphologien für Plytron<sup>®</sup> UD in Abhängigkeit von der Prüftemperatur; transversale Zugversuche; a)  $T = -20^{\circ}\text{C}$ ; b)  $T = 90^{\circ}\text{C}$

### 4.3.2 Longitudinale Zugeigenschaften

#### Einfluß der Konditionierungen

Abb. 4.3.2-1 a-c zeigt charakteristische Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Zugversuche in Faserrichtung aller drei Lamine in Abhängigkeit von der Konditionierung. Es wird unterschieden zwischen den Unidirektional- (UD) und den Kreuzgelegten (KL). Die Lamine besitzen ein lineares Werkstoffverhalten bis zum Auftreten erster Schädigungen. Einflüsse durch die Alterungen auf die Kurvenverläufe sind für Klimawechsel gealtertes (Alterung I) Plytron<sup>®</sup> und Twintex<sup>®</sup> zu erkennen. Die mechanischen Kennwerte sowie die Standardabweichungen sind in Tabelle 4.3.2-1 und in Abb. 4.3.2-2 a-c dargestellt.

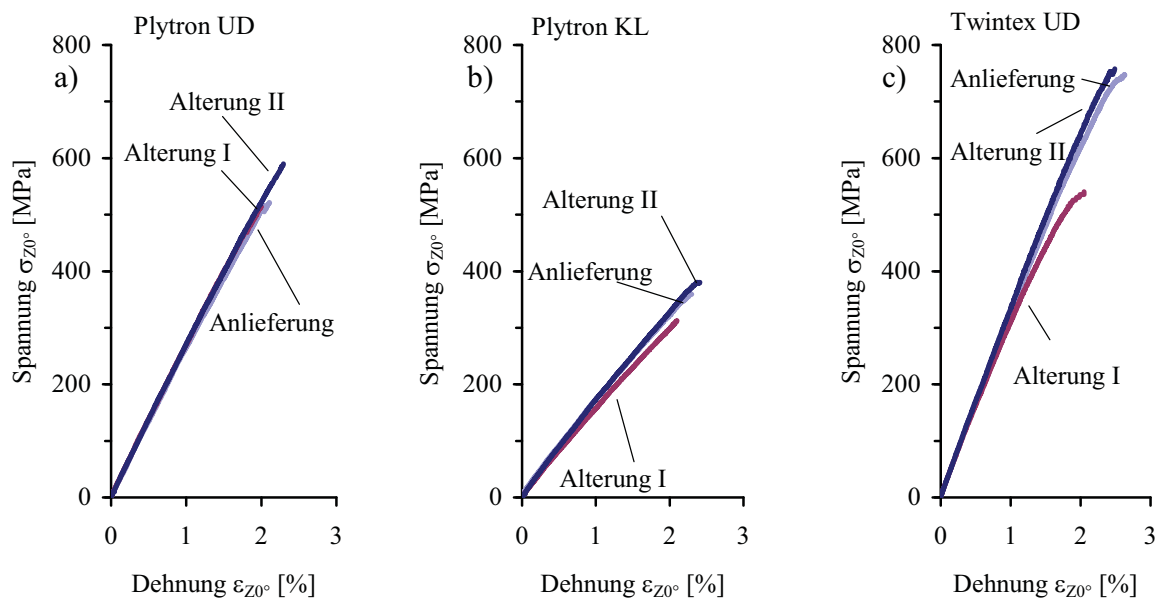


Abb. 4.3.2-1: Charakteristische Spannungs-Dehnungs-Diagramme in Abhängigkeit von der Konditionierung; a) Plytron<sup>®</sup> UD; b) Plytron<sup>®</sup> KL; c) Twintex<sup>®</sup> UD

Im Fall der Kreuzlamine kommt es zu dem von Puck beschriebenen „Knie“ im Kurvenverlauf, das durch Querrisse in der Matrix bzw. in der Faser/Matrix-Grenzfläche der 90°-Lagen entsteht /80/. Reichen diese Querrisse über die gesamte Probenbreite, können die geschädigten 90°-Laminatlagen nicht mehr zur Gesamtsteifigkeit beitragen und es kommt zu einer Steifigkeitsreduzierung, die durch das Abflachen der Spannungs-Dehnungs-Kurve sichtbar wird. Durch die im Fall der Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine beschriebene Vorschädigung der Faser/Matrix-Grenzfläche (Kap. 4.3.1) ist es wahrscheinlich, daß es zu einem früheren Einsetzen der Querrißbildung kommt und das „Knie“ zu niedrigeren Dehnungen verschoben wird. Die Kniedehnung  $\varepsilon_K$  beträgt für die angelieferten und die thermisch gealterten (Alterung II) Lamine



0.95 %, für die Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine 0.8 %. Die bereits bei den transversalen Zugversuchen ermittelten niedrigen Querkzugfestigkeiten  $\sigma_{bZ90^\circ}$  der Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine und deren Bruchmorphologien unterstützen die oben getroffene Annahme der früheren Querrißbildung unter Zugbelastung (Kap. 4.3.1). Das frühere Einsetzen der Querrißbildung führt zu einer geringeren Bruchfestigkeit, wie Sjögren beim Vergleich von Vinylester und Polyester Kreuzlaminaten nachgewiesen hat /192/. Der Grund hierfür ist der Aufbau von Spannungskonzentrationen an den Kreuzungspunkten zwischen den Querrissen in den  $90^\circ$ - und den  $0^\circ$ -Lagen, die erste Faserbrüche in den  $0^\circ$ -Lagen verursachen.

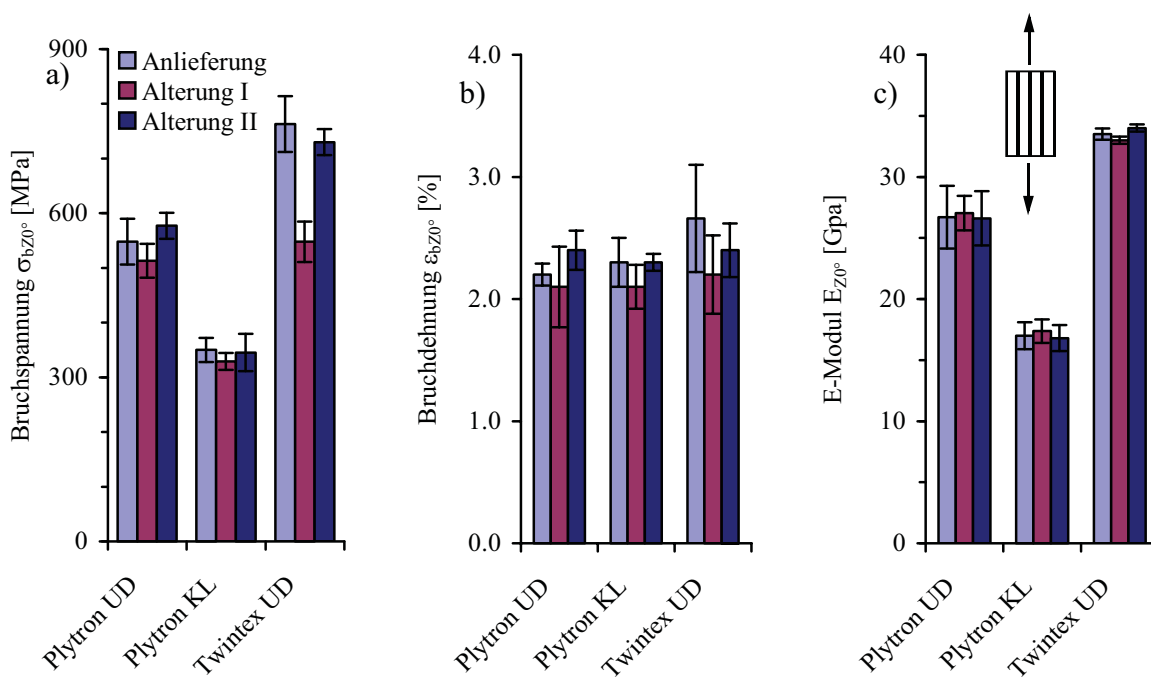


Abb. 4.3.2-2: Mechanische Kennwerte in Abhängigkeit der Konditionierung; a) Bruchspannung  $\sigma_{bZ0^\circ}$ ; b) Bruchdehnung  $\epsilon_{bZ0^\circ}$ ; c) Elastizitätsmodul  $E_{Z0^\circ}$

Zwischen den angelieferten und den thermisch gealterten (Alterung II) Laminaten ist kein Unterschied in der Kniedehnung vorhanden. Durch die Kristallinitätserhöhung der thermisch gealterten Lamine erfolgt eine Steifigkeitserhöhung der Matrix; dies hätte ein früheres Einsetzen der Querrißbildung erwarten lassen /86/. Das Ergebnis deutet darauf hin, daß aufgrund der thermischen Lagerung Relaxationsvorgänge stattgefunden haben, die ein Auftreten erster Schädigungen verzögern. Die aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten während des Abkühlens eingebrachten Zugspannungen in den  $90^\circ$ -Lagen sind zumindest verringert und wirken einer frühen Querrißbildung entgegen. Am Beispiel von künstlich vorgespannten Kreuzlaminaten aus CF/Epoxid wurde ein ähnliches Verhalten bereits von Schulte et al. nachgewiesen /193/.

Der nichtlineare Kurvenverlauf der Klimawechsel gealterten (Alterung I) Twintex<sup>®</sup>-Lamine deutet auf ein frühes Einsetzen erster Schädigungen im Vergleich zu den beiden anderen Konditionierungen hin. Es ist davon auszugehen, daß es bereits bei sehr geringen Dehnungen zu ersten Faser- und Faserbündelbrüchen kommt.

Die E-Moduln aller drei Lamine zeigen keine nennenswerte Beeinflussung durch die Alterungen (Abb. 4.3.2-2 c). Die Erklärung hierfür ist, daß der E-Modul  $E_{Z0^\circ}$  der Lamine größtenteils von den Fasereigenschaften und dem Faservolumen abhängt /54/. Twintex<sup>®</sup> besitzt aufgrund seines um 10 % höheren Faservolumens im Vergleich zu Plytron<sup>®</sup> die höchsten E-Moduln, das Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlaminat aufgrund des geringeren Faservolumens in Belastungsrichtung den niedrigsten E-Modul. Die mit der Mischungsregel (MR) errechneten E-Moduln der unidirektionalen Lamine im Anlieferungszustand stimmen sehr gut mit den gemessenen (V) überein, was der Quotient MR/V zwischen den errechneten und den gemessenen Werten verdeutlicht. (Tabelle 4.3.2-2). Daß die Steifigkeit der Kreuzlamine unterschätzt wird, liegt daran, daß die quer zur Belastungsrichtung liegenden Fasern nicht in der Mischungsregel berücksichtigt werden, in Wahrheit jedoch zur Gesamtsteifigkeit des Laminats beitragen.

Tabelle 4.3.2-1: Longitudinale Zugkennwerte in Abhängigkeit von Konditionierung und Prüftemperatur

Laminat	Prüftemperatur [°C]	Konditionierung	Zugkennwerte		
			$\sigma_{bZ0^\circ}$ [MPa]	$\varepsilon_{bZ0^\circ}$ [%]	$E_{Z0^\circ}$ [GPa]
Plytron <sup>®</sup> UD	-20	Anlieferung	701 ± 32	2.63 ± 0.09	28.62 ± 2.76
		Anlieferung	548 ± 42	2.24 ± 0.09	26.71 ± 2.57
	23	Alterung I	513 ± 31	2.17 ± 0.33	27.03 ± 1.42
		Alterung II	577 ± 24	2.41 ± 0.16	26.61 ± 2.21
	90	Anlieferung	507 ± 16	2.17 ± 0.12	23.27 ± 1.76
Plytron <sup>®</sup> KL	-20	Anlieferung	385 ± 26	2.61 ± 0.27	19.24 ± 1.14
		Anlieferung	345 ± 17	2.31 ± 0.28	17.36 ± 1.13
	23	Alterung I	329 ± 15	2.12 ± 0.18	17.37 ± 0.97
		Alterung II	345 ± 34	2.34 ± 0.07	16.88 ± 1.07
	90	Anlieferung	314 ± 20	2.11 ± 0.22	14.62 ± 1.04
Twintex <sup>®</sup> UD	-20	Anlieferung	---	---	---
		Anlieferung	763 ± 51	2.66 ± 0.44	33.52 ± 0.46
	23	Alterung I	548 ± 37	2.21 ± 0.32	33.41 ± 0.30
		Alterung II	730 ± 24	2.45 ± 0.22	34.21 ± 0.34
	90	Anlieferung	422 ± 41	2.22 ± 0.47	25.96 ± 0.52

Die Zugfestigkeiten  $\sigma_{bZ0^\circ}$  und die Bruchdehnungen  $\varepsilon_{bZ0^\circ}$  der Lamine werden in gleicher Weise durch die Alterungen beeinflusst. Unabhängig vom Laminataufbau und dem Laminattyp erreichen die Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine die niedrigsten und die angelieferten bzw. thermisch gealterten (Alterung II) in etwa gleich hohe Kennwerte. Für Plytron<sup>®</sup> UD besitzen die thermisch gealterten, für Twintex<sup>®</sup> UD die angelieferten Lamine die höchsten Zugfes-

tigkeiten. Twintex<sup>®</sup> besitzt im Fall der angelieferten und thermisch gealterten (Alterung II) Lamine höhere Zugfestigkeiten als Plytron<sup>®</sup>, was auf das höhere Faservolumen in Belastungsrichtung zurückzuführen ist (Tabelle 4.3.2-2). Um so auffälliger ist, daß die Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine von Twintex<sup>®</sup> nur die Zugfestigkeit des angelieferten unidirektionalen Plytrons<sup>®</sup> erreicht.

Eine Analyse der Schädigungsmechanismen ermöglicht ein besseres Verständnis dieser Unterschiede. Abb. 4.3.2-3 zeigt die charakteristischen Bruchstrukturen der unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Proben in Abhängigkeit von der Alterung. Dabei treten sowohl inter- als auch intralaminare Schädigungen ein. Nach dem Bruch einzelner Fasern bzw. Faserbündel kommt es zu Längsrisen, die die örtlich im Laminat verteilten Faserbrüche miteinander verbinden. Die Längsrisse werden durch Schubbeanspruchungen (Mode II) parallel zur Faserorientierung an den Stellen gebrochener Fasern hervorgerufen. Die Spannungen werden von den gebrochenen Fasern auf benachbarte Bereiche umgelagert und steigern damit die Spannungskonzentrationen in unmittelbarer Umgebung der gebrochenen Fasern. Es kommt zum abrupten Versagen der Probe.

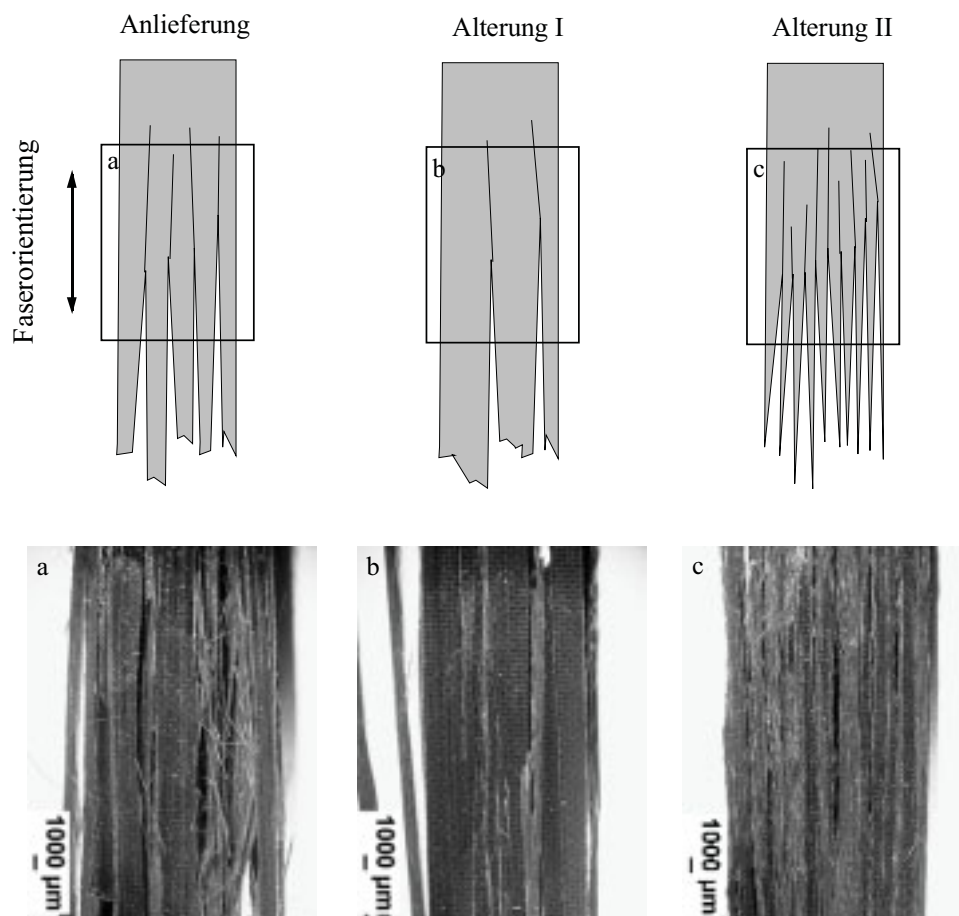
Tabelle 4.3.2-2: Nach der Mischungsregel berechnete und wahre Elastizitätsmoduln der Lamine im Anlieferungszustand

	Mischungsregel (MR) [MPa]	Versuch (V) [MPa]	MR/V
Plytron <sup>®</sup> UD	26.5	26.7	0.993
Plytron <sup>®</sup> KL	15.9	17.4	0.914
Twintex <sup>®</sup> UD	34.1	33.5	1.018

Die oben beschriebenen Mechanismen sind abhängig von der Laminatstruktur und den Eigenschaften der einzelnen Laminatkomponenten. Je besser die Faser/Matrix-Grenzfläche ist, desto besser können die Spannungen in die Matrix eingeleitet werden und so die Spannungskonzentrationen in der Umgebung einzelner Faserbrüche reduzieren. Außerdem besitzt die Matrix im Allgemeinen einen höheren Widerstand gegen Rißausbreitung unter Schubbeanspruchung (Mode II) als die Faser/Matrix-Grenzfläche /194/, der mit zunehmender Matrixzähigkeit zusätzlich erhöht wird /118/. Der Widerstand gegen Rißausbreitung ist abhängig von der Matrixkristallinität und von Ye /52/ und Davies /72, 166/ für unterschiedliche Kristallinitäten von glasfaserverstärktem PP für Zug- (Mode I) und Schub- (Mode II) Belastungen untersucht worden. Die Ergebnisse zeigen, daß bei gleichbleibenden Randbedingungen die Matrixzähigkeit mit zunehmender Kristallinität abnimmt. Für Plytron<sup>®</sup> sind aufgrund der geringen Kristallinitätsunterschiede kaum Veränderungen des Rißwiderstands durch die Alterungen der Matrix vorhanden. Vielmehr beeinflussen die Relaxationsvorgänge und die Schwächung der Faser/Matrix-Grenzflächen deren

Schädigungsverhalten. Für Twintex<sup>®</sup> hingegen setzt die Zunahme der Matrixkristallinität auch die Matrixzähigkeit herab und trägt so zu einem geringeren Reißwiderstand bei.

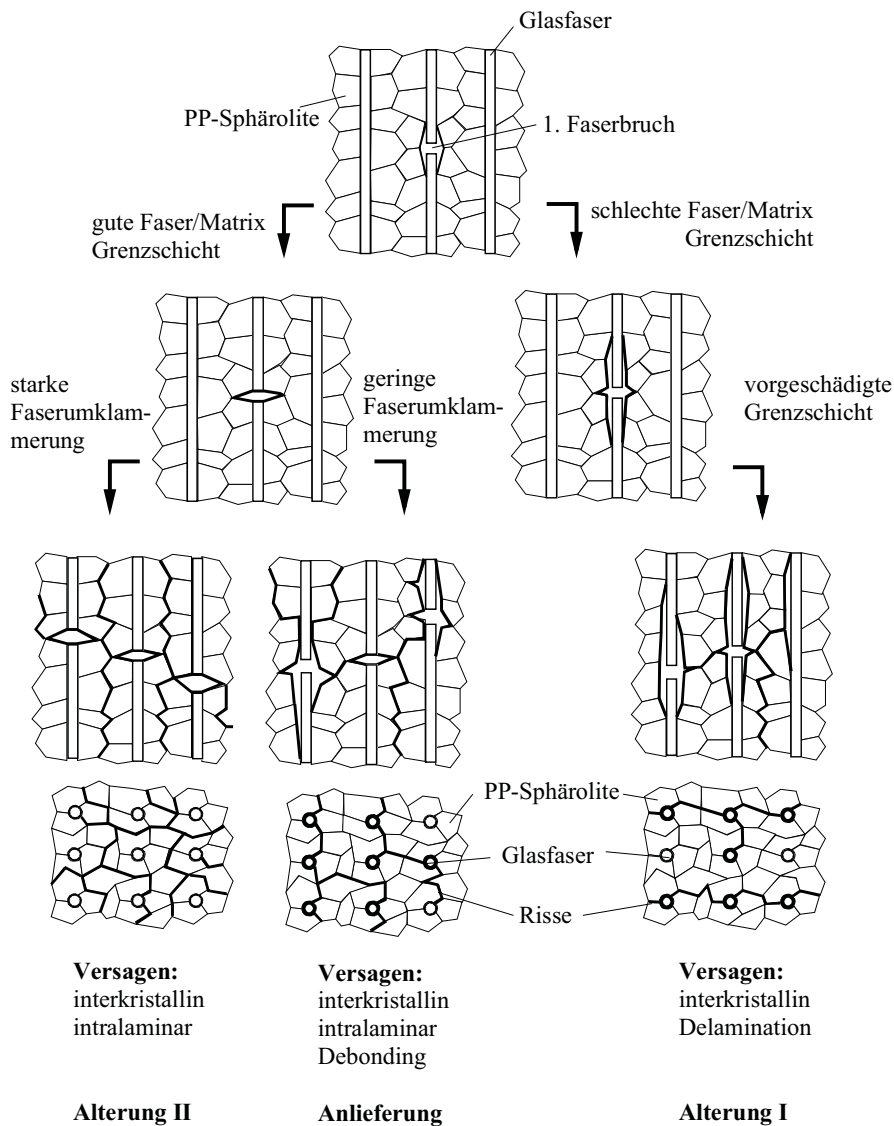
Die bereits erläuterten Schädigungsmechanismen werden anhand *Abb. 4.3.2-4* und REM-Aufnahmen der Bruchflächen in *Abb. 4.3.2-5* für unidirektionales Plytron<sup>®</sup> beschrieben. Nach dem Auftreten erster Faserbrüche kommt es für die thermisch gealterten (Alterung II) Lamine aufgrund der guten Faser/Matrix-Haftung zu einem Reißfortschritt in der Matrix, der sich interkristallin zwischen den Laminatlagen (intralaminar) ausbreitet (*Abb. 4.3.2-3 c*).



*Abb. 4.3.2-3:* Charakteristische Bruchstrukturen Plytron<sup>®</sup> UD Zug 0°

Die Bruchmorphologien zeigen kaum freie Fasern bzw. Faserbetten. Die Spannungskonzentrationen in der Umgebung gebrochener Fasern können gut über die Matrix abgebaut werden /195/. Im Gegensatz dazu kommt es bei den Klimawechsel gealterten Laminaten (Alterung II) nach ersten Faserbrüchen, aufgrund der schlechten Faser/Matrix-Haftung, zum örtlichen Ablösen der Matrix von den Fasern (Debonding). Längsrisse breiten sich vor allem in der Faser/Matrix-Grenzfläche aus und die Bruchbilder zeigen überwiegend leere Faserbetten und freie Fasern.

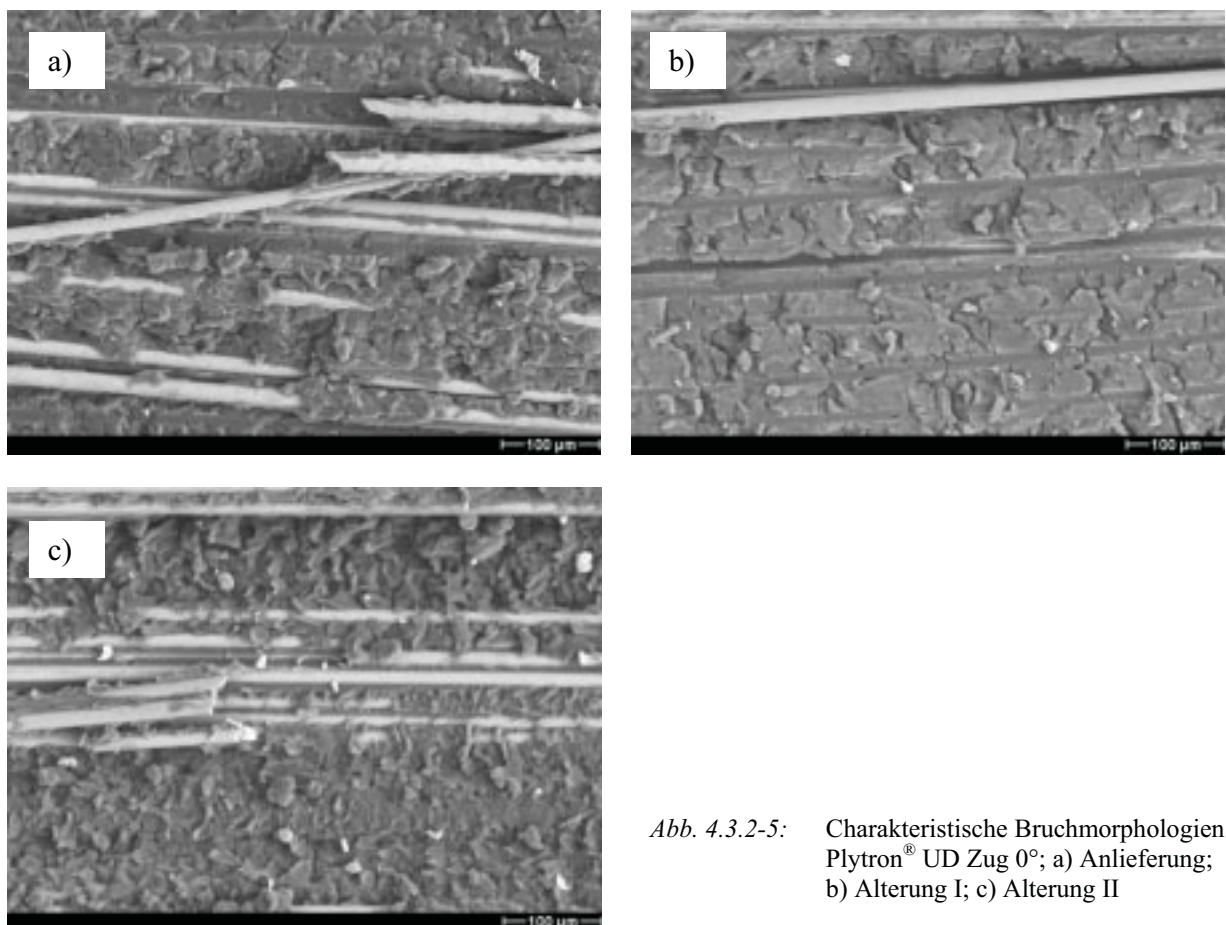
Einzelne Faserlagen lösen sich örtlich voneinander ab (Delamination) und die Zugproben weisen insgesamt deutlich weniger makroskopische Schädigungen in Form von Längsrissen auf als die angelieferten oder thermisch gealterten Lamine. Durch die schlechte Grenzflächenqualität ist es nicht möglich, die Spannungen über die Matrix abzubauen und es kommt vermehrt zum Bruch ganzer Faserbündel und Laminatbereiche, wie *Abb. 4.3.2-3 b* zeigt.



*Abb. 4.3.2-4:* Abhängigkeit der Schädigungsentwicklung von den Alterungen für Plytron® UD Zug 0°

Die angelieferten Lamine besitzen ein ähnliches Bruchbild wie die thermisch gealterten (Alterung II), allerdings weisen sie mehr freie Faserbetten und Fasern (Debonding) auf. Schädigungsmechanismen wie in den thermisch, als auch in den Klimawechsel gealterten Laminen sind zu beobachten, wobei die interkristalline Rißausbreitung überwiegt.

Im Fall des unidirektionalen Twintex<sup>®</sup> sind vergleichbare Versagensmechanismen zu Plytron<sup>®</sup> vorhanden. Allerdings bewirken die niedrigere Ausgangskristallinität der Polypropylenmatrix und die textile Verarbeitung der Halbzeuge geringfügige Unterschiede zu Plytron<sup>®</sup>. Die Binfäden führen zu einer örtlichen Begrenzung der Längsrisse und des Auffächerns der gebrochenen Proben. D. h., daß Längsrisse, sobald sie auf einen benachbarten Binfadenknoten treffen, gestoppt werden und dort aufgrund der auftretenden Spannungskonzentrationen zum Bruch der nächsten Fasern bzw. Faserbündel führen. Aus diesem Grund versagen die Proben schlagartig. Im Fall der Klimawechsel gealterten Lamine (Alterung I) kommt es zu deutlich weniger Längsrissen, die sich jedoch über eine größere Länge im Laminat ausbreiten als bei den beiden anderen Konditionierungen. Es ist zu vermuten, daß die Glasfasern in den Bereichen der Binfadenknoten aufgrund der Klimawechselbelastungen weitaus stärker geschädigt bzw. vorbelastet sind als die der angelieferten oder thermisch gealterten Lamine. Dadurch treten Faserbrüche und Schädigungen früher auf (*Abb. 4.3.2-1*). Außerdem sind deutlich mehr Längsrisse über die zum Bruchausgang benachbarten Binfadenknoten hinaus zu beobachten. Dies deutet zusätzlich auf eine Vorschädigung dieser Bereiche hin.



*Abb. 4.3.2-5:* Charakteristische Bruchmorphologien Plytron<sup>®</sup> UD Zug 0°; a) Anlieferung; b) Alterung I; c) Alterung II

Die Bündelung der Fasern in den technischen Textilien führt zu faser- und matrixreichen Bereichen im Laminat. Die größte Dichte der Fasern innerhalb eines Faserbündels wird an den Stellen der Bindefadenumschlingung erreicht (Abb. 4.1-2). Hinzu kommt die Auslenkung der Fasern an diesen Stellen aus ihrer Längsachse (Abb. 4.1-3). Dadurch werden vermehrt Spannungsspitzen in diesen Bereichen auftreten. Kommt es zu Faserbrüchen, ist die Wahrscheinlichkeit groß, daß im Gegensatz zu den bei Plytron<sup>®</sup> gleichmäßig im Laminat verteilten Fasern der Bruch eines ganzen Faserbündels eintritt /195/ (Abb. 4.3.2-6).

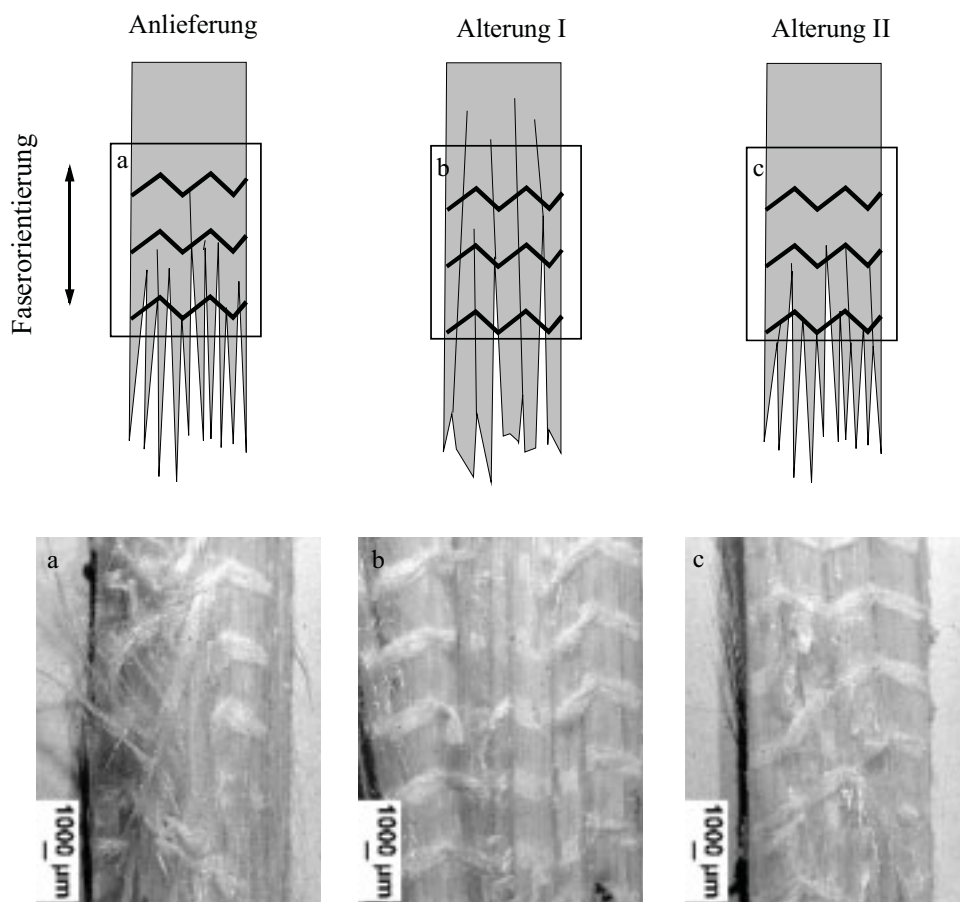


Abb. 4.3.2-6: Charakteristische Bruchstrukturen Twintex<sup>®</sup> UD Zug 0°

Aufgrund der geringen Ausgangskristallinität von Twintex<sup>®</sup> ist davon auszugehen, daß der Rißfortschritt in der Matrix größtenteils transkristallin verläuft, wie für die 90°-Lamine bereits gezeigt. Eine Analyse mittels REM ist wegen der kompakten Bruchmorphologien, die es nicht erlauben artefaktfreie Proben zu präparieren, technisch nicht möglich.

## Einfluß der Prüftemperatur

Die Prüftemperaturen besitzen, wie die folgenden Diagramme und Abbildungen zeigen, einen deutlichen Einfluß auf die mechanischen Eigenschaften und die Schädigungsmechanismen von Glas/PP unter Zugbelastung.

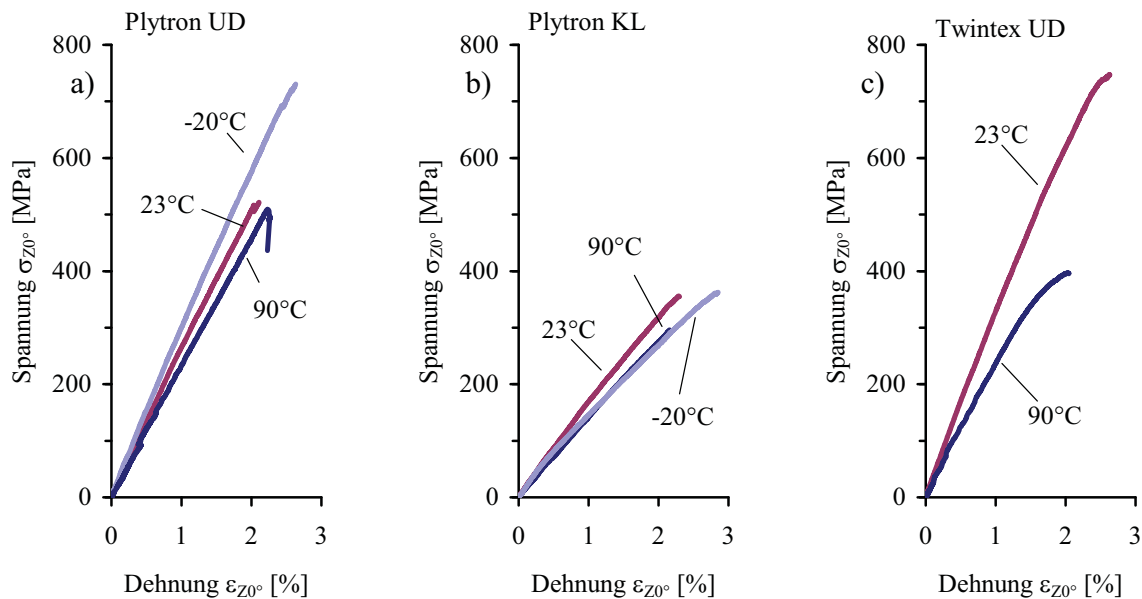


Abb. 4.3.2-7: Charakteristische Spannungs-Dehnungs-Verläufe für Plytron<sup>®</sup> UD (a), Plytron<sup>®</sup> KL (b) und Twintex<sup>®</sup> UD (c) in Abhängigkeit von der Prüftemperatur (-20°C; 23°C; 90°C)

Der Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurven läßt einen abnehmenden E-Modul mit zunehmender Prüftemperatur (-20°C, 23°C, 90°C) für alle drei Lamine erkennen (Abb. 4.3.2-7). Abb. 4.3.2-8 c zeigt, daß die Abnahme des E-Moduls beider Plytron<sup>®</sup>-Lamine vergleichbar ist. Im Gegensatz dazu nimmt der E-Modul von Twintex<sup>®</sup> deutlich stärker ab. Zwei Gründe können dafür verantwortlich sein. Zum einen die inhomogene Faserverteilung, da matrixreiche Zonen den Modul des Laminats mehr beeinflussen können als eine homogene Faserverteilung. Zum anderen die textile Verarbeitung, die dazu führt, daß die Fasern aus ihrer Längsachse an den Binfadenknoten ausgelenkt werden. Bei Temperaturen von 90°C erweichen bereits erste Matrixbereiche und die Fasern werden unter Umständen nicht mehr durch die Matrix fixiert. Unter Zugbelastung kommt es zunächst zu einer Straffung dieser Fasern im unteren Spannungsniveau und dadurch werden bis zur endgültigen Ausrichtung der Fasern in Belastungsrichtung nur geringe Moduln erreicht. In den Kreuzlaminaten spiegelt der E-Modul, der in den unteren Dehnungsbereichen der Belastungskurven gemessen wird, nicht den gesamten Modulverlauf der Lamine wider. Während bei 90°C Prüftemperatur keine Kniedehnung  $\epsilon_K$  im Spannungs-



Dehnungs-Verlauf meßbar ist, tritt diese bei  $-20^{\circ}\text{C}$  bereits bei 0.33 % Dehnung ein. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve fällt danach auf das Niveau der bei hohen Temperaturen ( $90^{\circ}\text{C}$ ) geprüften Laminats ab, was darauf hindeutet, daß bereits ein hohes Maß an Schädigung durch die Querrißbildung und der daraus resultierenden Schädigungen in den  $0^{\circ}$ -Lagen vorhanden ist.

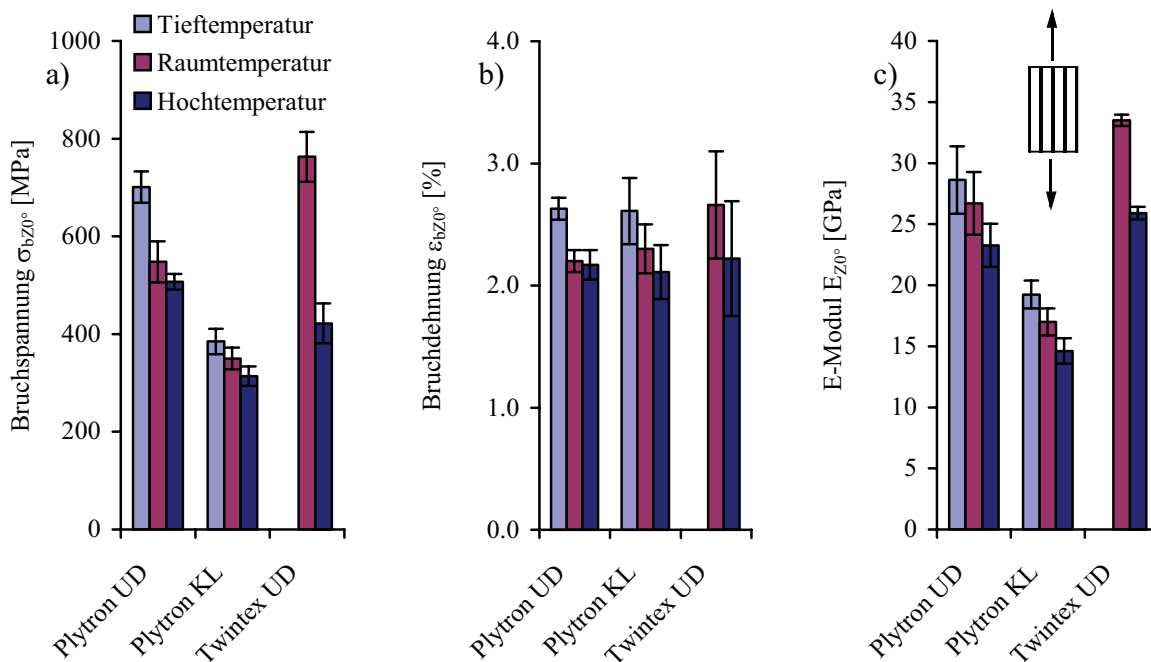


Abb. 4.3.2-8: a) Bruchspannungen, b) Bruchdehnungen und c) E-Moduln in Abhängigkeit von der Prüftemperatur ( $-20^{\circ}\text{C}$ ;  $23^{\circ}\text{C}$ ;  $90^{\circ}\text{C}$ )

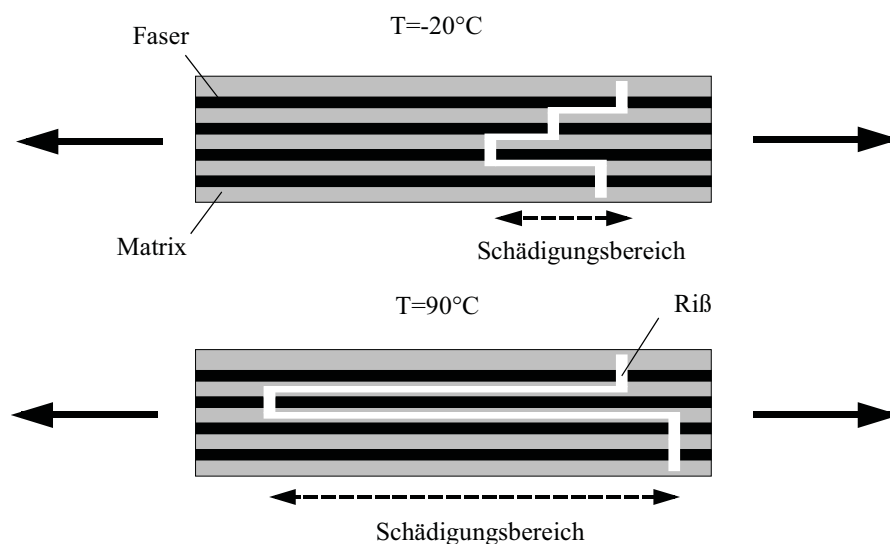
Die Bruchfestigkeiten aller drei Laminats nehmen mit der Prüftemperatur ab (Abb. 4.3.2-8 a). Die unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Laminats hingegen weisen zwischen  $-20^{\circ}\text{C}$  und  $23^{\circ}\text{C}$  einen höheren Festigkeitsverlust auf und verhalten sich bzgl. der Festigkeit bis  $90^{\circ}\text{C}$  ähnlich den Kreuzlaminats. Die Festigkeitsabnahme von Twintex<sup>®</sup> ist deutlich höher als die von Plytron<sup>®</sup> im Bereich von Raumtemperatur bis  $90^{\circ}\text{C}$ . Die Bruchdehnungen verhalten sich analog den Bruchfestigkeiten.

Die Bruchmechanismen unterscheiden sich bei hohen und tiefen Prüftemperaturen signifikant. Sie sind jedoch für beide Laminatsysteme, Plytron<sup>®</sup> und Twintex<sup>®</sup>, vergleichbar. Kommt es bei tiefen Prüftemperaturen vor allem zu einem Versagen in der Faser/Matrix-Grenzfläche und zu einem interkristallinem Rißwachstum, verläuft der Rißfortschritt bei hohen Temperaturen hauptsächlich transkristallin innerhalb der Matrix (Abb. 4.3.2-10).

Bei tiefen Temperaturen kommt es nach dem ersten Versagen einzelner Fasern bzw. Faserbündel aufgrund der hohen thermischen Spannungen in der Faser/Matrix-Grenzfläche zu Ablösungen

von der Matrix (Debonding) und daraufhin zu einer Spannungsübertragung auf die benachbarten Fasern. Außerdem entstehen Längsrisse entlang den Faser/Matrix- oder Sphärolithgrenzen. Die Proben versagen abrupt. Der eigentliche makroskopische Schädigungsbereich ist klein, bezogen auf die Probenlänge.

Bei hohen Temperaturen erfolgt meist über die gesamte freie Probenlänge die Ausbildung von Längsrissen unter Schubbelastung (Mode II), bis die einzelnen Risse auf die Einspannungen treffen und dort nicht weiterlaufen können. Der Rißfortschritt verläuft überwiegend transkristallin in der Matrix. Wie im Fall der transversalen Zugversuche ist nur eine begrenzte Grenzflächenhaftung zwischen Fasern und Matrix vorhanden, die auf das Erweichen der Matrix und den daraus folgenden reduzierten radialen Druckspannungen auf die Fasern zurückzuführen ist. *Abb. 4.3.2-9* stellt diese charakteristischen Bruchmechanismen schematisch dar.

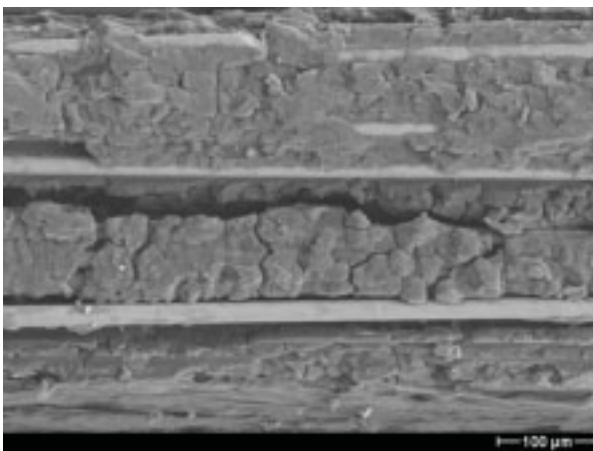


*Abb. 4.3.2-9:* Charakteristische Bruchmechanismen bei tiefen (oben) und hohen (unten) Prüftemperaturen in unidirektionalen Glas/PP-Laminaten

*Abb. 4.3.2-10* macht die unterschiedlichen Matrixeigenschaften bei den jeweiligen Prüftemperaturen deutlich. Bei  $-20^\circ\text{C}$ , weit unterhalb des Glasübergangs von PP, besitzt die Matrix ein überwiegend sprödes Verhalten. Die schwächsten Bereiche stellen die Sphärolithgrenzen da, entlang derer die Rißausbreitung stattfindet. Bei  $90^\circ\text{C}$  erweichen bereits erste kristalline Matrixbereiche und die Matrix besitzt einen hoch zähen Charakter. Es kommt zu einer duktilen Verformung der Matrix unter Schubbelastung (Mode II) und der Rißfortschritt setzt sich transkristallin durch die einzelnen Kristallite fort. Es erfolgt eine Fibrillierung, wie sie für CF/PEEK unter

Mode II Belastung und Raumtemperatur bereits von Heutling analysiert wurde /196/. Auch Heutling konnte eine zunehmende Matrixduktilität mit höheren Temperaturen beobachten. Die charakteristische geneigte Zipfelbildung ist typisch für schubbeanspruchte Laminatbereiche und zeigt die Richtung des Abgleitens an /197/. Dabei liegen die Fasern zu einem großen Teil frei, wie bereits bei den transversalen Zugversuchen bei hohen Temperaturen (90°C) beobachtet wurde. Beides, die duktile Zipfelbildung und die freiliegenden Fasern deuten darauf hin, daß die Bruchgeschwindigkeit im Vergleich zu den tiefen Temperaturen gering ist.

Tieftemperatur (-20°C)



Hochtemperatur (90°C)

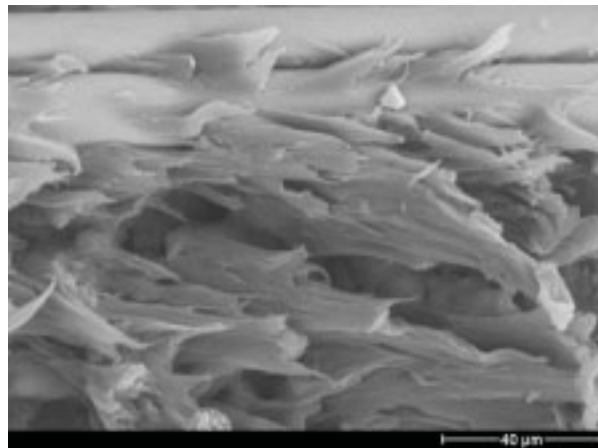
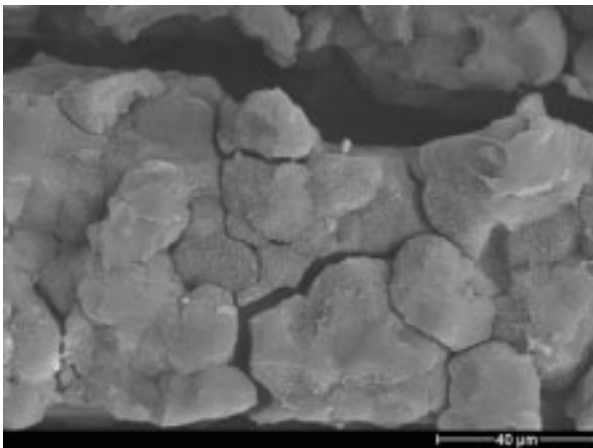
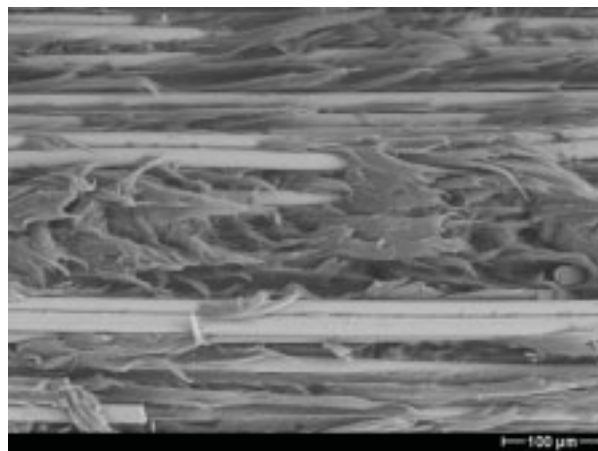


Abb. 4.3.2-10: Charakteristische Zugbruchmorphologien für Plytron® UD bei tiefen (links) und hohen (rechts) Prüftemperaturen

In den Kreuzlaminaten kommt es aufgrund der hohen thermischen Eigenspannungen zwischen den 90°- und 0°-Lagen zu Delaminationen während des Reißfortschritts. Diese treten vermehrt bei tiefen Temperaturen auf, was zum einen auf die höheren Spannungsunterschiede zwischen den Laminatlagen zurückzuführen ist, die durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der

unidirektionalen Einzellagen hervorgerufen werden /78/. Zum anderen besitzt die Matrix eine geringe Zähigkeit und damit geringe Möglichkeiten Spannungsspitzen eines bereits entstandenen Risses durch plastische Verformungen vor der Rißspitze abzubauen /194/. Zusätzlich sind die durch die Verarbeitung eingebrachten Grenzflächenspannungen zwischen den Fasern und der Matrix bei tiefen Temperaturen am höchsten, wie in Kap. 4.2.2 bereits gezeigt. Dadurch kommt es zu überwiegendem Rißwachstum in der Faser/Matrix-Grenzfläche und zu einer frühen Querrißbildung in den 90°-Lagen.

### 4.3.3 Druckeigenschaften

#### Einfluß der Konditionierungen

In den Abb. 4.3.3-1 a-c sind die Spannungs-Dehnungs-Diagramme unter Druckbelastung für alle drei Lamine in Abhängigkeit von den Alterungen dargestellt. Der Druck-Elastizitätsmodul  $E_{D0^\circ}$  wird in den Bereichen zwischen 10 % und 50 % der Bruchspannung als Sekantenmodul gemessen. Die Lamine besitzen ein überwiegend lineares Verformungsverhalten bis kurz vor dem Versagen, das in allen Fällen abrupt eintritt.

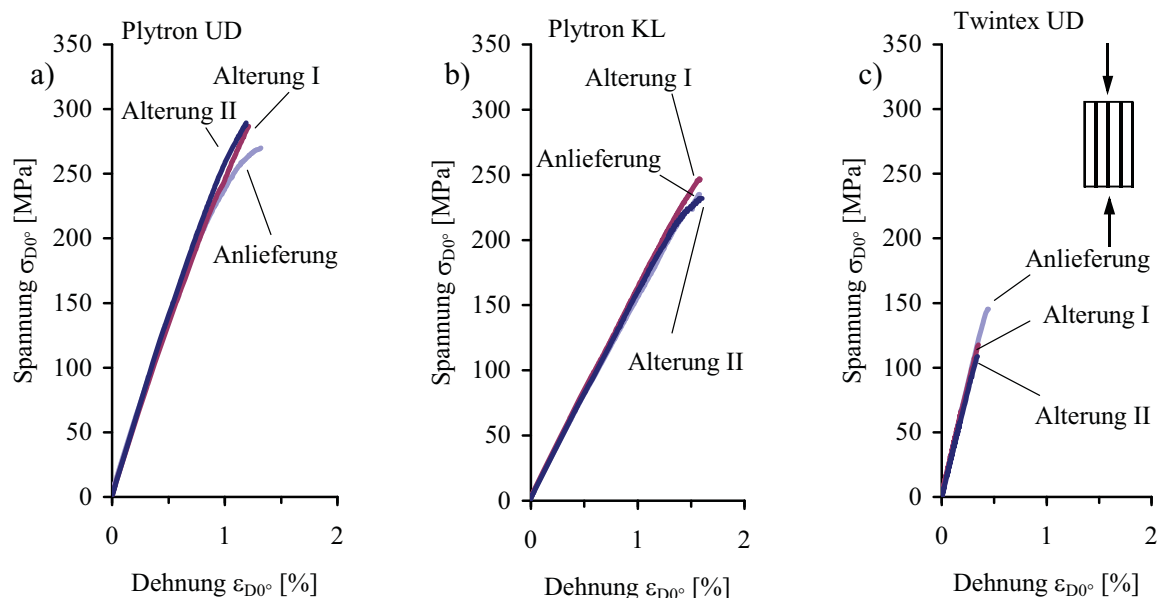


Abb. 4.3.3-1: Charakteristische Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Druckversuche in Abhängigkeit von der Konditionierung; a) Plytron<sup>®</sup> UD; b) Plytron<sup>®</sup> KL; c) Twintex<sup>®</sup> UD

Der Elastizitätsmodul  $E_{D0^\circ}$  von Plytron<sup>®</sup> steigt für die gealterten Laminate geringfügig an, was auf den erhöhten Matrixmodul zurückzuführen ist (Abb. 4.3.3-2 c). Um so auffälliger ist die Verringerung des E-Moduls  $E_{D0^\circ}$  der gealterten Twintex<sup>®</sup>-Lamine.

Eine Erklärung für die niedrigen Moduln der gealterten Twintex<sup>®</sup>-Lamine im Vergleich zu den angelieferten Laminaten kann sein, daß bereits zu Beginn der Belastung erste Schädigungen in den gealterten Laminaten auftreten und somit den E-Modul erniedrigen. Nach den bisherigen Ergebnissen kann davon ausgegangen werden, daß die PET-Bindefäden in Twintex<sup>®</sup> aufgrund der Alterungen nachkristallisieren und durch die damit verbundenen Schwindungsprozesse Spannungskonzentrationen an den Glasfaserbündeln hervorrufen, die schon bei niedrigen Belastungsspannungen im Vergleich zu den angelieferten Laminaten zu ersten Schädigungen unter Druckbelastung führen.

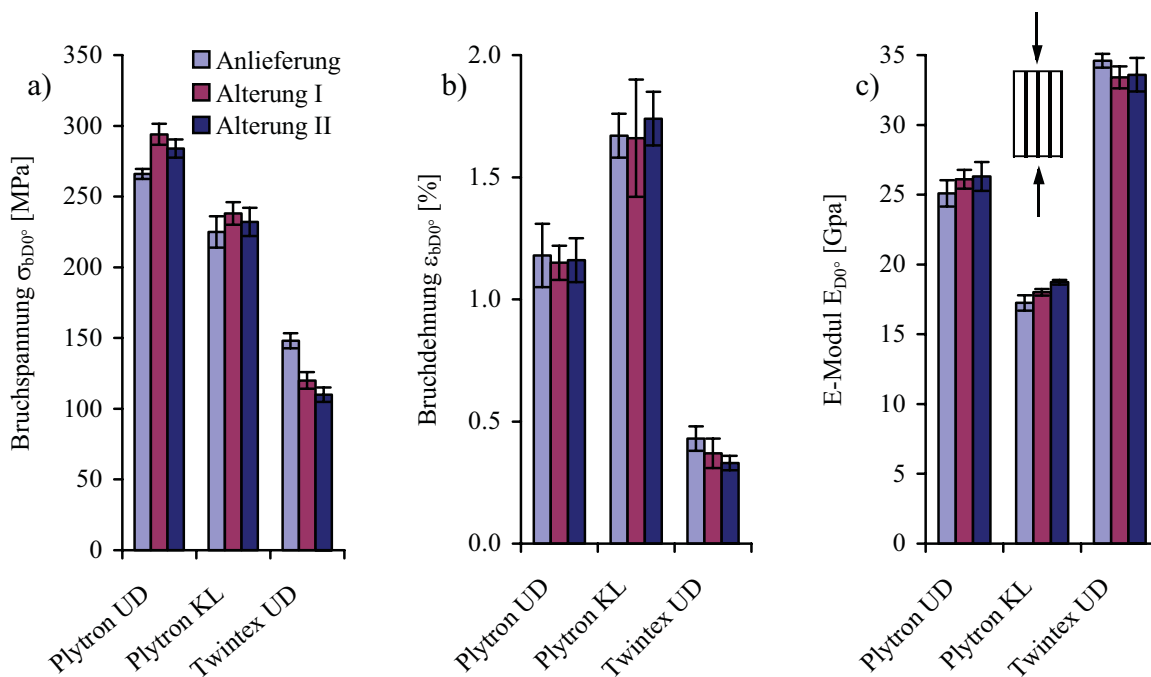


Abb. 4.3.3-2: Mechanische Kennwerte der Druckversuche unter Raumtemperatur in Abhängigkeit der Konditionierung; a) Bruchspannung  $\sigma_{bD0^\circ}$ ; b) Bruchdehnung  $\varepsilon_{bD0^\circ}$ ; c) Elastizitätsmodul  $E_{D0^\circ}$

Abb. 4.3.3-2 a zeigt die Bruchspannungen  $\sigma_{bD0^\circ}$  aller drei Lamine. Für Plytron<sup>®</sup> erreichen die Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine die höchsten Bruchspannungen vor den thermisch gealterten (Alterung II). Die angelieferten Lamine besitzen für beide Lamine die niedrigsten Bruchspannungen. Daß die gealterten Lamine eine höhere Bruchfestigkeit erreichen als die angelieferten ist zu erwarten. Der Grund hierfür ist der höhere Matrixmodul, der eine bessere

Stützwirkung der Fasern und damit einen erhöhten Widerstand gegen das Ausknicken der Fasern unter Druckbelastung bewirkt. /88, 91, 198/. Überraschend ist, daß die Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine die höchsten Druckfestigkeiten aufweisen. Eine schlüssige Erklärung dieses Verhaltens kann nicht gefunden werden. Allerdings haben Drzal und Madhukar /57/ in einer Untersuchung der Druckfestigkeiten von CF/Epoxid-Laminaten unterschiedlicher Faser/Matrix-Festigkeit folgendes festgestellt:

Drzal und Madhukar haben die wichtige Rolle der Querkontraktion unter Druckbelastung hervorgehoben /57/. Aufgrund der Volumenkonstanz kommt es in den Laminaten zu internen transversalen Zugspannungen in der Faser/Matrix-Grenzfläche. Treten dabei vereinzelt Ablösungen der Matrix von der Faser (Debonding) unter Belastung auf, so können diese Spannungen teilweise abgebaut werden und das Laminat entlasten. Wie bereits beschrieben, besitzen die Klimawechsel gealterten Lamine die geringsten transversalen Zug- und Faser/Matrix-Grenzflächenfestigkeiten. Dies kann, wie oben beschrieben, einen Spannungsabbau bewirken und die hohen Druckfestigkeiten erklären.

Tabelle 4.3.3-1: Druckkennwerte parallel zur Hauptfaserrichtung in Abhängigkeit von Konditionierung und Prüftemperatur

Laminat	Prüftemperatur [°C]	Konditionierung	Druckkennwerte		
			$\sigma_{bD0^\circ}$ [MPa]	$\varepsilon_{bD0^\circ}$ [%]	$E_{D0^\circ}$ [GPa]
Plytron® UD	-20	Anlieferung	---	---	---
		Anlieferung	266 ± 3	1.18 ± 0.13	25.10 ± 0.94
	23	Alterung I	294 ± 8	1.15 ± 0.07	26.12 ± 0.67
		Alterung II	284 ± 6	1.16 ± 0.09	26.3 ± 1.03
	90	Anlieferung	139 ± 21	0.59 ± 0.09	23.24 ± 0.08
Plytron® KL	-20	Anlieferung	297 ± 41	1.94 ± 0.20	15.64 ± 1.11
		Anlieferung	225 ± 11	1.67 ± 0.09	17.25 ± 0.55
	23	Alterung I	238 ± 8	1.66 ± 0.24	18.01 ± 0.23
		Alterung II	232 ± 10	1.74 ± 0.11	18.73 ± 0.17
	90	Anlieferung	123 ± 7	0.93 ± 0.05	13.99 ± 1.07
Twintex® UD	-20	Anlieferung	160 ± 6	0.52 ± 0.04	33.31 ± 1.15
		Anlieferung	148 ± 5	0.43 ± 0.05	34.6 ± 0.51
	23	Alterung I	120 ± 6	0.37 ± 0.06	33.4 ± 0.79
		Alterung II	110 ± 5	0.33 ± 0.03	33.59 ± 1.23
	90	Anlieferung	54 ± 2	0.19 ± 0.01	29.18 ± 1.12

Die Kreuzlamine weisen nur eine geringfügig niedrigere Bruchfestigkeit  $\sigma_{bD0^\circ}$  auf als die unidirektionalen Lamine. Werden unidirektionale Lamine auf transversalen Druck belastet, so erreichen diese höhere Bruchfestigkeiten, als wenn sie auf transversalen Zug belastet werden /91/. Dieses Verhalten steht in direktem Zusammenhang mit den im Laminat entstehenden Spannungszuständen an den Fasern und deren Umgebung unter Druckbelastung. Dies führt dazu, daß senkrecht zur Belastungsrichtung Zugspannungen in der Faser/Matrix-Grenzfläche entstehen, die

aber weitaus geringer sind, als die Spannungsüberhöhungen unter transversaler Zugbelastung /80, 199/. Rijdsijk hat dieses Verhalten ebenfalls für unidirektionales Glas/PP nachgewiesen /63/. Für ein Faservolumen von 58 % ermittelte er eine transversale Zugfestigkeit  $\sigma_{bZ90^\circ}$ , für Grenzflächen optimierte Lamine, mit einem Wert von 9.7 MPa und eine transversale Druckfestigkeit  $\sigma_{bD90^\circ}$  mit einem Wert von 37.5 MPa. Dies bedeutet, daß in den Kreuzlaminaten die in Belastung verlaufenden Fasern durch die  $90^\circ$ -Lagen unterstützt und die Neigung zum Ausbeulen verringert wird. Die Werte der Bruchdehnungen unterstreichen diesen Stützeffekt und liegen für die Kreuzlamine um ca. 0.5 % höher als für die unidirektionalen Lamine (Tabelle 4.3.3-1; Abb. 4.3.3-2 b).

Die Bruchfestigkeiten  $\sigma_{bD0^\circ}$  von Twintex<sup>®</sup> sind bei Druckbelastung im Vergleich zu Plytron<sup>®</sup> niedrig. Das deutet darauf hin, daß andere Schädigungsmechanismen auftreten. Die gealterten Lamine zeigen, trotz eines höheren Kristallisationsgrades der Matrix und einer damit verbundenen Zunahme des E-Moduls, niedrigere Bruchspannungen als die angelieferten Lamine. Wie bereits für die E-Moduln  $E_{D0^\circ}$  angenommen, ist es wahrscheinlich, daß aufgrund von Nachkristallisation und Schwindung in den Binfäden erste Schädigungen unter Druckbelastung schneller initiiert werden als in den angelieferten Laminaten. Dadurch kommt es zu einem frühen Ausfall der Lamine. Es ist bekannt, daß durch bereits bestehende Welligkeiten der Fasern im Laminat die Schubspannungen unter Druckbelastung auf die Matrix erhöht werden und sich damit die Laminatdruckfestigkeiten drastisch verringern /200/. Solche Schubspannungserhöhungen treten in Twintex<sup>®</sup> aufgrund der Welligkeit der Fasern ebenfalls auf. Dies ist eine weitere Erklärung für die geringen Druckfestigkeiten von Twintex<sup>®</sup> im Vergleich zu Plytron<sup>®</sup>. Bei Twintex<sup>®</sup> sind die Bruchfestigkeiten der Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine geringfügig höher als die der thermisch gealterten (Alterung II) Lamine

In den unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Laminaten sind zwei Schädigungsmechanismen zu unterscheiden. Zum einen erfolgt ein Abscheren der Proben in einem Winkel von ca.  $45^\circ$  zur Belastungsebene. Zum anderen entstehen sogenannte „Kinkbänder“, bei denen die Proben in Faserrichtung ebenfalls in einer Scherebene von etwa  $45^\circ$ , diesmal jedoch an zwei unmittelbar benachbarten Stellen, versagen. Beide Versagensmechanismen sind bereits aus Untersuchungen mit duroplastischen Laminatsystemen bekannt. Höhere Festigkeitseigenschaften konnten bei Laminaten, die durch Abscheren versagten, beobachtet werden /57, 88, 89/. Für alle Konditionierungen können bei Plytron<sup>®</sup> beide Versagensmechanismen beobachtet werden, wobei kein Trend bzgl. höherer Festigkeiten feststellbar ist. Rijdsijk, der Druckversuche mit unidirektionalem Glas/PP durchgeführt hat, konnte ebenfalls „Kinkbänder“ als Schadensmechanismen in Verbindung mit Längsrißbildung feststellen /63/. Versuche von Rijdsijk wurden mit gestützten Proben nach dem Cela-

nese Testverfahren durchgeführt. Längsrisse konnten in den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche nicht festgestellt werden.

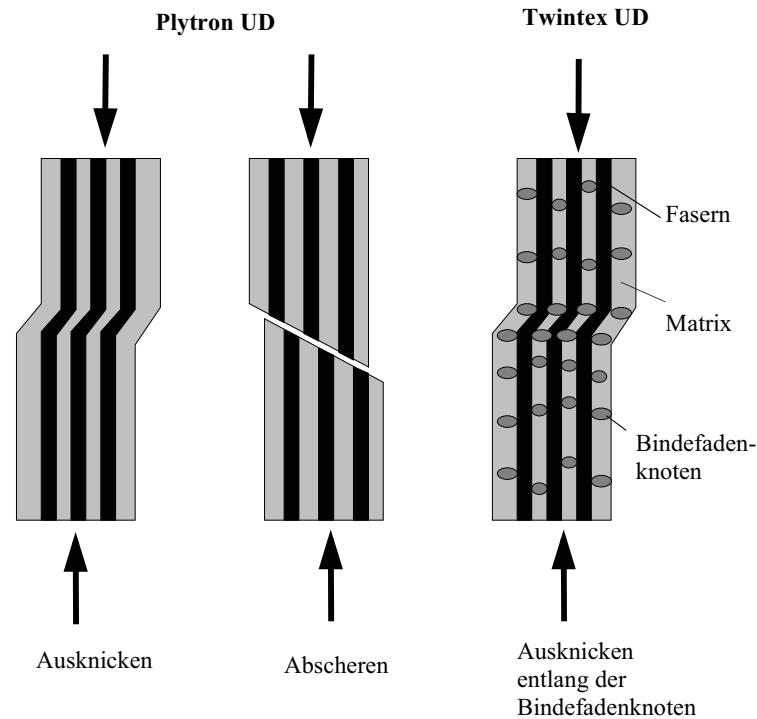


Abb. 4.3.3-3: Charakteristische Schädigungsmechanismen unter Druckbelastung der unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>- (links) und Twintex<sup>®</sup>-Laminat (rechts)

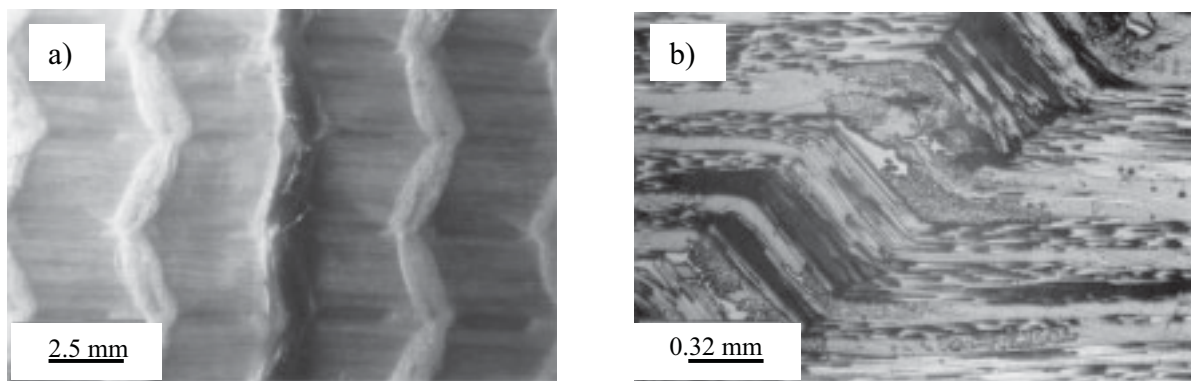


Abb. 4.3.3-4: Bruchentstehung entlang eines Bindefaden in Twintex<sup>®</sup>; b) „Kinkband“ unterhalb dieses Risses

Auch bei Twintex<sup>®</sup> tritt als Versagensmechanismus die bereits beschriebene Formierung von „Kinkbändern“ auf. Die Bildung von „Kinkbändern“ wird durch die in Twintex<sup>®</sup> vorhandenen Bindefäden und deren Knotenstellen, die die Fasern aus ihrer Längsachse auslenken, begünstigt. Versagen tritt bevorzugt entlang der Bindefäden an den Stellen ein, an denen die Konstellation



der Bindefäden einen besonders hohen Spannungszustand im Laminat hervorruft (Abb. 4.3.3-4 a). Dies ist der Fall, wenn Bindefäden und -knoten einzelner Laminatlagen genau übereinander liegen (Abb. 4.3.3-4 b). Dadurch werden im Laminat vielfach höhere Spannungen hervorgerufen als alleine durch die äußeren Belastungen.

### Einfluß der Prüftemperatur

Die Spannungs-Dehnungs-Verläufe der Laminats im Anlieferungszustand unter Druckbelastung in Abhängigkeit von der Prüftemperatur sind in Abb. 4.3.3-5 a-c dargestellt. Es ist zu beachten, daß die Twintex<sup>®</sup>-Kurven eine separate Skalierung besitzen (Abb. 4.3.3-5 c).

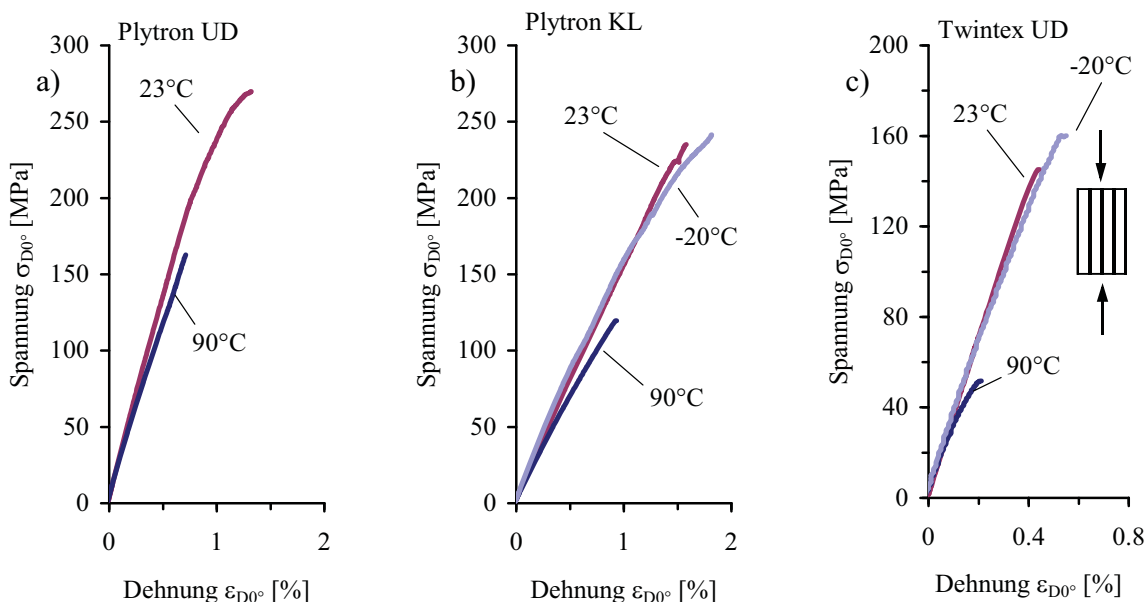


Abb. 4.3.3-5: Charakteristische Spannungs-Dehnungs-Verläufe unter Druckbelastung für Plytron<sup>®</sup> UD (a), Plytron<sup>®</sup> KL (b) und Twintex<sup>®</sup> UD (c) in Abhängigkeit von der Prüftemperatur (-20°C; 23°C; 90°C)

Bis zum Beginn erster Schädigungen zeigen die Spannungs-Dehnungs-Kurven einen linearen Verlauf. Vor allem die Kreuzlaminats von Plytron<sup>®</sup> und die unidirektionalen Twintex<sup>®</sup> Laminats weisen jedoch bereits früh erste Abweichungen vom linearen Spannungs-Dehnungs-Verhalten auf. Bei tiefen Prüftemperaturen zeigen die Kurven ein Abflachen, was dazu führt, daß die Elastizitätsmoduln  $E_{D0^\circ}$  für -20° niedriger ausfallen als für Raumtemperatur (Abb. 4.3.3-6 c).

Bei hohen Temperaturen zeigen die Kurven für das Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlaminat und Twintex<sup>®</sup> einen nahezu ideal-plastischen Verlauf, der auf die hohe Zähigkeit der Polypropylenmatrix unter 90°C

Prüf­temperatur zurückzuführen ist. Die Elastizitätsmoduln  $E_{D0^\circ}$  der bei  $90^\circ\text{C}$  geprüften Laminate sind in allen Fällen die niedrigsten. Twintex<sup>®</sup> besitzt aufgrund seines höheren Faservolumens auch unter Druckbelastung den höchsten E-Modul.

Die Bruchspannungen  $\sigma_{bD0^\circ}$  nehmen für Plytron<sup>®</sup> mit zunehmender Temperatur ab (Abb. 4.3.3-6 a). Für Twintex<sup>®</sup> sind bei jeder Prüf­temperatur die Bruchspannungen geringer als für die Plytron<sup>®</sup>-Laminate. Wie bei Raumtemperaturbedingungen erfolgt die Schädigung in Twintex<sup>®</sup> aufgrund der von den PET Binfäden ausgelösten Spannungsüberhöhungen. Bei tiefen Temperaturen können aufgrund des hohen E-Moduls der Polypropylenmatrix und der PET-Binfäden diese Spannungsüberhöhungen ansteigen. Der stufenförmige Spannungs-Dehnungs-Verlauf der bei  $-20^\circ\text{C}$  geprüften Twintex<sup>®</sup>-Laminate zeigt, daß von Beginn der Belastung an Schädigungen im Laminat auftreten. Diese Schädigungen treten an den Stellen der Binfädenknoten auf, an denen die höchsten Spannungskonzentrationen eintreten und an denen die Fasern aufgrund ihrer Auslenkung den geringsten Widerstand gegen Verformung besitzen.

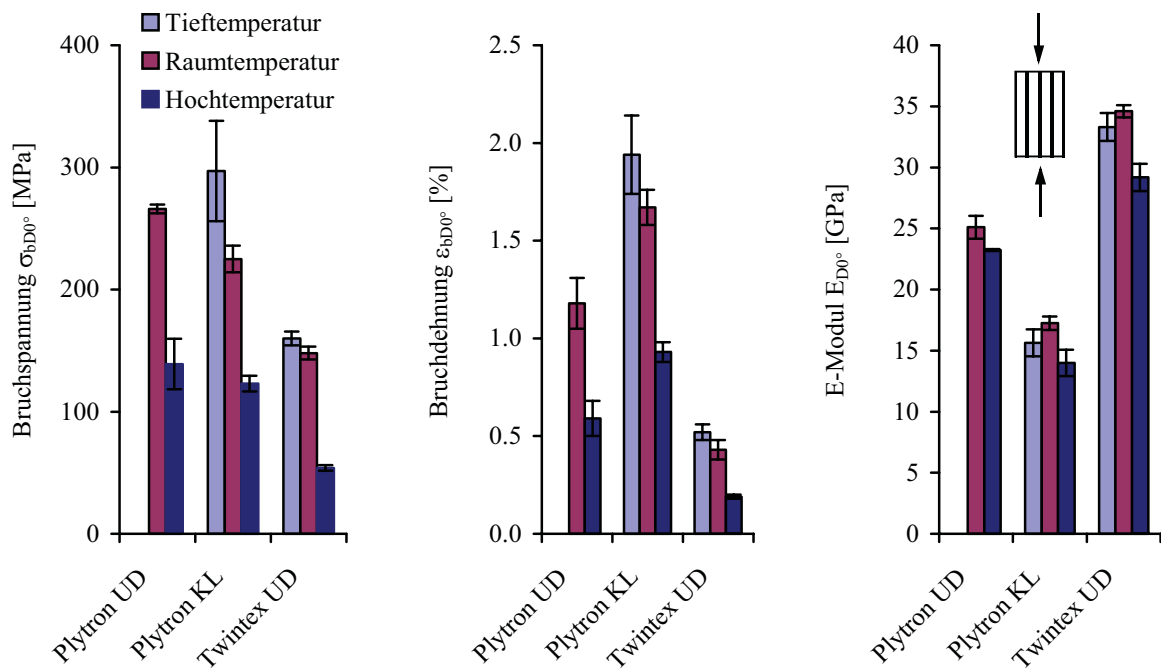


Abb. 4.3.3-6: a) Bruchspannungen, b) Bruchdehnungen und c) E-Moduln in Abhängigkeit von der Prüf­temperatur ( $-20^\circ\text{C}$ ;  $23^\circ\text{C}$ ;  $90^\circ\text{C}$ )

Wie im Fall der bei Raumtemperaturbedingungen auf Druck belasteten Laminate besitzen die Kreuzlaminate die höchsten Bruchdehnungen  $\epsilon_{bD0^\circ}$ , was auf die  $90^\circ$  zur Belastung orientierten Lagen zurückzuführen ist, die eine zusätzliche Stützwirkung im Laminat besitzen.

Für die beiden Plytron<sup>®</sup>-Lamine unterscheiden sich die Schädigungsmechanismen bei tiefen (-20°C) und bei hohen (90°C) Temperaturen deutlich. Während es bei tiefen Temperaturen zu einem Abscheren in der Ebene höchster Schubspannungen unter ca. 45° kommt (Abb. 4.3.3-8 a), erfolgt bei hohen Temperaturen die Schädigung ausschließlich durch entstehen von Kinkbändern (Abb. 4.3.3-7 b). Beide Mechanismen werden durch die Matrix gesteuert. Die Bruchfestigkeiten  $\sigma_{bD0^\circ}$  nehmen mit der Temperatur ab und es erfolgt eine Veränderung der Bruchmechanismen.

Die Twintex<sup>®</sup>-Lamine versagen sowohl bei hohen, als auch bei tiefen Temperaturen und bei Raumtemperatur unter Bildung von Kinkbändern (Abb. 4.3.3-4 b).

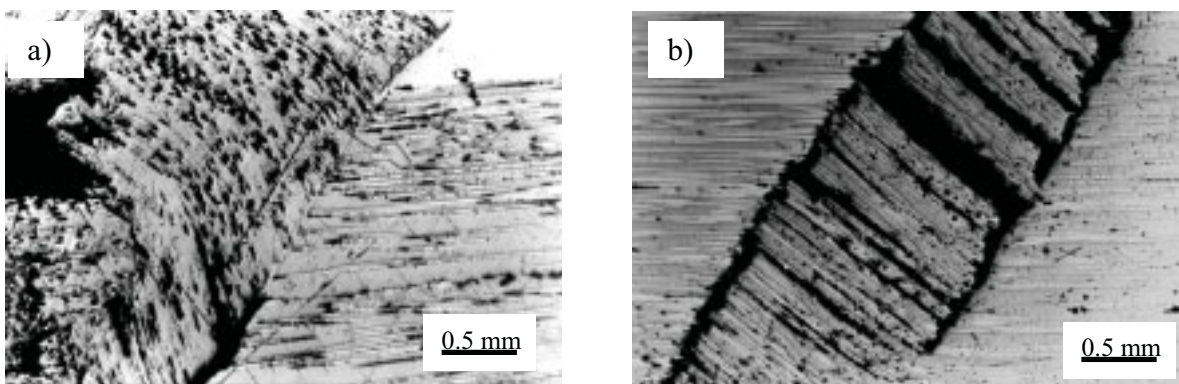


Abb. 4.3.3-7: Abhängigkeit der Bruchmechanismen von der Prüftemperatur für Plytron<sup>®</sup> UD bei Druckbelastung; a) tiefe Temperaturen (-20°C) und b) hohe Temperaturen (90°C)

#### 4.3.4 Biegeeigenschaften

Abb. 4.3.4-1 a-c zeigt charakteristische Spannungs-Dehnungs-Verläufe aller drei Lamine bei Dreipunkt-Biegebelastung in Abhängigkeit von der Alterung. Die Plytron<sup>®</sup>-Lamine besitzen bis ca. 80 % der Bruchspannung einen linearen Kurvenverlauf. Danach erfolgt ein Abflachen der Kurven. Twintex<sup>®</sup> weist ein lineares Spannungs-Dehnungs-Verhalten bis zum abrupten Eintreten des Bruchs auf. Die notwendige Biegekraft fällt daraufhin stufenförmig ab. Es ist zu beachten, daß die maximalen Bruchspannungen von Twintex<sup>®</sup> nur die Hälfte der Werte erreichen als die des unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>. Der steilere Kurvenverlauf ist auf das größere Faservolumen von Twintex<sup>®</sup> zurückzuführen (die Twintex<sup>®</sup>-Kurven besitzen eine separate Skalierung) (Abb. 4.3.4-1 c).

Wie aus den charakteristischen Spannungs-Dehnungs-Verläufen zu erkennen ist, existieren keine Unterschiede der Elastizitätsmoduln  $E_{B0^\circ}$  im Rahmen der auftretenden Streuungen innerhalb der jeweiligen Lamine (Abb. 4.3.4-3 c). Twintex<sup>®</sup> besitzt aufgrund des höheren Faservolumenan-

teils den höchsten E-Modul, das Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlaminat aufgrund des geringsten Faservolumenanteils parallel zur Biegebelastung den niedrigsten E-Modul.

Die Bruchspannungen  $\sigma_{bB0^\circ}$  sowie die Bruchdehnungen  $\varepsilon_{bB0^\circ}$  zeigen keinen signifikanten Einfluß der Alterungen (Abb. 4.3.4-3 a-b). Lediglich im unidirektionalen Plytron<sup>®</sup> kann eine geringe Festigkeitssteigerung der gealterten Lamine festgestellt werden, was auf den höheren Matrixmodul aufgrund der Kristallinitätssteigerung zurückzuführen ist. Eine Erhöhung des Matrixmoduls bewirkt eine Erhöhung der Bruchfestigkeiten unter Biegebelastung /97/. Der Grund hierfür ist die höhere Stützwirkung der Matrix die ein frühzeitiges Ausknicken der Fasern verhindert. Sowohl für das Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlaminat, als auch für Twintex<sup>®</sup> ist diese Festigkeitssteigerung nicht zu beobachten. Das unidirektionale Plytron<sup>®</sup> erreicht die höchsten Bruchfestigkeiten, Twintex<sup>®</sup> die niedrigsten. Der Unterschied in den Bruchspannungen zwischen den unidirektionalen und den Kreuzlaminaten von Plytron<sup>®</sup> sind darauf zurückzuführen, daß im Kreuzlaminat aufgrund der zueinander versetzten Laminatlagen, ein geringerer Anteil der Verstärkungsfasern in Belastungsrichtung orientiert sind.

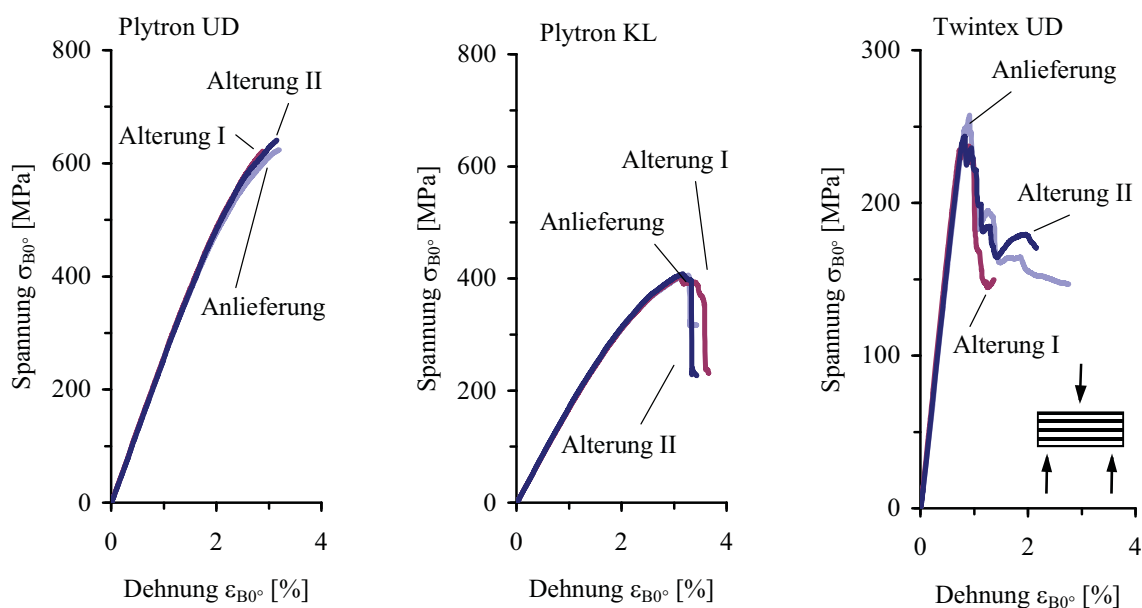


Abb. 4.3.4-1: Charakteristische Spannungs-Dehnungs-Verläufe in Abhängigkeit von der Konditionierung; a) Plytron<sup>®</sup> UD; b) Plytron<sup>®</sup> KL; c) Twintex<sup>®</sup> UD

Der Laminataufbau hat nicht nur einen Einfluß auf die Biegekennwerte, sondern auch auf die Versagensmechanismen (Tabelle 4.3.4-2; Abb. 4.3.4-6). Bei Raumtemperatur versagen die unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Lamine abrupt durch Ausknicken der Fasern an der Druckseite, während die Kreuzlamine durch Faserbrüche an der Zugseite sowie Ausknicken der Fasern an der

Druckseite versagen. In den Kreuzlaminaten treten zunächst die Faserbrüche in der äußersten  $0^\circ$ -Lage an der Zugseite auf. Der dadurch entstehende Riß beginnt an der Zugseite und läuft in das Laminat hinein. An der interlaminaren Grenzfläche zwischen der  $0^\circ$ -Lage und der benachbarten  $90^\circ$ -Lage verändert sich die lokale Richtung des Rißfortschritts. Mit ansteigender Belastung tritt ein Ausknicken der Fasern an der Druckseite auf. Ebenfalls, wie an der Zugseite, verändert sich die lokale Bruchrichtung an der interlaminaren Grenzfläche zwischen der  $0^\circ$ - und der  $90^\circ$ -Lage (Abb. 4.3.4-2). Dieses Phänomen ist nicht neu und wird von Franz damit erklärt, daß beim Auftreffen eines Risses auf eine winkelig versetzte Faserlage zusätzliche Spannungskomponenten auftreten und zu einem sogenannten Mixed-Mode Spannungszustand an der Rißspitze führen /197/.

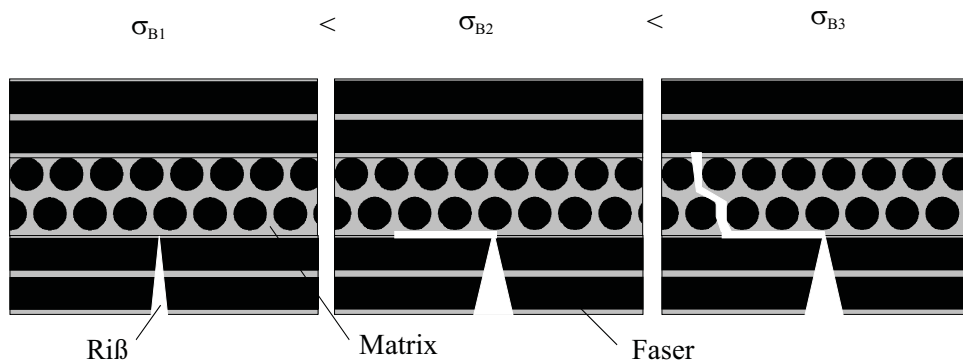


Abb. 4.3.4-2: Änderung der Rißfortschrittsrichtung an den interlaminaren Grenzflächen zwischen den  $0^\circ$ - und den  $90^\circ$ -Lagen im Plytron® Kreuzlaminat

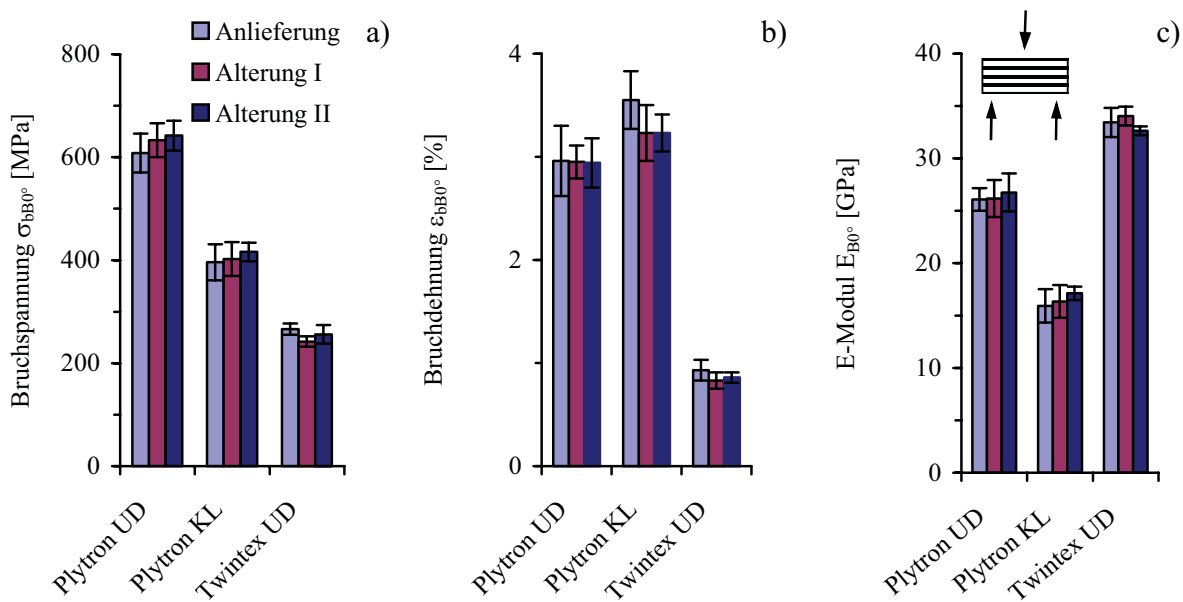


Abb. 4.3.4-3: Mechanische Kennwerte in Abhängigkeit der Konditionierung: a) Bruchspannung  $\sigma_{BB0^\circ}$ ; b) Bruchdehnung  $\epsilon_{BB0^\circ}$ ; c) Elastizitätsmodul  $E_{B0^\circ}$

Tabelle 4.3.4-1: Biegekennwerte parallel zur Faserhaupttrichtung in Abhängigkeit von Konditionierung und Prüftemperatur

Laminat	Prüftemperatur [°C]	Konditionierung	Biegekennwerte		
			$\sigma_{bB0^\circ}$ [MPa]	$\epsilon_{bB0^\circ}$ [%]	$E_{B0^\circ}$ [GPa]
Plytron® UD	-20	Anlieferung	672 ± 44	3.73 ± 0.09	27.27 ± 1.58
		Anlieferung	608 ± 38	2.96 ± 0.34	26.09 ± 1.08
	23	Alterung I	633 ± 33	2.95 ± 0.16	26.16 ± 1.76
		Alterung II	641 ± 29	2.94 ± 0.24	26.74 ± 1.81
	90	Anlieferung	309 ± 22	1.34 ± 0.10	24.78 ± 1.61
	Plytron® KL	-20	Anlieferung	436 ± 24	3.80 ± 0.19
Anlieferung			396 ± 35	3.55 ± 0.28	15.93 ± 1.59
23		Alterung I	403 ± 33	3.23 ± 0.27	16.35 ± 1.55
		Alterung II	416 ± 18	3.23 ± 0.18	17.12 ± 0.64
90		Anlieferung	228 ± 11	1.56 ± 0.13	15.77 ± 0.62
Twintex® UD		-20	Anlieferung	508 ± 22	1.63 ± 0.15
	Anlieferung		266 ± 11	0.93 ± 0.10	33.44 ± 1.39
	23	Alterung I	242 ± 10	0.83 ± 0.08	34.03 ± 0.90
		Alterung II	257 ± 18	0.86 ± 0.05	32.64 ± 0.41
	90	Anlieferung	124 ± 9	0.59 ± 0.10	28.46 ± 0.91

### Einfluß der Prüftemperatur

Die temperaturabhängigen Spannungs-Dehnungs-Verläufe unter Dreipunkt-Biegebelastung der im Anlieferungszustand belassenen unterschiedlichen Lamine sind in *Abb. 4.3.4-5 a-c* zu sehen. Bei den Plytron®-Laminaten kommt es bei einer Prüftemperatur von  $-20^\circ\text{C}$  bereits ab etwa 60 % der Bruchspannung  $\sigma_{bB0^\circ}$  zum Auftreten erster Schädigungen, was anhand des Spannungs-Dehnungs-Diagramms mit dem Abweichen vom linearen Kurvenverlauf gezeigt werden kann. Bei Raumtemperatur setzten erste Schädigungen erst ab etwa 80 % der Bruchspannung  $\sigma_{bB0^\circ}$  ein, wohingegen bei  $90^\circ\text{C}$  Prüftemperatur ein rein lineares Spannungs-Dehnungs-Verhalten bis zum abrupten Versagen der Proben vorhanden ist.

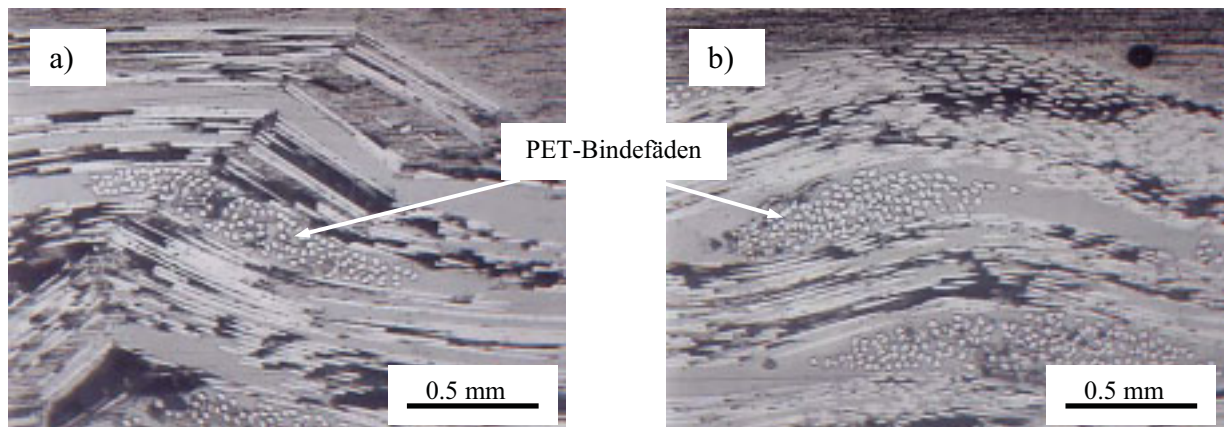


Abb. 4.3.4-4: Twintex: Druckversagen unter Biegebelastung; a) Prüftemperatur  $T=23^\circ\text{C}$ , Bildung von Kinkbändern; b) Prüftemperatur  $T=90^\circ\text{C}$ , Ausbeulen der Glasfasern

Twintex<sup>®</sup> besitzt, dem Verhalten unter Raumtemperatur vergleichbar, sowohl bei tiefen, als auch bei hohen Temperaturen ein lineares Spannungs-Dehnungs-Verhalten bis zum abrupten Versagen der Proben, jedoch bei geringeren Bruchspannungen  $\sigma_{bB0^\circ}$  als dies für unidirektionales Plytron<sup>®</sup> der Fall ist.

Alle gemessenen mechanischen Kennwerte spiegeln die Abhängigkeit von der Prüftemperatur wider (Tabelle 4.3.4-1). Mit steigender Prüftemperatur nehmen Biegefestigkeit  $\sigma_{bB0^\circ}$ , Bruchdehnung  $\varepsilon_{bB0^\circ}$  und Elastizitätsmodul  $E_{B0^\circ}$  ab. Der Grund hierfür liegt in der mit zunehmender Prüftemperatur geringeren Matrixsteifigkeit.

Tabelle 4.3.4-2: Schädigungsart in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und dem Laminattyp

Laminat	Prüftemperatur [°C]	Schädigungsart
Plytron <sup>®</sup> UD	-20	Zug
	23	Druck
	90	Druck
Plytron <sup>®</sup> KL	-20	Zug
	23	Zug/Druck
	90	Druck
Twintex <sup>®</sup> UD	-20	Druck
	23	Druck
	90	Druck

Bei hoher Prüftemperatur (90°C) versagen die unidirektionalen und die Kreuzlamine von Plytron<sup>®</sup> unter Druck (Abb. 4.3.4-9 a). Allerdings sind die Versagensmechanismen, die dazu führen, nicht gleich. Die Fasern der unidirektionalen Lamine beulen sich in zwei Richtungen, senkrecht zur lateralen Fläche und senkrecht zur Druckseite, aus. Abb. 4.3.4-6 stellt dies schematisch dar. Die Tiefe der geschädigten Zone an der lateralen Fläche beträgt ca. 2/3 der Probendicke, d. h., daß sich das gemeinsame Ausbeulen über mehrere 0°-Laminatlagen erstreckt.

In den Kreuzlaminaten wird das gemeinsame Ausbeulen der 0°-Fasern durch die 90°-Lagen behindert. Das Ausbeulen, bzw. das Ausknicken der Fasern tritt zunächst nur in der äußersten 0°-Lage an der Druckseite auf. In der benachbarten 90°-Lage kann sich daraufhin ein Matrixriß entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche ausbilden. Solche Matrixrisse in den 90°-Lagen werden, trotz äußerer Druckbeanspruchung, aufgrund der Spannungsüberhöhungen an den senkrecht zur Belastung orientierten Fasern, durch Zugspannungen in der Faser/Matrix-Grenzfläche induziert /91/. Mit ansteigender Belastung bilden sich Kinkbänder in der zweiten und dritten 0°-Lage aus. Das Ausknicken der Fasern und die Bildung der Kinkbänder in den 0°-Lagen führen zu relativen Verschiebungen der 0°-Lagen zu den benachbarten 90°-Lagen. Aus den daraus resultierenden

interlaminaren Schubspannungen entstehen Delaminationen zwischen den einzelnen Laminatlagen.

Bei  $-20^{\circ}\text{C}$  sind die Versagensmechanismen des unidirektionalen Plytron<sup>®</sup> und der Kreuzlaminare vergleichbar. Beide Laminare versagen durch Faserbrüche an der Zugseite (Abb. 4.3.4-9 a). Die Matrixsteifigkeit bei  $-20^{\circ}\text{C}$  ist so hoch, daß sie ein Ausknicken der Fasern auf der Druckseite der Proben verhindert und die Zugspannungen auf der Probenunterseite die für das Laminat kritische Belastung darstellen.

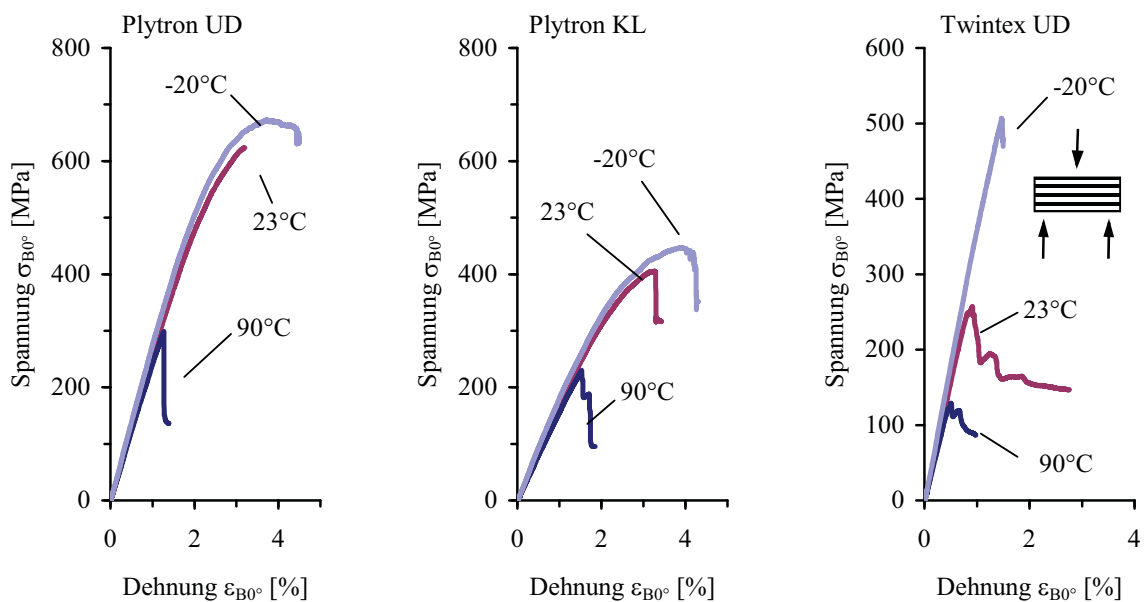


Abb. 4.3.4-5: Charakteristische Spannungs-Dehnungs-Verläufe für Plytron<sup>®</sup> UD (a), Plytron<sup>®</sup> KL (b) und Twintex<sup>®</sup> UD (c) in Abhängigkeit von der Prüftemperatur ( $-20^{\circ}\text{C}$ ;  $23^{\circ}\text{C}$ ;  $90^{\circ}\text{C}$ )

Twintex<sup>®</sup> versagt unter jeder der hier verwendeten Prüftemperaturen unter Druck. Allerdings verhält sich Twintex<sup>®</sup> bei höherer Temperatur ( $90^{\circ}$ ) anders als bei Raumtemperatur. Die Kraft steigt zunächst linear mit der Durchbiegung bis zum Maximum an und fällt dann ca. 30 % ab (Abb. 4.3.4-5 c). Das Laminat versagt bei  $90^{\circ}\text{C}$  durch gemeinsames Ausbeulen der Fasern (Abb. 4.3.4-4 b). Es bilden sich keine Kinkbänder aus, d. h. die Fasern brechen nicht, sondern „schwimmen“ aus. In Abb. 4.3.4-4 b ist zu erkennen, daß die Fasern an den Stellen der Bindefäden gemeinsam ausbeulen. Wie bei unter  $90^{\circ}\text{C}$  geprüften unidirektionalem Plytron<sup>®</sup> beulen sich die Fasern in zwei Richtungen aus, d. h. senkrecht zur lateralen Fläche und senkrecht zur Druckseite.



Die Prüftemperatur hat, wie gezeigt, einen starken Einfluß auf das Biegeverhalten, die Biegekennwerte und die Versagensmechanismen. Mit zunehmender Prüftemperatur sinkt der Biegemodul aufgrund des geringeren Matrixmoduls. Die Biegefestigkeit  $\sigma_{bB0^\circ}$  nimmt im Vergleich zum Elastizitätsmodul  $E_{B0^\circ}$  stärker ab. Der Grund hierfür liegt vor allem in den unterschiedlichen, temperaturabhängigen Versagensmechanismen.

Ein unidirektional faserverstärkter Verbundwerkstoff versagt bei Druckbeanspruchung in Faserrichtung durch lokales Ausbeulen oder Ausknicken der Fasern. Bei hohem Faservolumenanteil wird die Matrix überwiegend auf Schub beansprucht /41/. Die Druckfestigkeit des Verbundes hängt im wesentlichen vom Schubmodul der Matrix  $G_M$  ab. Es kann aber bei Druckbeanspruchung in Faserrichtung statt des Ausknickens der Fasern auch zu einem Scherversagen kommen. Dann ist die Druckfestigkeit des Verbundes von der Schubfestigkeit der Fasern  $\tau_F$  abhängig /95/. Infolge der Temperaturveränderungen kann ein Wechsel vom Ausknicken zum Scherversagen der Fasern eintreten, da die dominierenden Größen ( $G_M$  und  $\tau_F$ ) in unterschiedlicher Form von der Temperatur beeinflusst werden. Im allgemeinen wird  $G_M$  stärker als  $\tau_F$  von der Temperatur beeinflusst.

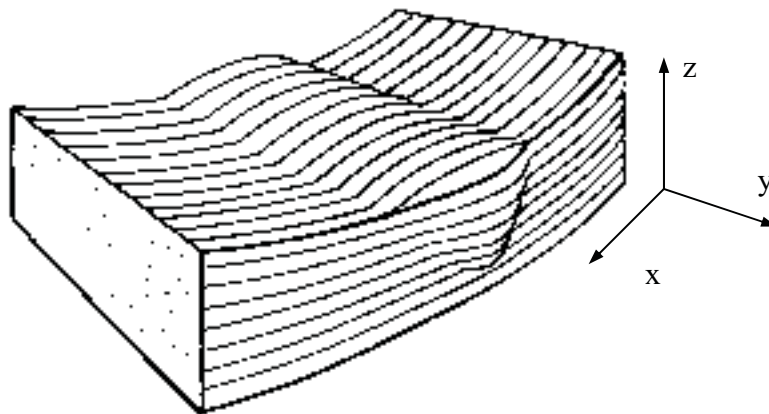


Abb. 4.3.4-6: Schematische Darstellung des gemeinsamen Ausknickens der Fasern nach Chen /97/; y-Richtung = Richtung senkrecht zur lateralen Fläche; z-Richtung = Richtung senkrecht zur Druckseite

Die untersuchten unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Lamine versagen unter Biegebeanspruchung bei unterschiedlichen Prüftemperaturen durch sehr unterschiedliche Mechanismen. Bei höherer Temperatur (90°C) kommt es bereits bei geringen Belastungen zu Verformungen der Matrix. Bei Erreichen einer kritischen Druckspannung versagt die Stützwirkung der Matrix für die Fasern. Das Laminat fällt durch gemeinsames Ausbeulen der Fasern an der Druckseite aus, ohne daß andere Versagensmechanismen auftreten. Das Druckversagen unter Biegebeanspruchung unter-

scheidet sich vom Versagen beim Druckversuch durch die unterschiedlichen Spannungsverteilungen. Die in einer Biegeprobe auf der Probenoberseite vorhandenen Druckspannungen verringern sich kontinuierlich bis hin zur neutralen Faser in der Probenmitte. Deshalb ist im allgemeinen die Biegefestigkeit der unidirektionalen Lamine höher als die entsprechende Druckfestigkeit /97/.

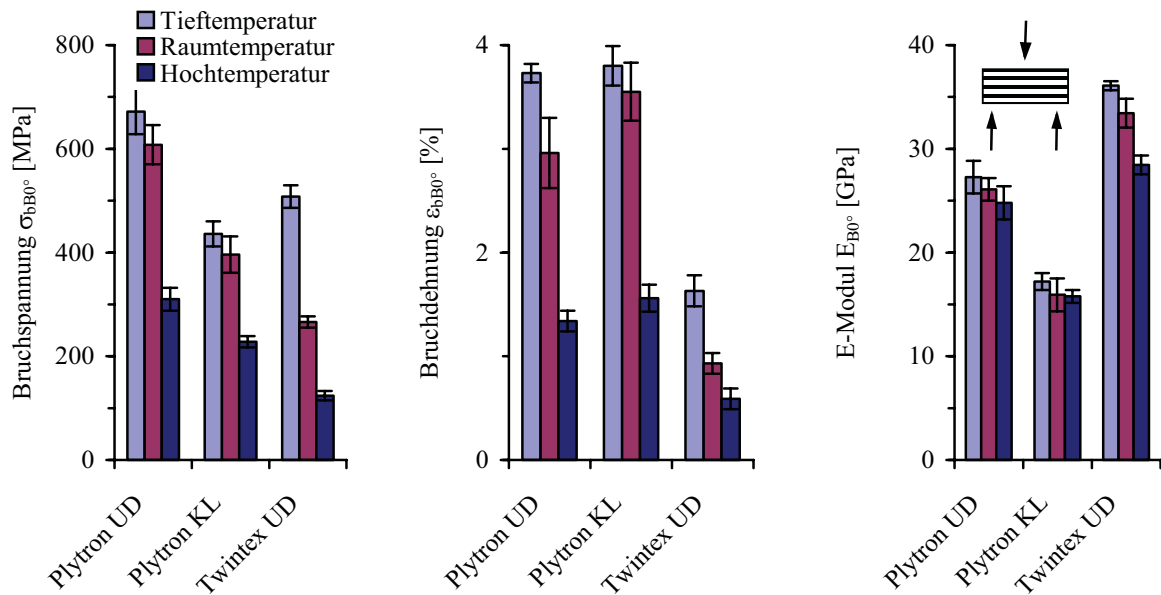


Abb. 4.3.4-7: a) Bruchspannungen  $\sigma_{bB0}$ , b) Bruchdehnungen  $\epsilon_{bB0}$  und c) E-Moduln  $E_{B0}$  in Abhängigkeit von der Prüftemperatur (-20°C; 23°C; 90°C)

Mit abnehmender Prüftemperatur steigt der E-Modul und damit die Stützwirkung der Matrix an. Bei Raumtemperatur ist die Stützwirkung der Matrix so hoch, daß das gemeinsame Ausbeulen der Fasern verhindert wird. In diesem Fall tritt aufgrund der auftretenden Druckspannungen bevorzugt Scherversagen auf. Das Versagen der unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Lamine erfolgt durch das von der Druckseite ausgehende Scherversagen. Bei weiterem Absenken der Prüftemperatur auf -20°C steigt der E-Modul der Matrix weiter an. Die Druckfestigkeit der Lamine wird stark erhöht /201/. Die Probe wird bei -20°C ohne Schädigung biegebelastet, bis die Randfaserdehnung an der Zugseite die Bruchdehnung der Glasfasern erreicht. Bei dem Wechsel des Versagensmechanismus vom Ausbeulen der Fasern über Scherversagen zu Faserbrüchen mit abnehmender Prüftemperatur steigt die Biegefestigkeit der Lamine an, da die benötigte Spannung für das Zugversagen der Fasern bei -20°C höher ist als die für das Abscheren bei 23°C sowie das Ausbeulen bei 90°C notwendige Spannung. Das Biegeverhalten der Plytron<sup>®</sup>-

Kreuzlamine wird in ähnlicher Weise von der Prüftemperatur beeinflusst. Mit abnehmender Prüftemperatur erfolgt das Versagen von Druck- hin zu Zugversagen.

Bei Twintex<sup>®</sup> kommt es innerhalb des untersuchten Prüftemperaturbereichs nicht zu einem Wechsel von Druck- zu Zugversagen. Das Versagen aller Twintex<sup>®</sup>-Lamine wird durch Druckspannungen hervorgerufen, die durch Spannungsüberhöhungen an den PET-Bindefäden induziert werden. Die Prüftemperatur hat allerdings einen Einfluß auf die Versagensmechanismen. Bei 90°C tritt aufgrund des geringen Matrixmoduls bei Twintex<sup>®</sup> und unidirektionalem Plytron<sup>®</sup> ein gemeinsames Ausbeulen der Fasern beim Erreichen einer kritischen Druckspannung ein. Bei Reduktion der Prüftemperatur von 90°C auf Raumtemperatur bzw. -20°C erfolgt eine Veränderung des Versagensmechanismus vom gemeinsamen Ausbeulen ohne Faserbrüche zu einem Ausknicken der Fasern mit Bildung von Kinkbändern. Dieser Wechsel ist durch den temperaturabhängigen Elastizitätsmodul der Matrix bedingt.

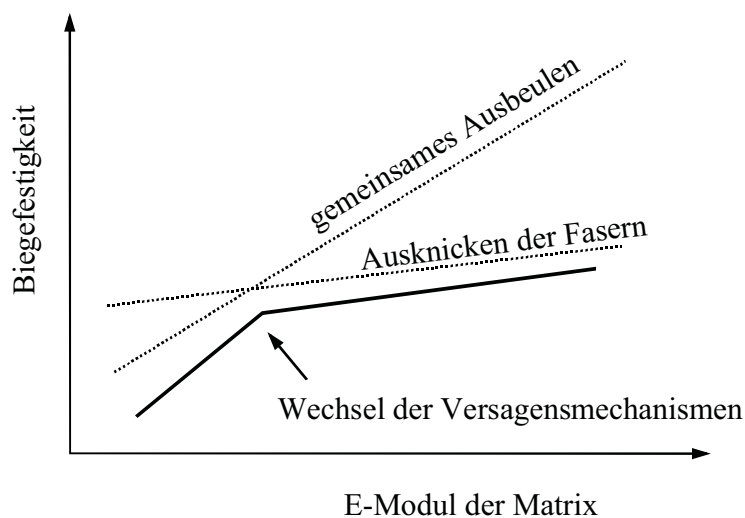


Abb. 4.3.4-8: Wechsel der Versagensmechanismen unter Biegebelastung in Abhängigkeit vom Elastizitätsmodul der Matrix nach Chen /98/

Chen hat den Wechsel der Versagensmechanismen für glasfaserverstärkte Thermoplaste mit der Abhängigkeit der kritischen Spannung von der Steifigkeit der Matrix erklärt /98/. Die kritische Spannung für das gemeinsame Ausbeulen der Fasern wird durch den Schubmodul der Lamine bestimmt und hängt stark vom Elastizitätsmodul der Matrix ab, während die kritische Spannung für das Ausknicken der Fasern durch die Schubfestigkeit der Lamine und die Faser/Matrix-Haftung dominiert ist. Ab einem bestimmten Elastizitätsmodul der Matrix kann es zum Wechsel der Versagensmechanismen kommen, wie in Abb. 4.3.4-8 dargestellt.

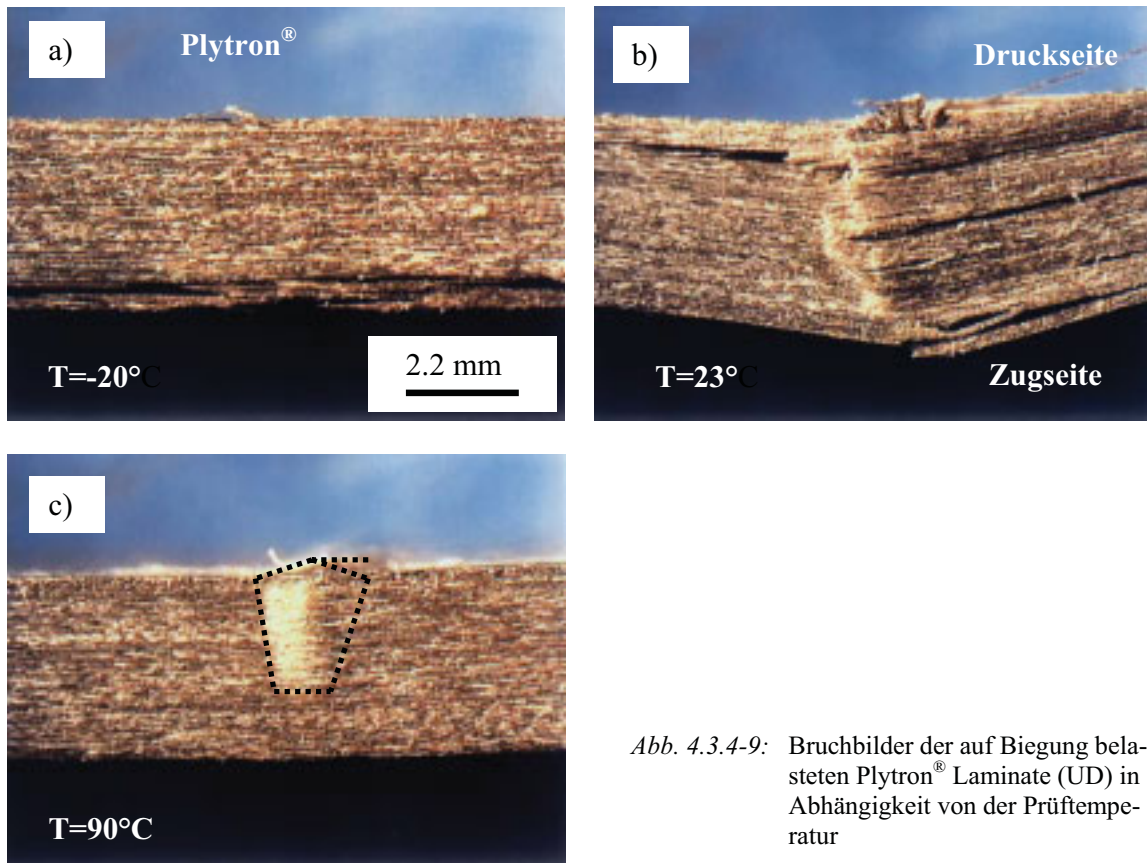


Abb. 4.3.4-9: Bruchbilder der auf Biegung belasteten Plytron® Laminate (UD) in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

#### 4.4 Zyklische Eigenschaften und Schädigungsverhalten

##### 4.4.1 Unidirektionale Lamine bei Zug-Schwellbelastung

###### Ermüdungsverhalten

In den Wöhler-Diagrammen von *Abb. 4.4.1-1* und *4.4.1-2* sind die Ermüdungskurven aller Konditionierungen für die unidirektionalen Plytron®- und Twintex®-Lamine bei einem Spannungsverhältnis von  $R = 0.1$  aufgetragen. Als Vergleichsparameter dient die maximale Oberspannung  $\sigma_o$ . Die Prüftemperatur entspricht 23°C. Mit einem auf der Probenoberfläche befestigtem Thermoelement kann online die Probentemperatur gemessen werden. Während der Ermüdungsversuche tritt eine maximale Probenerwärmung von 2°C ein, die als vernachlässigbar angesehen wird. Die Prüffrequenz beträgt 10 Hz. Im Bereich II des Diagramms, dem Bereich fortschreitender Ermüdungsschädigung /105/, können die Kurven mit einer Gleichung nach Talreja /105/:

$$\sigma_o = m * \log N + b \quad (4.4.1.1)$$

beschrieben werden. Darin entspricht  $\sigma_0$  der maximalen Belastungsspannung und  $N$  der Anzahl der Lastwechsel bis zum Bruch. Daraus können mittels einer linearen Regression die Parameter  $m$  und  $b$  bestimmt werden.

Der Parameter  $m$  ist als Maß der Kurvensteigung für eine Interpretation des Ermüdungsverhaltens hilfreich. *Tabelle 4.4.1-1* gibt die Werte für die Parameter  $m$  und  $b$ , sowie für den Korrelationskoeffizienten  $R_K$  wieder. Dabei ist zu beachten, daß aufgrund der geringen Anzahl an Versuchen keine hohen Korrelationskoeffizienten zu erwarten sind. Ziel der Versuche ist es, einen qualitativen, keinen quantitativen Vergleich zwischen den einzelnen Konditionierungen zu erhalten. Für die Lastwechselzahl Eins ( $N = 1$ ) sind auf der Ordinate die statischen Mittelwerte der Zugfestigkeiten  $\sigma_{bZ0^\circ}$  der unterschiedlichen Konditionierungen aufgetragen. Pfeile im Diagramm kennzeichnen Proben, die bei Abbruch des Versuchs nicht versagten. Nach einer Lastwechselzahl von  $10^7$  wurden die Versuche automatisch abgebrochen.

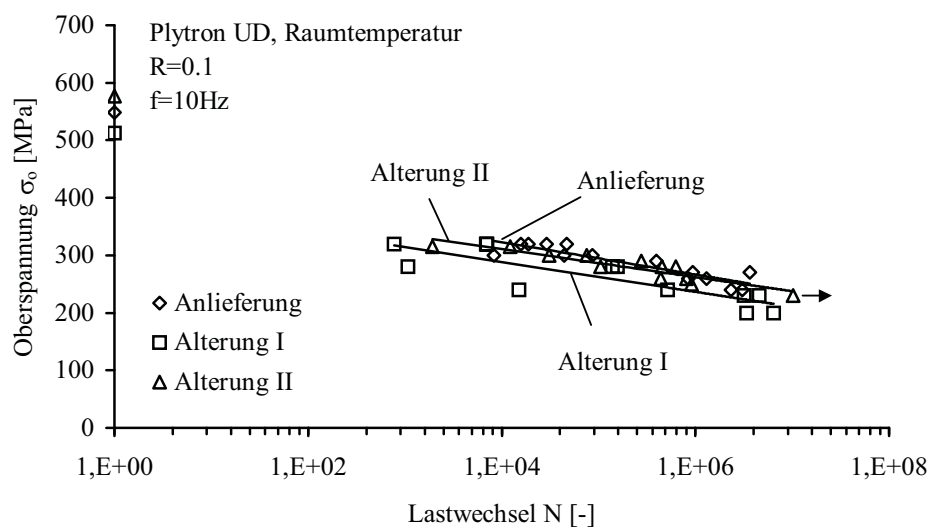


Abb. 4.4.1-1: Wöhler-Diagramm Plytron<sup>®</sup> UD Raumtemperatur, alle Konditionierungen

Zwischen den einzelnen Konditionierungen sind keine signifikanten Unterschiede im Ermüdungsverhalten des unidirektionalen Plytron<sup>®</sup> zu erkennen (*Abb. 4.4.1-1*). Die Steigungen der Kurven sind annähernd identisch. Aufgrund der geringen Unterschiede aus den statischen Zugfestigkeiten ist dieses Verhalten zu erwarten. Hier ist zu beachten, daß diese Art der Darstellung keine eindeutige Beschreibung des Ermüdungsverhaltens bietet. Jede Konditionierung besitzt eine individuelle statische Zugfestigkeit, zu der die Ermüdungsdaten in Bezug gesetzt werden müssen, um eine bzgl. der Alterungen vergleichbare Darstellung zu erhalten (*Abb. 4.4.1-3*).

Tabelle 4.4.1-1: Werte für die Parameter  $m$  und  $b$  sowie dem Korrelationskoeffizienten  $R_K$  nach Funktion 4.4.1.1 und 4.4.1.2, Plytron<sup>®</sup> UD, Twintex<sup>®</sup> UD

	Plytron <sup>®</sup> UD		Plytron <sup>®</sup> UD			Twintex <sup>®</sup> UD		Twintex <sup>®</sup> UD		
	$\sigma_o/N$		$(\sigma_o/\sigma_{bZ0^\circ})/N$		$R_K$	$\sigma_o/N$		$(\sigma_o/\sigma_{bZ0^\circ})/N$		$R_K$
	$m$	$b$	$m$	$b$		$m$	$b$	$m$	$b$	
Anlieferung	-12.3	436	-0.022	0.80	0.815	-26	543	-0.035	0.072	0.784
Alterung I	-11.2	392	-0.022	0.70	0.704	-32	604	-0.059	1.10	0.959
Alterung II	-10.6	409	-0.018	0.84	0.842	-25	543	-0.039	0.79	0.964

Für Twintex<sup>®</sup> zeigen die Wöhler-Kurven annähernd gleiche Steigungen für das thermisch gealterte (Alterung I) und das angelieferte Laminat, wohingegen die klimatisierten (Alterung I) Proben einen geringfügig steileren Kurvenverlauf besitzen (Abb. 4.4.1-2). Im Vergleich zu Plytron<sup>®</sup> verlaufen die Steigungen der Kurven der Twintex<sup>®</sup>-Laminat steiler, was einen geringeren Widerstand gegen Ermüdungsbelastung widerspiegelt.

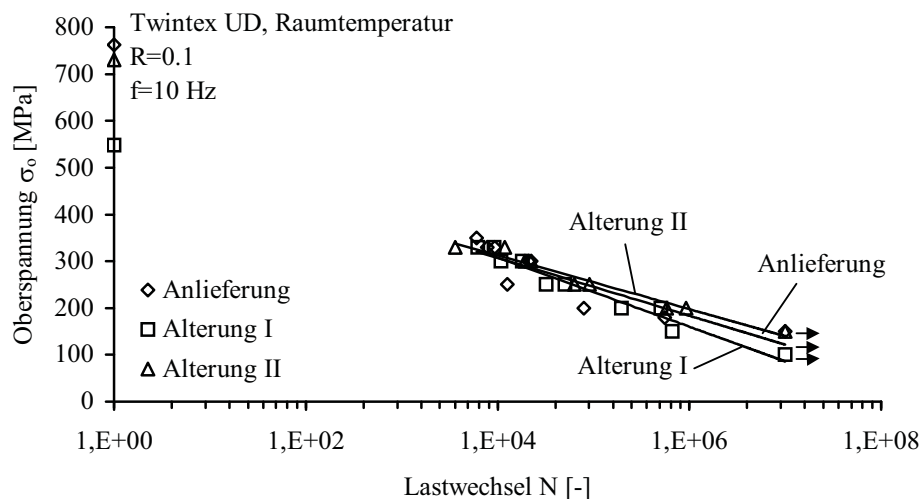


Abb. 4.4.1-2: Wöhler-Diagramm Twintex<sup>®</sup> UD, Raumtemperatur, alle Konditionierungen

Um eine aussagefähige und vergleichbare Beschreibung des Ermüdungsverhaltens zu erhalten, werden die Ermüdungsdaten auf die jeweiligen Mittelwerte der statischen Zugfestigkeit normiert (Abb. 4.4.1-3 und 4.4.1-4). Hahn definiert aus dieser Darstellung das Ermüdungsverhältnis bezogen auf die Lastwechselzahl  $N$  bei Dauerfestigkeit /202/. Nach dieser Definition ist das Ermüdungsverhältnis das bei einer Lastwechselzahl von  $10^6$  ohne Ausfall ertragbare Verhältnis der Oberspannung zur statischen Zugfestigkeit des Laminats. Die Daten können mit Hilfe einer logarithmischen Funktion im Bereich II der Ermüdungskurve sehr gut beschrieben werden /109/:

$$\frac{\sigma_o}{\sigma_{bZ0^\circ}} = m * \log N + b \quad (4.4.1.2)$$

Der Parameter  $m$  ist ein Maß für die Steigung der Kurven und zusammen mit dem Parameter  $b$  und dem Korrelationskoeffizienten  $R_K$  in *Tabelle 4.4.1-1* angegeben.

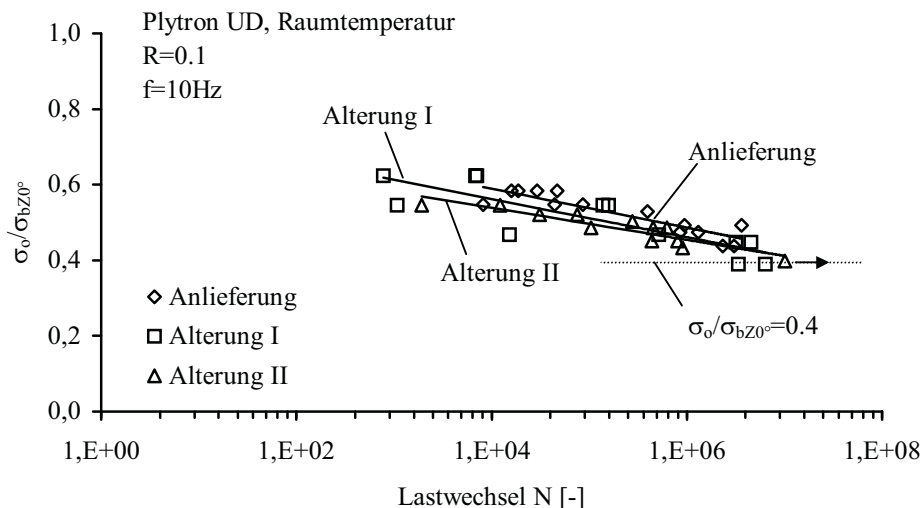


Abb. 4.4.1-3: Wöhler-Diagramm für Plytron<sup>®</sup> UD, Raumtemperatur, normiert auf die statische Festigkeit  $\sigma_{bZ0^\circ}$ , alle Konditionierungen

Plytron<sup>®</sup> weist ein annähernd identisches Ermüdungsverhalten aller Konditionierungen auf. Die gealterten Lamine verlaufen auf einem geringfügig niedrigeren Niveau als die angelieferten Lamine. Die thermisch gealterten (Alterung II) Proben, die die höchste Kristallinität besitzen, weisen im Bereich mittlerer Lastwechselzahlen ( $N = 10^3$  bis  $N = 10^6$ ) die niedrigsten Werte auf. Für ein Ermüdungsverhältnis von ca. 0.4 besteht bei  $10^7$  Lastwechseln eine Dauerfestigkeit aller Konditionierungen. Dieses ist mit dem Ermüdungsverhältnis früherer Untersuchungen an glasfaserverstärkten Laminaten unter Zug-Schwellbelastung vergleichbar, die Werte von 0.4 bis 0.3 erreichten /18, 104, 203/. Nach den bisherigen Ergebnissen ist davon auszugehen, daß die Alterungen in der Matrix des Plytron<sup>®</sup>-Laminats eine Erhöhung der interkristallinen Defekte bewirken. Dies führt zu einem geringeren Widerstand gegen die Bildung und Ausbreitung transversaler und longitudinaler Matrixrisse, die ausschlaggebend für die Ausbreitung von Ermüdungsschädigungen im Laminat sind /204/ und ist der Grund für das niedrigere Lastniveau der gealterten Lamine. Zusätzlich ist, aufgrund der Kristallinitätserhöhung, eine verminderte Bruchdehnung in der Polypropylenmatrix vorhanden /47/. Diese führt zu einem frühen Einsetzen erster

Schädigungen bei gleicher Laminatdehnung. Eine Erklärung für die geringere Steigung der Ermüdungskurve der thermisch gealterten (Alterung II) Lamine ist die bessere Faser/Matrix-Grenzflächenhaftung. Diese wird durch den Abbau innerer Spannungen in den Grenzflächen zwischen den Fasern und der Matrix während der Temperaturlagerung begünstigt /137/. In der Nähe der Faserbrüche existiert dadurch eine geringere Neigung zum Debonding und die Entstehung von Längsrissen entlang den Grenzflächen, die einen beschleunigten Ermüdungsablauf fördern, wird verhindert /17/.

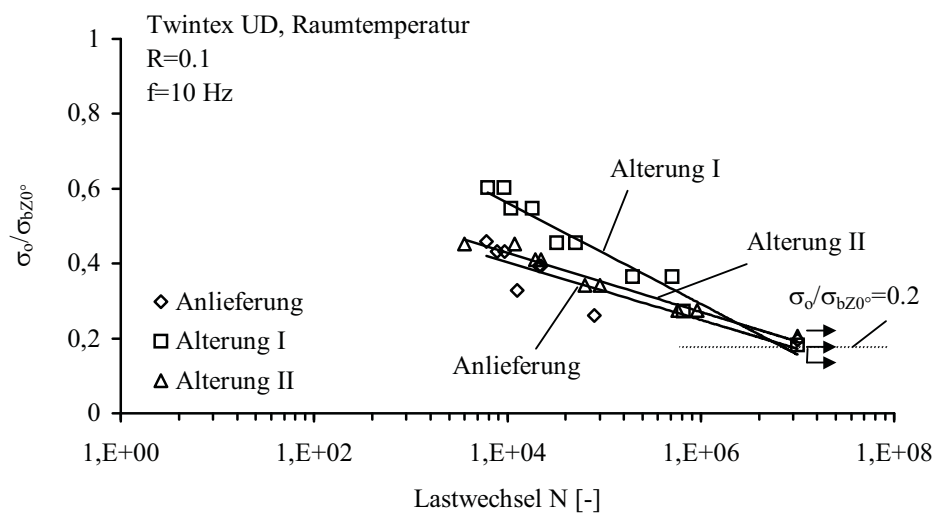


Abb. 4.4.1-4: Wöhler-Diagramm Twintex<sup>®</sup> UD, Raumtemperatur, normiert auf die statische Festigkeit  $\sigma_{bz0^0}$ , alle Konditionierungen

Das Ermüdungsverhältnis von Twintex<sup>®</sup> ist in Abb. 4.4.1-4 gezeigt. Es sind Unterschiede zwischen den Konditionierungen vorhanden. Die angelieferten und thermisch gealterten (Alterung II) Lamine erreichen im Bereich mittlerer Lastwechselzahlen das gleiche Lastniveau. Die klimatisierten (Alterung I) Lamine erreichen im Bereich niedriger Lastwechselzahlen ein höheres Lastniveau. Die Alterungen bewirken in Twintex<sup>®</sup> eine Steigerung der Matrixkristallinität und damit der Matrixfestigkeit. Zusätzliche Schädigungen an den Schnittpunkten mit den PET-Bindefäden durch Nachkristallisation und Schwindung der Bindefäden aus PET sind zu vermuten. Interkristalline Defekte, wie im Fall von Plytron<sup>®</sup>, sind für Twintex<sup>®</sup> nicht zu erkennen. Durch die Auslenkung der Fasern an den Bindefäden tritt ein vergleichbares Schädigungsverhalten wie in gewebeverstärkten Laminaten auf. Die Knotenpunkte der Bindefäden sind bevorzugte Stellen für Faserbrüche, wie sie bei Gewebelaminaten durch die Auslenkung der Schuß- und Kettfäden im Bereich der Überlappungen auftreten /205/. Der Bruch der in Belastungsrichtung



orientierten Fasern stellt das Hauptkriterium für die Ermüdung von unidirektionalen Fasern dar. In Twintex<sup>®</sup> werden aufgrund der textilen Verarbeitung geringere Kräfte benötigt, um diese Faserbrüche zu initiieren. Dies führt im Vergleich zu Plytron<sup>®</sup> zu einem niedrigeren Ermüdungsverhältnis (ca. 0.2) und zu steileren Kurvenverläufe unter Ermüdungsbelastung.

Die Möglichkeit, Spannungen während Ermüdungsbelastung durch Schädigungsmechanismen wie Längs- oder Matrixrisse umzuverteilen, hat ein besseres Ermüdungsverhalten von Laminaten zur Folge /116/. Beispiel hierfür sind Vergleiche zwischen hochzähen unidirektional kohlenstofffaserverstärkten APC- und im Vergleich dazu spröden Epoxid-Laminaten. Die relativ spröden Epoxid-Lamine besitzen das bessere Ermüdungsverhalten /120, 204/. Dies kann den steileren Verlauf der klimatisierten (Alterung I) Twintex<sup>®</sup>-Lamine erklären. Aufgrund der bereits vorhandenen Vorschädigungen, bzw. inneren Spannungskonzentrationen durch die Klimawechselbelastung, kommt es zu einer frühen Bildung erster Schädigungen im Laminat. Diese führen dazu, daß eine für die Belastung günstige Umverteilung innerer Spannungen möglich ist. Die im Laminat auftretenden Spannungen können sich auf ein größeres Volumen verteilen (siehe dazu auch *Abb. 4.4.1-10 a*). Im Bereich hoher Lastwechselzahlen egalisiert sich dieser Effekt aufgrund der geringeren Belastungsspannungen, die nicht mehr ausreichen, um einen zu den übrigen Laminaten veränderten Schädigungsablauf hervorzurufen.

### **Schädigungsmechanismen**

Zur Beschreibung des Ermüdungsverhaltens von FVK reichen die bereits gezeigten Wöhler-Diagramme alleine nicht aus. In den Laminaten herrschen vielfältige Schädigungsmechanismen vor, die zu einer Veränderung wichtiger mechanischer Eigenschaften, wie z. B. des E-Moduls, führen. Eine Methode, die sich als geeignet zur Messung solcher Veränderungen herausgestellt hat, ist die Erfassung des dynamischen Sekantenmoduls  $E_S$  /112/.

*Abb. 4.4.1-5 a* zeigt den charakteristischen Verlauf des dynamischen Sekantenmoduls einer unidirektionalen Twintex<sup>®</sup>-Probe im Vergleich zu einer unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Probe. Der Unterschied im Absolutwert des Sekantenmoduls ist auf die unterschiedlichen Faservolumenanteile der Lamine zurückzuführen. Es sind charakteristische Unterschiede im Verlauf des Sekantenmoduls zwischen beiden Laminatsystemen vorhanden. Beide Laminatsysteme besitzen in den ersten 10 % ihrer Lebensdauer einen Abfall des Sekantenmoduls. Danach verläuft dieser für Plytron<sup>®</sup> fast waagrecht, bis auf zwei oder drei stufenförmige Abfälle. Twintex<sup>®</sup> verringert stetig seinen Sekantenmodul mit der Belastungsdauer, bis in den letzten 20 % der Lebensdauer nochmals eine beschleunigte Abnahme auftritt.

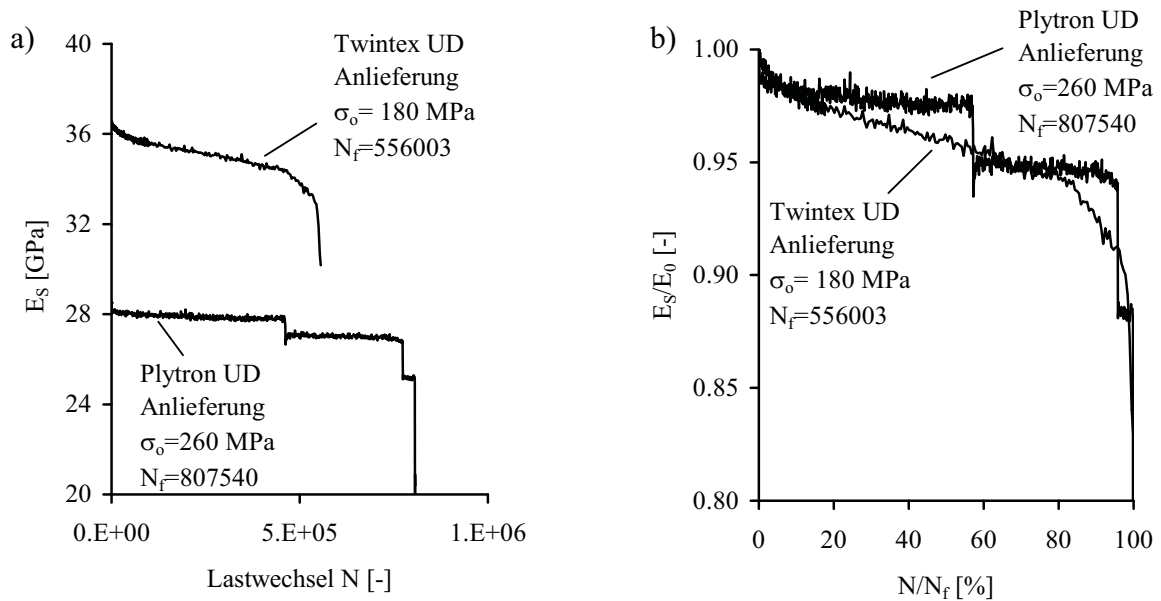


Abb. 4.4.1-5: a) Verlauf des dynamischen Sekantenmoduls  $E_s$  für Twintex<sup>®</sup> ( $v_f=44\%$ ) und Plytron<sup>®</sup> ( $v_f=34\%$ ), unidirektionale Proben im Anlieferungszustand; b) auf den Anfangsmodul  $E_0$  im ersten Lastwechsel und die Bruchlastwechselzahl  $N_f$  normiert

In Abb. 4.4.1-5 b ist der auf den Anfangsmodul im ersten Schwingenspiel normierte Sekantenmodul über die auf die Lastwechselzahl beim Bruch der Probe normierte Schwingenspielzahl aufgetragen. In Twintex<sup>®</sup> findet von Beginn der Belastung kontinuierlich eine Anhäufung von Faserbrüchen an den Knotenpunkten der Bindefäden statt. Anders als bei gewebeverstärkten Laminaaten ist nicht die vermehrte Querrißbildung in und entlang der Kettfäden der Grund für den Abfall des Sekantenmoduls /205/. Im Gegensatz zu Geweben sind in Twintex<sup>®</sup> lediglich die PET Bindefäden quer zur Belastungsrichtung orientiert und nehmen ein weitaus geringeres Volumen ein, als die Verstärkungsfasern in Belastungsrichtung. An den Knotenpunkten kommt es durch die Bindefäden zu einer Einschnürung der Glasfaserbündel. Dies vereinfacht lokal Faserbrüche, da die Fasern dort aus der Belastungsrichtung herausgebogen werden und unter einem Winkel zur Belastungsrichtung verlaufen was bei Belastung zu höheren Spannungskonzentrationen führt als im Rest des Laminats. Die Bindefäden stellen eine „Kerbstelle“ an den Knotenpunkten dar, wie bereits für die statischen Belastungsfälle gezeigt. Aufgrund der Querkontraktionen während der Zugbelastungen kommt es in den Bereichen der Bindefäden zu zusätzlichen Biege- und Druckspannungen auf die Glasfasern (Abb. 4.4.1-6).

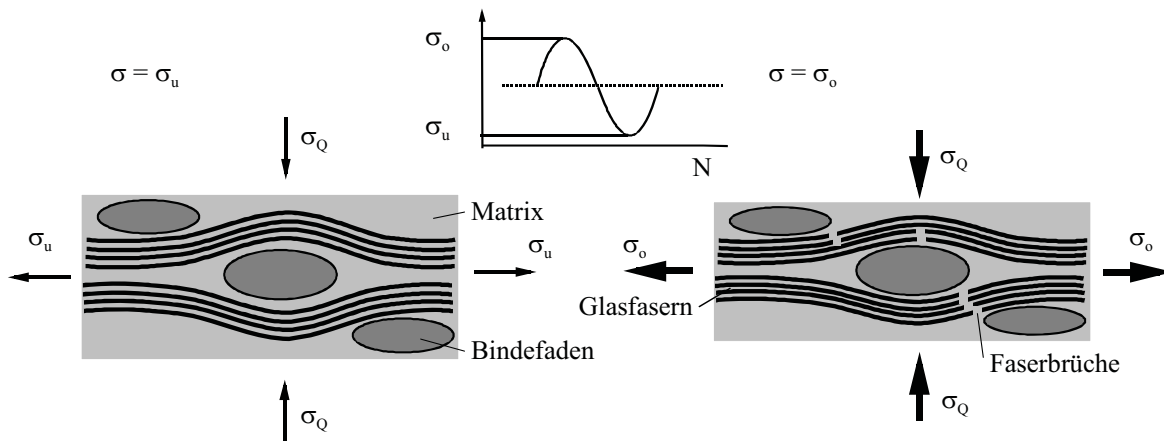


Abb. 4.4.1-6: Schema zur Entwicklung von Faserbrüchen von unidirektionalem Twintex<sup>®</sup> unter zyklischer Ermüdungsbelastung,  $\sigma_u$ =zyklische Unterspannung,  $\sigma_o$ =zyklische Oberspannung,  $\sigma_Q$ = Druckspannung aufgrund der Querkontraktion

Ein charakteristisches Ermüdungsbruchbild einer unidirektionalen Twintex<sup>®</sup>-Probe im Anlieferungszustand ist in Abb. 4.4.1-7 a zu sehen. Die Fasern sind bündelweise an den Knotenpunkten der Bundefäden gebrochen. Abb. 4.4.1-7 b zeigt, daß die Längsrißausbreitung überwiegend in der Faser/Matrix-Grenzschicht stattfindet. Die Matrix weist hohe duktile Verformungen auf. Bilden sich Längsrisse, so werden diese am nächstgelegenen Bundefadenknoten gestoppt und führen dort zu weiterer Spannungserhöhung und zu Faserbrüchen. Mit jedem gebrochenen Faserbündel erhöht sich die Spannung in den noch verbliebenen lasttragenden Fasern /83, 95/, bis es während den letzten 20 % der Probenlebensdauer zu einem beschleunigten Entstehen weiterer Faserbrüche kommt und die Probensteifigkeit sich signifikant bis zum Bruch verringert.

In Abb. 4.4.1-6 ist schematisch der Mechanismus zur Bildung von Faserbrüchen in unidirektionalem Twintex<sup>®</sup> unter zyklischer Ermüdungsbelastung skizziert. Mit jeder Zugbelastung in Längsrichtung erfährt die Probe neben den Zugspannungen im Laminat auch Druckspannungen in Querrichtung aufgrund der Querkontraktion der Proben. Die Querdruckspannungen  $\sigma_Q$  wirken sich vor allem an den Berührungspunkten zwischen den Glasfasern und den Bundefäden aus und führen zu zusätzlichen Biegespannungen. Dieser Mixed-Mode Spannungszustand stellt für die Glasfasern eine kritische Belastung dar und führt zu einem beschleunigten Auftreten von Faserbrüchen. Verstärkt wird dieser Effekt durch die Tatsache, daß die Glasfasern in Twintex<sup>®</sup> gebündelt zwischen matrixreichen Zonen angeordnet sind. Spannungsüberhöhungen, die von einzelnen Faserbrüchen ausgehen, werden sofort auf die benachbarten Fasern übertragen, ohne daß die Matrix durch duktile Verformungen Spannungskonzentrationen abbauen kann.

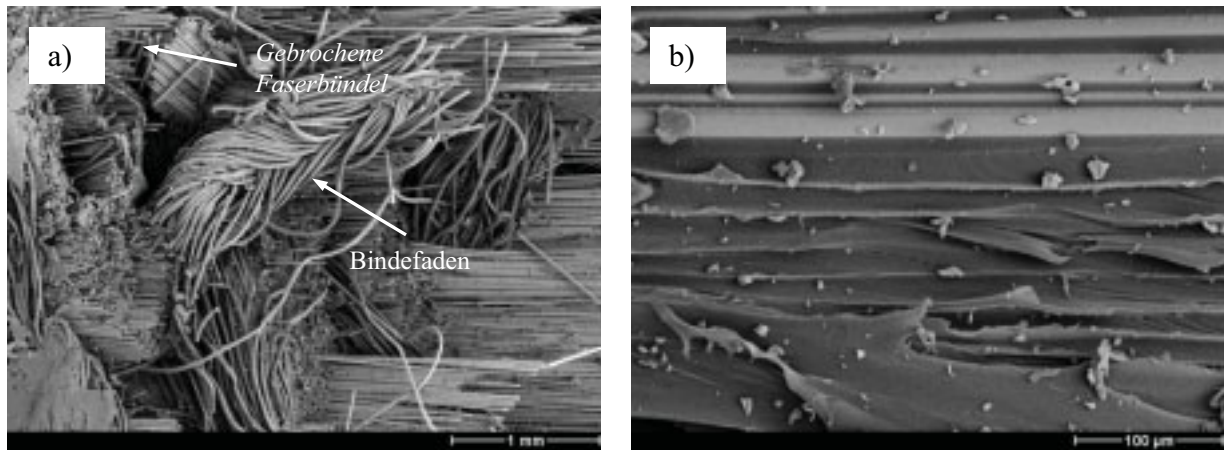


Abb. 4.4.1-7: a) Charakteristisches Bruchbild einer Twintex<sup>®</sup> Ermüdungsprobe, Probe im Anlieferungszustand; b) Faserbetten und duktile Matrixbereiche, Probe im Anlieferungszustand

Für Twintex<sup>®</sup> kann ein Unterschied in der Abnahme der Probensteifigkeit abhängig von der Konditionierung nachgewiesen werden. Die angelieferten und thermisch gealterten (Alterung II) Proben besitzen ähnliche Steifigkeitsverläufe. Die klimatisierten (Alterung I) Proben haben im Gegensatz dazu einen ausgeprägten Abfall der Steifigkeit innerhalb der ersten Lastwechsel (Abb. 4.4.1-8). Das bedeutet, daß in den ersten Lastwechseln bereits größere Schädigungen im Laminat auftreten.

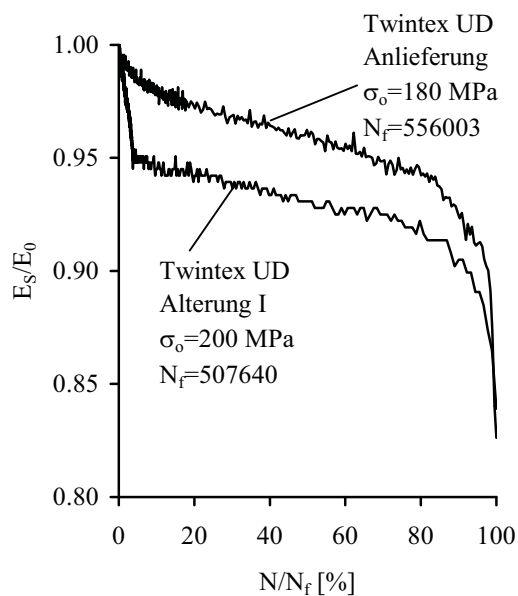
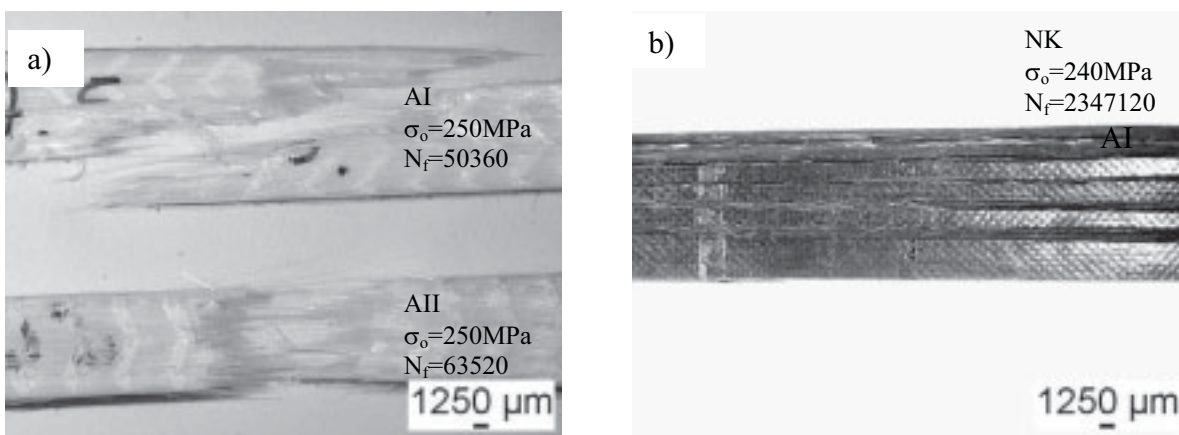


Abb. 4.4.1-8: Charakteristischer Verlauf des dynamischen Sekantenmoduls normiert auf den Anfangsmodul im ersten Lastwechsel und die Bruchschwingspielzahl, für klimatisiertes (Alterung I) und angeliefertes unidirektionales Twintex<sup>®</sup>

Abb. 4.4.1-9 a zeigt den Vergleich zwischen dem makroskopischen Bruchaussehen einer im Klimawechsel gealterten (Alterung I) Probe und einer Probe im Anlieferungszustand bei ver-

gleichbaren Belastungsspannungen. Während die thermisch gealterten (Alterung II) Proben und die Proben im Anlieferungszustand einen makroskopisch eng begrenzten Schädigungsbereich aufweisen, erstreckt sich die Schädigung der klimatisierten (Alterung I) Proben über einen größeren Bereich. In den angelieferten und thermisch gealterten (Alterung II) Proben breitet sich ein longitudinaler Ri innerhalb einer Laminatlage lngstens zwischen zwei benachbarten Bindefden aus. In den klimatisierten (Alterung I) Proben sind die Knotenpunkte der Bindefden schon so weit vorgeschdigt, da sie die longitudinale Riausbreitung nicht mehr stoppen knnen und der Ri sich darber hinaus ausbreiten kann. Diese Risse werden an intakten Knotenpunkten abgelenkt und verlaufen entlang der Bindefden. Die longitudinale Riausbreitung erfolgt fr alle Lamine in der Faser/Matrix-Grenzflche. *Abb. 4.4.1-10* soll die Schdigungsentwicklung abhngig von der Konditionierung schematisch verdeutlichen.



*Abb. 4.4.1-9:* Charakteristisches Ermdungsbruchbild; a) Twintex<sup>®</sup> UD oben AI, unten AII; b) Plytron<sup>®</sup> UD im Anlieferungszustand (NK)

Fr Plytron<sup>®</sup> ist der Abfall des Sekantenmoduls innerhalb der ersten 10 % der Lebensdauer auf inter- und intralaminare Risse am Probenrand zurckzufhren (*Abb. 4.4.1-5*). Unterschiede im Verlauf des Sekantenmoduls zwischen den einzelnen Konditionierungen knnen nicht festgestellt werden. Mikroskopische Beobachtungen zeigen fr das unidirektionale Plytron<sup>®</sup>, da diese Risse bevorzugt durch Fasern, die nicht exakt senkrecht zur Belastungsrichtung ausgerichtet sind, entstehen. Im Anschlu daran ist eine geringe Abnahme der Steifigkeit ber den grten Teil der Lebensdauer zu beobachten, die durch zwei, maximal drei stufenfrmige Steifigkeitssprnge gekennzeichnet ist. Diese entstehen durch das abrupte Versagen ganzer Faserbndel. Die Abnahme des Sekantenmoduls in diesem Bereich ist allein auf die Entstehung und Ausbreitung longitudinaler Risse, ausgehend von ersten Faserbrchen, zurckzufhren [17]. Das charak-

teristische makroskopische Bruchbild einer unidirektionalen Plytron<sup>®</sup> Probe zeigt die longitudinale Riausbreitung (Abb. 4.4.1-9 b).

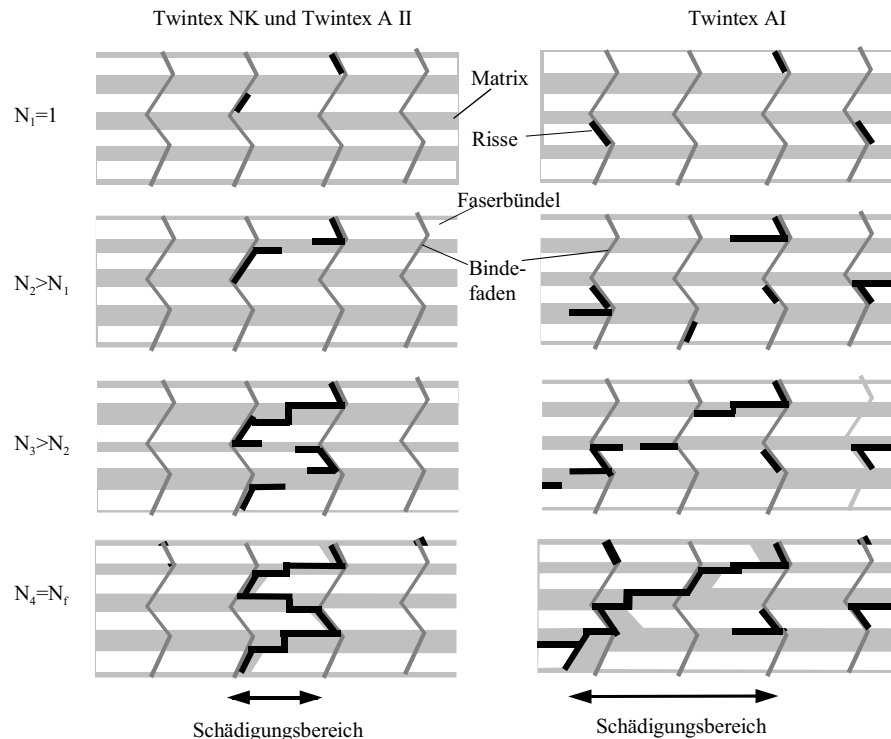


Abb. 4.4.1-10: charakteristischer Schdigungsverlauf bei Ermdungsbelastung fr klimatisiertes (Alterung I) und thermisch gealtertes (AII), bzw. angeliefertes Twintex<sup>®</sup>,  $N$  = Anzahl der Lastwechsel

Die Bruchflchen weisen im Gegensatz zu Twintex<sup>®</sup> kaum Faserbrche auf und der Bruchfortschritt verluft teilweise entlang der Fasern, zum berwiegenden Teil jedoch in der Matrix (Abb. 4.4.1-11). Der Rifortschritt in der Matrix hat einen interkristallinen Charakter. Aufgrund der sich wiederholenden Ermdungsbelastung kommt es zu einer weiteren Schdigung der schwachen Kristallgrenzen und begnstigt damit ein interkristallines Riwachstum. Die Vernderungen der Schdigungsmechanismen aufgrund der Alterungen sind in unidirektionalem Plytron<sup>®</sup> unter Ermdungsbelastung so gering, da ein qualitativer Unterschied in den mikroskopischen Bruchbildern nicht feststellbar ist.

Statische Riausbreitungsversuche in unidirektionalem Glas/PP haben gezeigt, da der Widerstand gegen Riausbreitung, die sogenannte kritische Energiefreisetzungsrates  $G_c$ , sowohl unter Zug (Mode I) als auch unter Schubbelastung (Mode II) mit zunehmender Kristallinitt deutlich abnimmt [52, 166]. Die amorphen Grenzbereiche der teilkristallinen Matrix zwischen den einzelnen Sphrolithen werden schwcher, Risse knnen sich in diesen Bereichen leichter ausbreiten.

Gleiches gilt auch unter Ermüdungsbelastung und ist der Grund für das im Vergleich zu den ungealterten Laminaten geringfügig schlechtere Ermüdungsverhalten von Plytron®.

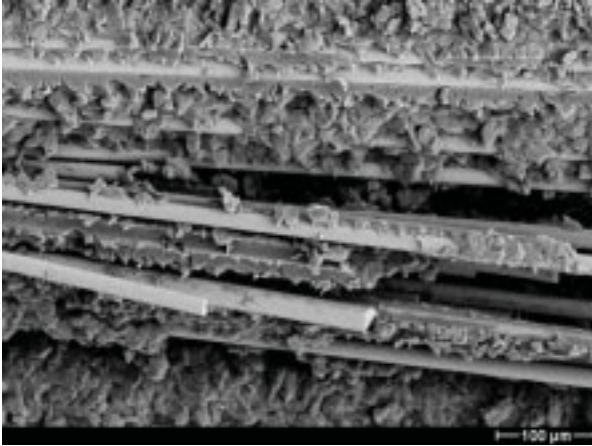


Abb. 4.4.1-11: Charakteristische Ermüdungsbruchmorphologie Plytron UD, Anlieferungszustand

#### 4.4.2 Kreuzlaminare bei Zug-Schwellbelastung

##### Ermüdungsverhalten bei Raumtemperatur

Bei der Analyse des Ermüdungsverhaltens der Plytron®-Kreuzlaminare wird neben dem Vergleich der unterschiedlichen Konditionierungen auch der Einfluß der Prüftemperatur bei hohen (90°C) und tiefen (-20°C) Temperaturen berücksichtigt. Abb. 4.4.2-1 zeigt die Wöhler-Diagramme der Kreuzlaminare aller Konditionierungen bezogen auf die maximale Oberspannung  $\sigma_0$  und einem Spannungsverhältnis von  $R = 0.1$  bei Raumtemperatur (23°C). Die Prüffrequenz beträgt 10 Hz. Für eine Lastwechselzahl von Eins ( $N = 1$ ) sind auf der Ordinate die Mittelwerte der statischen Zugfestigkeiten  $\sigma_{bZ0^\circ}$  aufgetragen. Die Daten können mit Hilfe der maximalen Belastungsspannung  $\sigma_0$  und der logarithmischen Lastwechselzahl  $N$  mit den Gleichungen 4.4.1.1 und 4.4.1.2 mathematisch beschrieben werden. Die entsprechenden Kennwerte der Steigungen  $m$ , des Parameters  $b$  und des Korrelationskoeffizienten  $R_K$  sind Tabelle 4.4.2-1 zu entnehmen. Pfeile kennzeichnen Proben, die bei einer Lastwechselzahl von  $N \geq 10^7$  noch nicht versagten.

Die Proben im Anlieferungszustand besitzen im Vergleich zu Proben gealterter Laminare einen erhöhten Widerstand gegen Ermüdung (Abb. 4.4.2-1). Unterschiede zwischen den Konditionierungen sind erkennbar. Um eine Differenzierung bzgl. der unterschiedlichen statischen Festigkeiten zu erhalten, sind die Kurven auf die jeweilige Zugfestigkeit  $\sigma_{bZ0^\circ}$  normiert (Abb. 4.4.2-2).

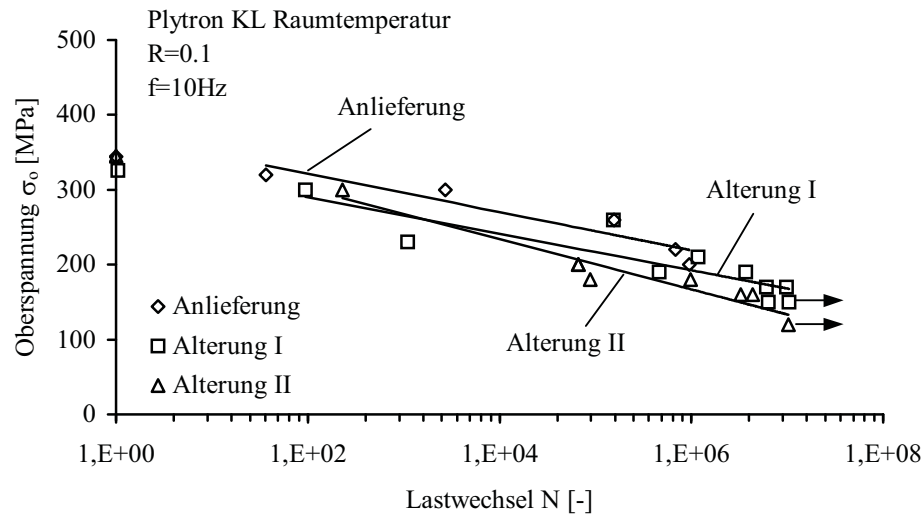


Abb. 4.4.2-1: Wöhler-Diagramm Plytron® KL, alle Konditionierungen,  $T = 23^\circ\text{C}$

Den höchsten Widerstand gegen Ermüdungsbelastung besitzen die Laminare im Anlieferungszustand. Den geringsten Widerstand gegen Ermüdung zeigen die thermisch gealterten (Alterung II) Laminare. Die Klimawechsel belasteten (Alterung I) Laminare liegen zwischen diesen beiden Konditionierungen. Ein Vergleich der Kurvensteigungen, der auf die statische Zugfestigkeit  $\sigma_{bz0^\circ}$  normierten Werte zeigt, daß die Ermüdungskurven der Kreuzlaminare für alle Konditionierungen steiler verlaufen als für die unidirektionalen Laminare. Eine Ermüdungsfestigkeit von ca. 0.4 kann für die Kreuzlaminare bei  $10^7$  Lastwechseln postuliert werden, im Fall der angelieferten Laminare liegt die Ermüdungsfestigkeit höher, bei ca. 0.6.

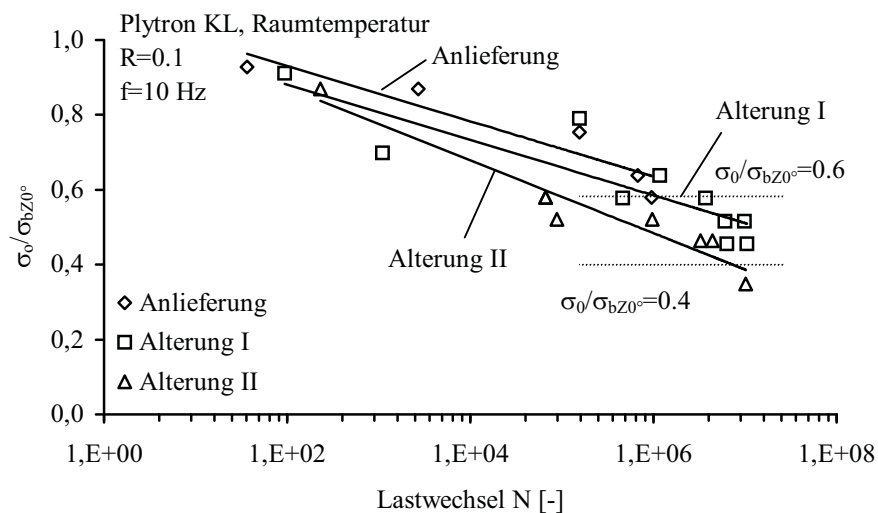


Abb. 4.4.2-2: Wöhler-Diagramm für Plytron® KL Raumtemperatur, normiert auf die stat. Zugfestigkeit  $\sigma_{bz0^\circ}$ , alle Konditionierungen



In Kreuzlaminaten kommt es neben Matrix- und Faserbrüchen vermehrt zu Delaminationen und Querrissen am Probenrand und im Probeninneren /108, 112/. Innerhalb der ersten Lastwechsel wird das Ermüdungsverhalten von Kreuzlaminaten entscheidend durch die Bildung dieser Querrisse in den 90°-Lagen des Laminats bestimmt /206/. Die Entstehung der Querrisse ist abhängig vom Lagenaufbau, von der Faser/Matrix-Grenzflächenfestigkeit und von der Matrix selbst /86, 122/. Durch die während der Alterungen stattfindende Kristallinitätserhöhung der teilkristallinen Polypropylenmatrix kommt es zu einer Verringerung der Matrixbruchdehnung /47/. Mit geringerer Bruchdehnung der Matrix wird eine erleichterte Entstehung von Querrissen innerhalb der ersten Lastwechsel gefördert /86/. Zusätzlich zu diesem Effekt kann aufgrund der bisherigen Analysen davon ausgegangen werden, daß die amorphen Sphärolithgrenzen der Polypropylenmatrix, durch die Nachkristallisation während der Alterungen, weiter geschwächt werden und sich entlang dieser Grenzen Risse im Laminat leichter ausbreiten. Beide Effekte führen dazu, daß die gealterten Laminaten, gegenüber den Laminaten im Anlieferungszustand, einen geringeren Widerstand gegen Ermüdungsbelastung besitzen.

Der Einfluß der Matrixveränderungen spielt in den Kreuzlaminaten eine größere Rolle als in den unidirektionalen, da in einem höherem Maße die Ermüdungseigenschaften durch die Matrix bestimmt werden, als dies für unidirektionale Laminaten bei Belastung in Faserrichtung der Fall ist. In den unidirektionalen Laminaten ist vor allem die Bildung von Längsrissen für das Ermüdungsverhalten ausschlaggebend. In den Kreuzlaminaten sind Querrisse die ersten auftretenden Ermüdungsschäden. Ausgehend von diesen entstehen weitere Schädigungen wie z. B. Längsrisse und Delaminationen.

Tabelle 4.4.2-1: Werte für die Parameter  $m$  und  $b$  sowie dem Korrelationskoeffizienten  $R_K$  nach Funktion 4.4.1.1 und 4.4.1.2, Plytron® KL in Abhängigkeit der Konditionierungen und der Prüftemperatur

	Plytron® KL		Plytron® KL		
	$\sigma_0/N$		$(\sigma_0/\sigma_{bZ0})/N$		$R_K$
	$m$	$b$	$m$	$b$	
Anlieferung	-11.1	372	-0.032	1.08	0.885
Alterung I	-10.6	339	-0.032	1.03	0.767
Alterung II	-14.6	368	-0.042	1.07	0.929
Hochtemperatur	-8.4	326	-0.027	1.04	0.850
Tieftemperatur	-11.0	387	-0.029	1.01	0.771

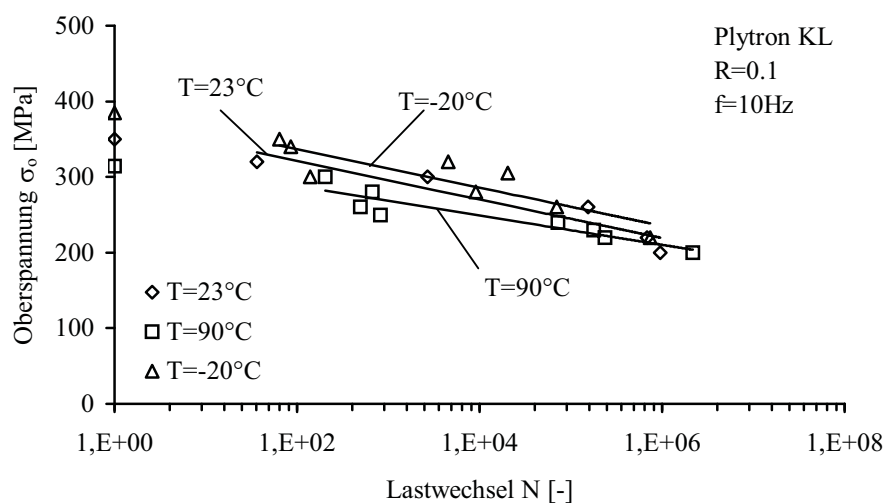
Eine Erklärung für das verbesserte Ermüdungsverhalten der Klimawechsel gealterten (Alterung I) Laminaten gegenüber den thermisch gealterten (Alterung II) Laminaten ist die schlechtere Faser/Matrix-Grenzflächenhaftung. Die Spannungen zwischen den einzelnen Lagen, die sich an

den Querrissen aufbauen, können über örtlich begrenzte Faser/Matrix-Ablösungen (Debonding) besser abgebaut werden als bei einer guten Faser/Matrix-Haftung /116/.

### Ermüdungsverhalten in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

Veröffentlichungen zu Untersuchungen des temperaturabhängigen Ermüdungsverhaltens von FVK sind kaum vorhanden. Die Fasereigenschaften verändern sich in den für Kunststoffe möglichen Einsatztemperaturen nicht. Die Eigenschaften der polymeren Matrix verändern sich maßgeblich oberhalb der Glasübergangstemperatur  $T_g$ . Diese liegt für konventionelle duroplastische FVK üblicherweise über  $100^\circ\text{C}$  und wird bei Bauteilen, die aus FVK hergestellt sind, selten erreicht. Bei Verwendung von PP als Matrix ist dies grundlegend anders. Die Glasübergangstemperatur  $T_g$  von PP liegt bei ca.  $0^\circ\text{C}$ . Das bedeutet, daß bereits bei Raumtemperatur die Glasübergangstemperatur von PP überschritten ist. Deshalb ist anzunehmen, daß das Ermüdungsverhalten eine große Abhängigkeit von der Prüftemperatur aufweist, wie es bereits in den schon gezeigten statischen Versuchen nachgewiesen werden konnte.

In *Abb. 4.4.2-3* sind die Wöhler-Diagramme für Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlaminare in Abhängigkeit von der Prüftemperatur abgebildet. Alle Proben sind im Anlieferungszustand belassen. Die Mittelwerte der statischen Zugfestigkeiten, die für eine Lastwechselzahl von Eins ( $N = 1$ ) auf der Ordinate aufgetragen sind, zeigen eine abnehmende Festigkeit mit zunehmender Prüftemperatur. Diese Tendenz ist ebenfalls bei Ermüdungsbelastung zu erkennen.



*Abb. 4.4.2-3:* Wöhler-Diagramm für Plytron<sup>®</sup> KL, Einfluß der Prüftemperatur, alle Proben im Anlieferungszustand

Beim Vergleich der auf die statischen Zugfestigkeiten normierten Wöhler-Diagramme ist der Widerstand gegen Ermüdung bei tiefen Temperaturen ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) am geringsten, während er für die bei Raumtemperatur ( $23^{\circ}\text{C}$ ) und hohen Temperaturen ( $90^{\circ}\text{C}$ ) geprüften Lamine beinahe identisch ist (Abb. 4.4.2-4). Innerhalb der geprüften Temperaturbereiche treten keine Veränderungen der Fasereigenschaften auf /35/. Die Eigenschaften der Polypropylenmatrix verändern sich jedoch signifikant. Der E-Modul der Matrix ist bei  $-20^{\circ}\text{C}$  etwa doppelt so hoch wie bei  $23^{\circ}\text{C}$  und etwa viermal so hoch wie bei  $90^{\circ}\text{C}$  (siehe Kapitel 4.2.2). Zusätzlich kommt es zu einer Abnahme von Eigenspannungen an der Faser/Matrix-Grenzfläche (Kapitel 4.2.2). Eigenspannungen bauen sich während der Laminatverarbeitung aufgrund der unterschiedlichen thermischen Matrix- und Faserausdehnungskoeffizienten auf /184-186/. Mit abnehmender Prüftemperaturen erhöhen sich diese Spannungen und verstärken zusätzlich zur Dehnungsvergrößerung in den  $90^{\circ}$ -Lagen der Lamine, die Schub- und Zugspannungen in den Faser/Matrix-Grenzflächen. Dadurch wird die Entstehung erster Querrisse entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche erleichtert.

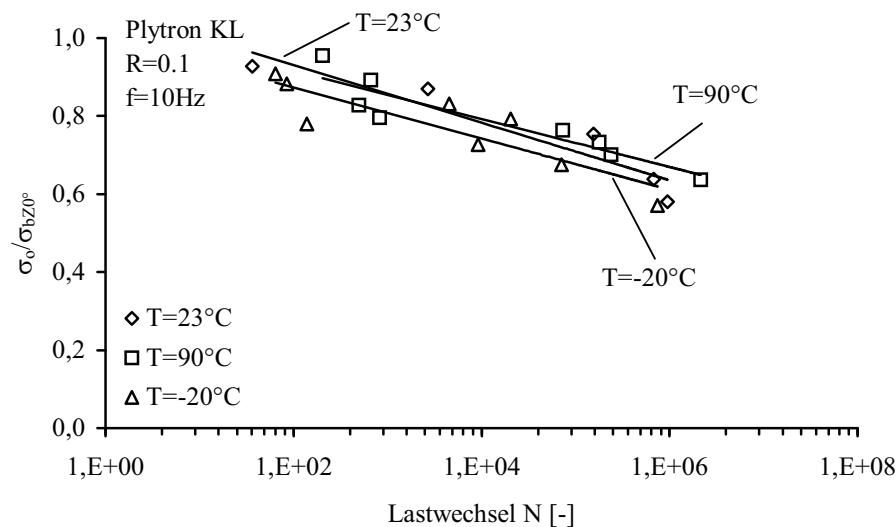


Abb. 4.4.2-4: Wöhler-Diagramm für Plytron<sup>®</sup> KL normiert auf die statische Zugfestigkeit  $\sigma_{bz0}$ , Einfluß der Prüftemperatur, alle Proben im Anlieferungszustand (NK)

### Schädigungsmechanismen

In Abb. 4.4.2-5 a sind die charakteristischen Verläufe des dynamischen Sekantenmoduls  $E_s$  der Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlamine bei unterschiedlichen Prüftemperaturen dargestellt. Diese lassen eine kontinuierliche Verfolgung der Schadensentwicklung im Laminat zu /111/. Wie auch für CFK Kreuzlamine, können drei charakteristische Bereiche unterschieden werden /109, 206/. Zu-

nächst kommt es im Bereich I zu einem rapiden Abfall der Steifigkeit, was auf die Entstehung von Querrissen in den 90°-Lagen zurückzuführen ist, der mit der in Abb. 4.4.2-5 b gezeigten Entwicklung der Querrißdichte am Probenrand korrespondiert. Im Bereich II der Schädigungsentwicklung entstehen kaum weitere Querrisse. Es überwiegt das Zusammenwachsen bereits bestehender Querrisse. Die zunächst nur am Probenrand vorhandenen Querrisse wachsen ins Probeninnere und initiieren erste Längsrisse in den 0°-Lagen, wie dies für CFK-Lamine durch Röntgenuntersuchungen nachgewiesen wurde [81, 207]. Längsrisse entstehen an den Kreuzungspunkten zwischen den 0°- und den 90°-Lagen. Durch die Querrisse entstehen Lastumlagerungen von den 90°- auf die 0°-Lagen. Zusätzlich wird die Querkontraktion in den 0°-Lagen durch die 90°-Lagen behindert und es entstehen Zugspannungen senkrecht zur Belastungsrichtung in den 0°-Lagen. Beide Mechanismen führen zu Längsrissen in den 0°-Lagen und zu ersten Delaminationen zwischen den Faserlagen [112, 206]. Im Bereich III kommt es zum Bruch einzelner Fasern und Faserbündel in den 0°-Lagen, was einen rapiden Abfall der Laminatsteifigkeit und schließlich den Bruch des gesamten Laminats zur Folge hat.

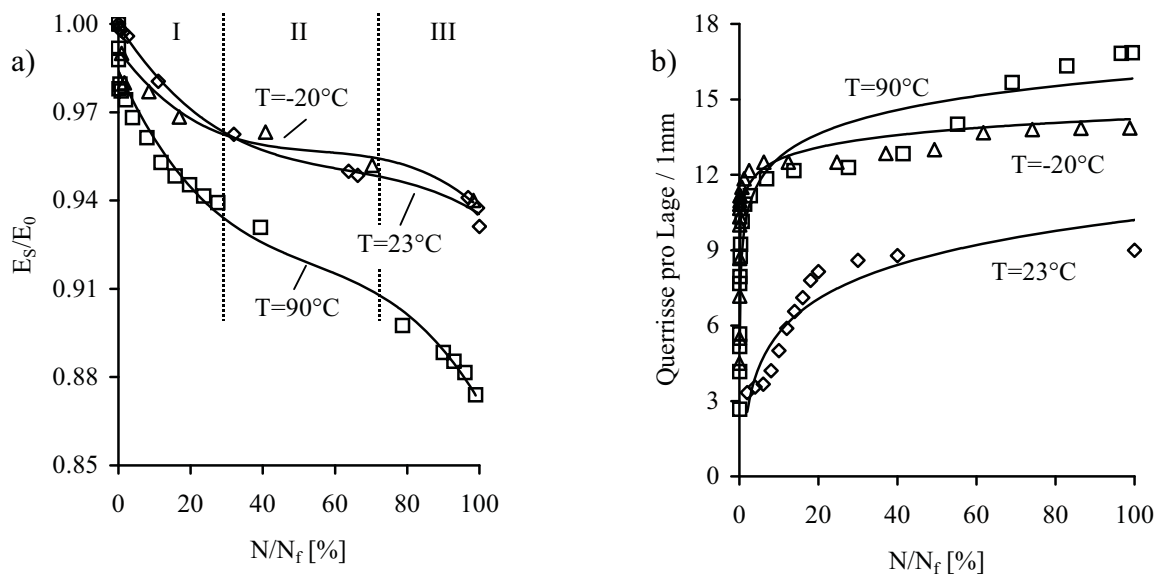


Abb. 4.4.2-5: a) Verlauf des dynamischen Sekantenmoduls  $E_S$ , auf den Anfangsmodul  $E_0$  im ersten Lastwechsel normiert; b) Entwicklung der Querrißdichte über die Lebensdauer; ( $T=23^\circ\text{C}$ :  $\sigma_0=260$  MPa,  $N_f=58367$  LW;  $T=90^\circ\text{C}$ :  $\sigma_0=240$  MPa,  $N_f=54033$  LW;  $T=-20^\circ\text{C}$ :  $\sigma_0=280$  MPa,  $N_f=43259$  LW)

Die Schädigungsentwicklung am Probenrand ist bei Raumtemperatur in Abb. 4.4.2-6 a-c gezeigt. Kurz nach Beginn der Belastung sind bereits zahlreiche Querrisse vorhanden. Neue Querrisse entstehen bevorzugt an der Grenzfläche zu 0°-Lagen. Der Grund hierfür liegt in den dort herr-

schenden Spannungszuständen. Unter Belastung kommt es in den  $0^\circ$ -Lagen zu einer höheren Querkontraktion als in den  $90^\circ$ -Lagen. Diese wird durch die quer zur Belastung orientierten Fasern behindert. Dadurch entstehen am Probenrand die höchsten Spannungskonzentrationen zwischen den unterschiedlich orientierten Laminatlagen. Nach ca. 25 % der Lebensdauer sind zusätzliche Querrisse entstanden, bereits vorhandene haben sich über die  $90^\circ$ -Lagendicke ausgebreitet und erste Längsrisse sind in den  $0^\circ$ -Lagen zu erkennen (Abb. 4.4.2-6 b; Pfeile). Kurz vor dem Versagen des Laminats können weitere Längsrisse und Delaminationen festgestellt werden (Abb. 4.4.2-6 c). Erste Faserbrüche in den  $0^\circ$ -Lagen treten auf.

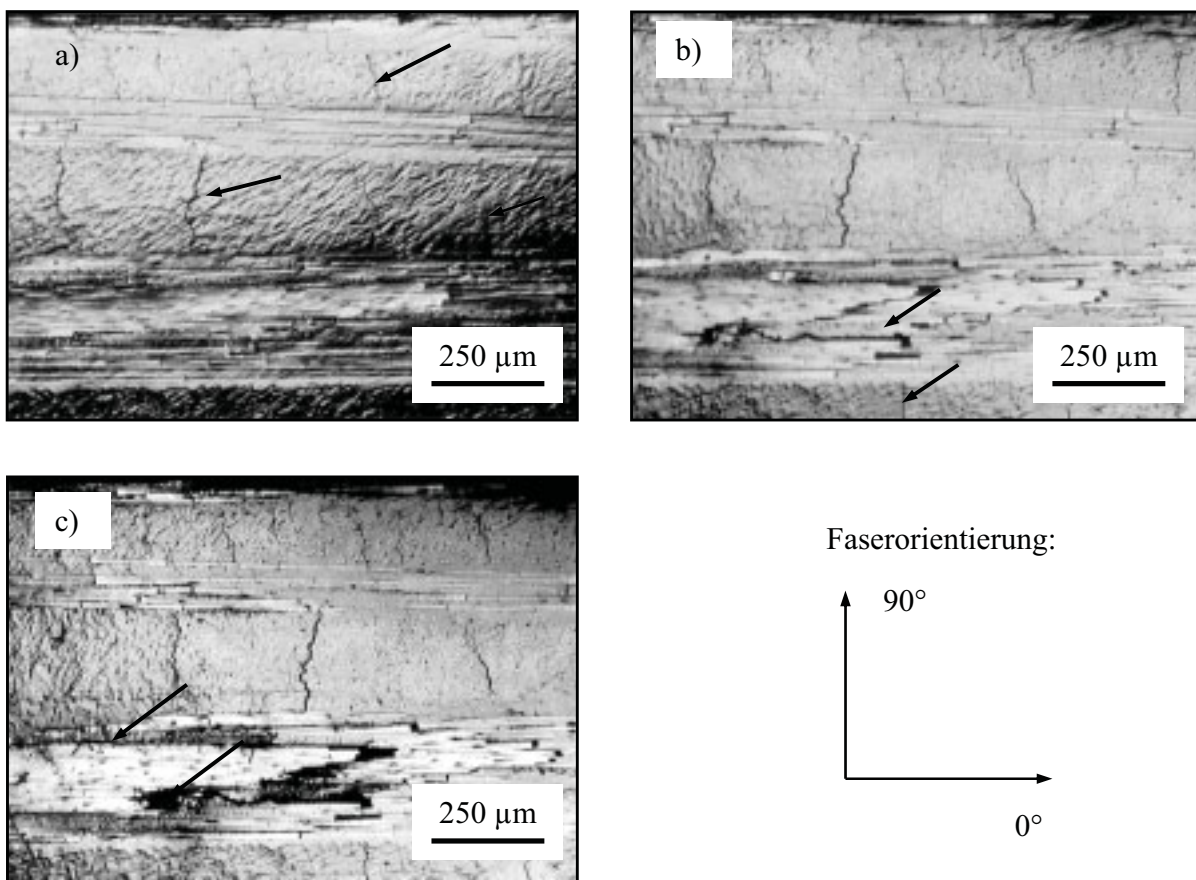


Abb. 4.4.2-6: Querrißbildung bei Raumtemperatur,  $\sigma_o=260$  MPa,  $N_f=58367$ , a)  $N/N_f=2$  %; b)  $N/N_f=25$  %  
 $N/N_f=94$ %,

Der auf den zu Beginn der Belastung vorhandenen Modul normierte Sekantenmodul ist für eine Prüftemperatur von  $90^\circ\text{C}$  am niedrigsten (Abb. 4.4.2-5 a). Bei Raumtemperatur und  $-20^\circ\text{C}$  verläuft er nahezu identisch, lediglich zu Prüfbeginn erfolgt ein geringfügig steilerer Abfall bei tiefen Prüftemperaturen ( $-20^\circ\text{C}$ ). Zu beachten ist, daß bei den Untersuchungen versucht wird, in etwa gleiche Lastwechselzahlen der Proben zu erreichen. Deswegen werden die Belastungsspan-

nungen in Abhängigkeit von der Temperatur verändert. Während für Raumtemperatur und für hohe Prüftemperaturen ( $90^{\circ}\text{C}$ ) der Modulverlauf im Bereich I und zu Beginn des Bereichs II gut mit der Querrißdichte korreliert (Abb. 4.4.2-5 b), ist dies für die bei tiefen Temperaturen ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) geprüften Lamine nicht der Fall. Die Ursache hierfür ist in den Schädigungsmechanismen zu vermuten.

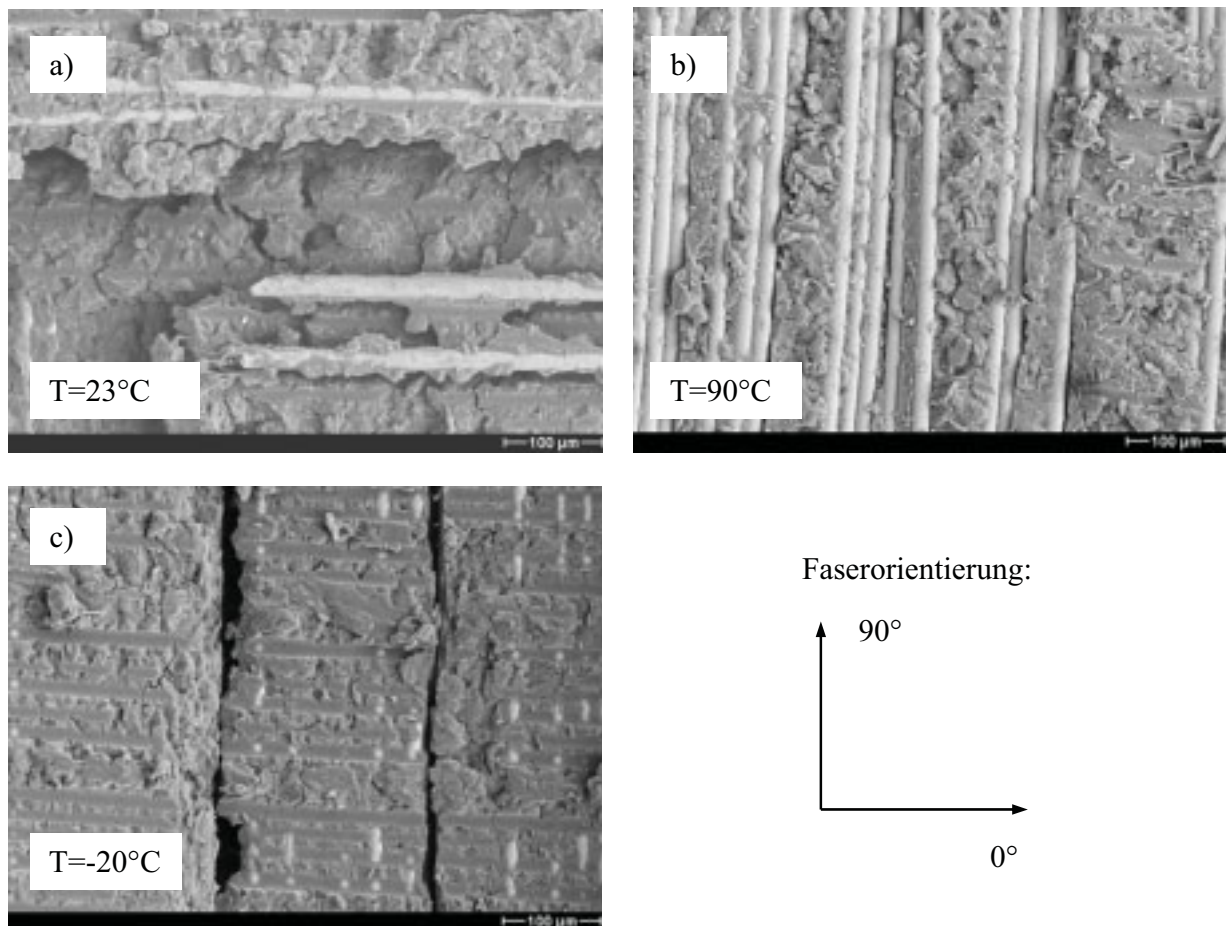


Abb. 4.4.2-7: Charakteristische Bruchmorphologie Plytron<sup>®</sup> KL Anlieferungszustand,  $R=0.1$ ;  
a)  $T=23^{\circ}\text{C}$ ; b)  $T=90^{\circ}\text{C}$ ; c)  $T=-20^{\circ}\text{C}$

Abb. 4.4.2-7 zeigt charakteristische Bruchmorphologien bei unterschiedlichen Prüftemperaturen. Bei Raumtemperatur sind neben Querrissen auch Längsrisse vorhanden (Abb. 4.4.2-7 a). Die Faser/Matrix-Haftung ist gut und der Rißfortschritt verläuft interkristallin durch die Matrix. Sowohl Delaminationen zwischen den einzelnen Laminatlagen (interlaminar), als auch translamina-re Risse durch  $90^{\circ}$ -Lagen hindurch sind erkennbar. Bei hohen Temperaturen ( $90^{\circ}\text{C}$ ) kommt es zu einem überwiegendem Rißfortschritt in der Faser/Matrix-Grenzfläche. Risse in der Matrix verlaufen sowohl inter- als auch transkristallin und die Matrix weist duktil verformte Bereiche auf (Abb. 4.4.2-7 b). Querrisse entstehen überwiegend in der Faser/Matrix-Grenzfläche. Längsrisse

sowie Delaminationen können vor dem Bruch weitaus weniger häufig beobachtet werden als bei Raumtemperatur bzw. bei tiefen Temperaturen ( $-20^{\circ}\text{C}$ ).

Bei tiefen Temperaturen ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) entstehen Querrisse überwiegend entlang der Faser/Matrix-Grenzflächen. Die Querrisse sind meist über die gesamte Probenbreite vorhanden (*Abb. 4.4.2-7 c*). Der Bruchfortschritt in Längsrichtung verläuft ebenfalls in der Faser/Matrix-Grenzfläche. Erste Delaminationen entstehen zu Beginn des Bereichs II lange vor dem Versagen der Laminate. Vereinzelt Risse in der Matrix wachsen interkristallin.

Daß die Querrißdichte der bei Raumtemperatur geprüften Laminate geringer ist, als für die beiden anderen Prüftemperaturen, erklärt sich durch die analysierten Schädigungsmechanismen. Die Entstehung eines Risses in der Matrix benötigt weitaus mehr Energie als in der Faser/Matrix-Grenzfläche, wie im Fall der bei hohen und tiefen Temperaturen geprüften Laminate /57/. Aufgrund der hohen Spannungen in der Faser/Matrix-Grenzfläche bei tiefen Prüftemperaturen ist die hohe Querrißdichte verständlich, genauso wie das Delaminationsversagen zwischen den einzelnen Faserlagen. Die ebenfalls hohe Querrißdichte der bei  $90^{\circ}\text{C}$  geprüften Laminate kann zwei Gründe haben. Zum einen ist bei dieser Temperatur die Matrixzähigkeit so hoch, daß Querrisse nicht mehr in der Matrix, sondern ausschließlich in der Faser/Matrix-Grenzfläche initiiert werden (*Abb. 4.4.2-7 b*). Zum anderen ist aufgrund der hohen Temperaturen eine geringere physikalische „Klammerwirkung“ der festen kristallinen Matrixbereiche vorhanden, worauf die glatten Fasern auf den Bruchbildern hinweisen. Allerdings setzt die hohe Zähigkeit der Matrix bei diesen Temperaturen einer Rißausbreitung einen höheren Widerstand entgegen, als dies bei tiefen Temperaturen der Fall ist und erklärt so den höheren Widerstand gegen Ermüdung, wie er auf *Abb. 4.4.2-2* für die bei hohen Temperaturen geprüften Laminate deutlich wird.

### **4.4.3 Einfluß von Drucklasten auf die Ermüdungseigenschaften**

#### **Unidirektionale Laminate**

In den meisten Konstruktionen aus FVK, die einer zyklischen Ermüdungsbelastung ausgesetzt sind, läßt es sich nicht vermeiden, daß außer Zugspannungen auch Druckspannungen auftreten. Für kohlenstoffaserverstärkte Laminate ist bekannt, daß die Zug-Druck-Wechselbelastung die kritischste Belastung für die Bauteile darstellt /109/. Dabei spielt die Neigung der Laminate zu Delaminationen, die sich unter Druckbelastung bevorzugt ausbilden und fortschreiten, eine Hauptrolle in der Schadensentwicklung von Kreuz- und quasiisotropen Laminaten /91/. Großes Hemmnis zur vergleichenden Beurteilung von Untersuchungen ist die Neigung der Laminate zum Ausbeulen unter Drucklast. Deshalb werden Ermüdungsuntersuchungen mit Drucklasten

mit Hilfe einer sogenannten Knickstütze durchgeführt. Die Form dieser Knickstützen hat einen entscheidenden Einfluß auf die Ergebnisse /124/.

Die in dieser Untersuchung für die Ermüdungsversuche verwendete Knickstütze entspricht der bereits aus den statischen Druckversuchen bekannten (Kapitel 3.3.2 und 4.3.3). Sie stützt die Proben über den gesamten Meßbereich ab und ist mit einer 12.5 mm langen, freien Knicklänge in der Probenmitte versehen (Abb. 3.3.2-1). Wegen des höheren Versuchsaufwands existieren in der Literatur nur wenig Veröffentlichungen. Dies erschwert eine vergleichende Bewertung der Ergebnisse.

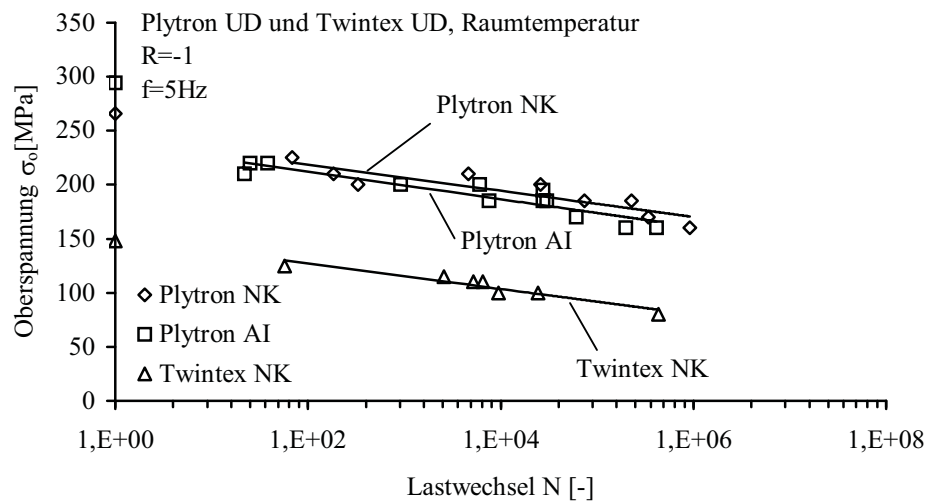


Abb. 4.4.3-1: Wöhler-Diagramm Plytron<sup>®</sup> UD und Twintex<sup>®</sup> UD unter Zug-Druck-Wechselbelastung (R=-1)

In Abb. 4.4.3-1 sind die Ermüdungskurven unter Zug-Druck-Wechselbelastung für das unidirektionale Plytron<sup>®</sup> im angelieferten und im Klimawechsel gealterten (Alterung I) Zustand, sowie des unidirektionalen Twintex<sup>®</sup> im angelieferten Zustand zu sehen. Die maximalen Zugspannungen  $\sigma_0$  sind über die logarithmische Anzahl der Lastwechseln aufgetragen. Die Versuche werden bei einer Frequenz von 5 Hz durchgeführt. Damit ist sichergestellt, daß es zu keinen, die Meßergebnisse beeinflussenden Probenerwärmungen während der Ermüdungsbelastung kommt. Auch unter Zug-Druck-Wechselbelastung können die Kurven nach Gleichung 4.4.1.1 beschrieben werden. Die daraus erhaltenen Parameter sind in Tabelle 4.4.3-1 aufgeführt.

Aus Abb. 4.4.3-1 ist ersichtlich, daß die gealterten (Alterung I) unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Lamine einen geringeren Widerstand gegen Ermüdung unter einem Spannungsverhältnis von  $R = -1$  besitzen, als die im Anlieferungszustand belassenen. Die auf die statische Druckfestigkeit



$\sigma_{bD0^\circ}$  normierten Kurven bestätigen dies (Abb. 4.4.3-2). Die Steigung der Kurven beider Plytron<sup>®</sup>-Laminates ist nahezu identisch, jedoch in beiden Fällen geringer, als unter Zug-Schwell Ermüdungsbelastung. Das Ermüdungsverhältnis  $\sigma_o/\sigma_{bD0^\circ}$  liegt für beide Konditionierungszustände bei einer Lastwechselzahl von  $10^6$  über 0.5 und ist höher als für die reinen Zug-Schwell Ermüdungsbelastungen.

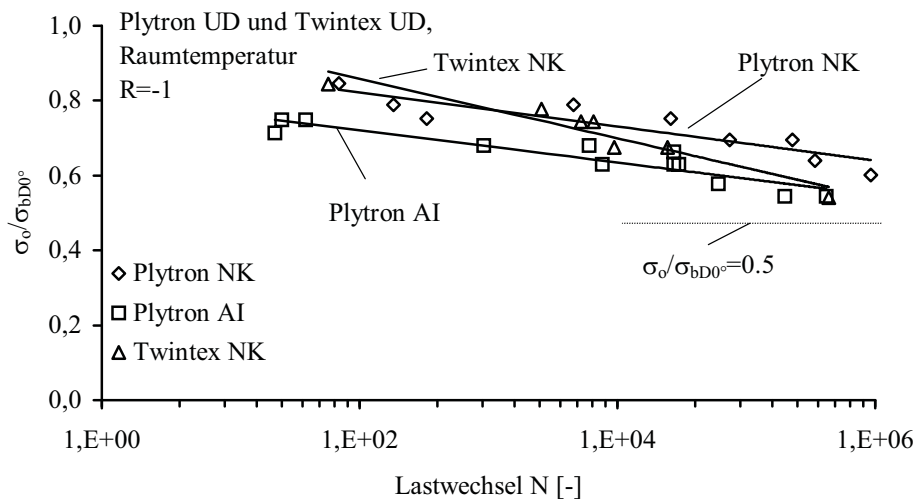


Abb. 4.4.3-2: Wöhler-Diagramm für Plytron<sup>®</sup> UD und Twintex<sup>®</sup> UD (R=-1, T=23°C), normiert auf die statische Druckfestigkeit  $\sigma_{bD0^\circ}$

Der Widerstand gegen Ermüdung unter Zug-Druck-Wechselbelastung ist für Twintex<sup>®</sup> geringer als für Plytron<sup>®</sup> (Abb. 4.4.3-1). Die Ursachen hierfür sind, vergleichbar allen anderen Belastungsfällen, die Spannungskonzentrationen an den Bindefadenknoten und die Bündelung und Auslenkung der Glasfasern. Auch im normalisierten Vergleich zu Plytron<sup>®</sup> besitzt Twintex<sup>®</sup> eine deutlich höhere Steigung der Ermüdungskurve und damit einen weitaus geringeren Widerstand gegen Ermüdung (Abb. 4.4.3-2). Das Ermüdungsverhältnis entspricht etwa 0.5 nach  $10^6$  Lastwechsel und ist höher als unter Zug-Schwell Ermüdungsbelastung.

Sowohl Plytron<sup>®</sup> als auch Twintex<sup>®</sup> versagen unabhängig von der Konditionierung unter Druck durch Abscheren. Es sind weder Delaminationen noch ist ausgeprägte Längsrißbildung zu beobachten (Abb. 4.4.3-3). Dies ist offensichtlich eine Auswirkung der hohen Matrixzähigkeit, die Rißbildungen weitestgehend unterdrückt. Es ist zu beachten, daß die unter Zug-Druck-Wechselbelastung aufgewendeten Zugspannungen unter reiner Zug-Schwell Ermüdungsbelastung zu keinen Schädigungen innerhalb der untersuchten Lastwechselzahlen führen. Dies ist eine Erklärung für das im Vergleich zu den Zug-Schwell Ermüdungsversuchen bessere Ermü-

ungsverhalten und den höheren Widerstand gegen Ermüdung. Ebenfalls unterstützend zu dieser Annahme ist die Tatsache, daß unter geringeren Laminatdehnungen weniger Schädigungen in der Matrix initiiert werden, die zu Spannungskonzentrationen und Faserbrüchen führen könnten /104/.

Tab. 4.4.3-1: Werte für die Parameter  $m$  und  $b$  sowie den Korrelationskoeffizienten  $R_K$  nach Gleichung 4.4.1.1 und 4.4.1.2, Plytron<sup>®</sup> UD und Twintex<sup>®</sup> UD in Abhängigkeit der Konditionierungen

	$\sigma_o/N$		$(\sigma_o/\sigma_z)/N$		
	$m$	$b$	$m$	$b$	$R_K$
Plytron NK	-5.3	243	-0.020	0.91	0.813
Plytron AI	-10.6	339	-0.019	0.81	0.861
Twintex NK	-5.1	150	-0.034	1.02	0.913

El Kadi und Ellyin haben in ihren Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten von unidirektionalen GF/Epoxyd-Laminaten mit  $R = -1$  festgestellt, daß die Steigung der Ermüdungskurven steiler verläuft als unter Zug-Schwell Ermüdung ( $R = 0.5$ ) /208/. Bei der Beschreibung der Ermüdungsmechanismen stellten El-Kadi und Ellyin fest, daß bei hohen Lastwechselzahlen und dementsprechend niedrigen maximalen Belastungsspannungen ein ausgeprägtes Schädigungsverhalten in Form von Delaminationen über einen langen Zeitraum entsteht. Aus den Abb. 4.4.3-3 a und b geht hervor, daß für Plytron<sup>®</sup> und für Twintex<sup>®</sup> weder nach hohen noch nach niedrigen Lastwechselzahlen größere Schädigungen zu beobachten sind. Delaminationen treten in den unidirektionalen Laminaten nicht auf.

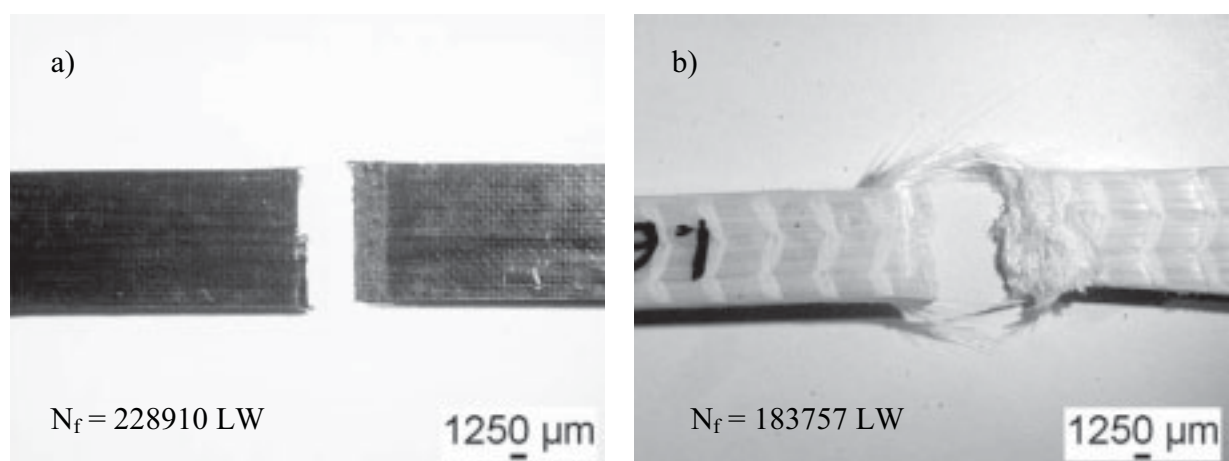


Abb. 4.4.3-3: Bruchbild für Plytron<sup>®</sup> UD (a) und Twintex<sup>®</sup> UD (b),  $R=-1$ ,  $T=23^{\circ}\text{C}$ , Scherversagen

Die in dieser Untersuchung analysierten Laminat können bis zum abrupten Ausfall mit nahezu ihrem gesamten Querschnitt die Belastungen tragen und werden nicht durch vereinzelt auftretenden

de und zusammenwachsende Schädigungen über einen längeren Zeitraum geschwächt. Vergleichbare Ergebnisse sind von Rotem /123/ für ein quasiisotropes CFK-Laminat erzielt worden. Auch er konnte bei niedrigen Belastungsspannungen keine nennenswerten Schädigungen bis kurz vor dem abrupten Versagen der unidirektionalen Proben feststellen. Der Verlauf des Sekantenmoduls einer unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Probe im Anlieferungszustand bei hohen Belastungsspannungen zeigt das für die hier untersuchten Glas/PP-Lamine charakteristische Verhalten (Abb. 4.4.3-4 a). Bis kurz vor dem Ausfall der Probe ist kein Abfall des Sekantenmoduls zu erkennen.

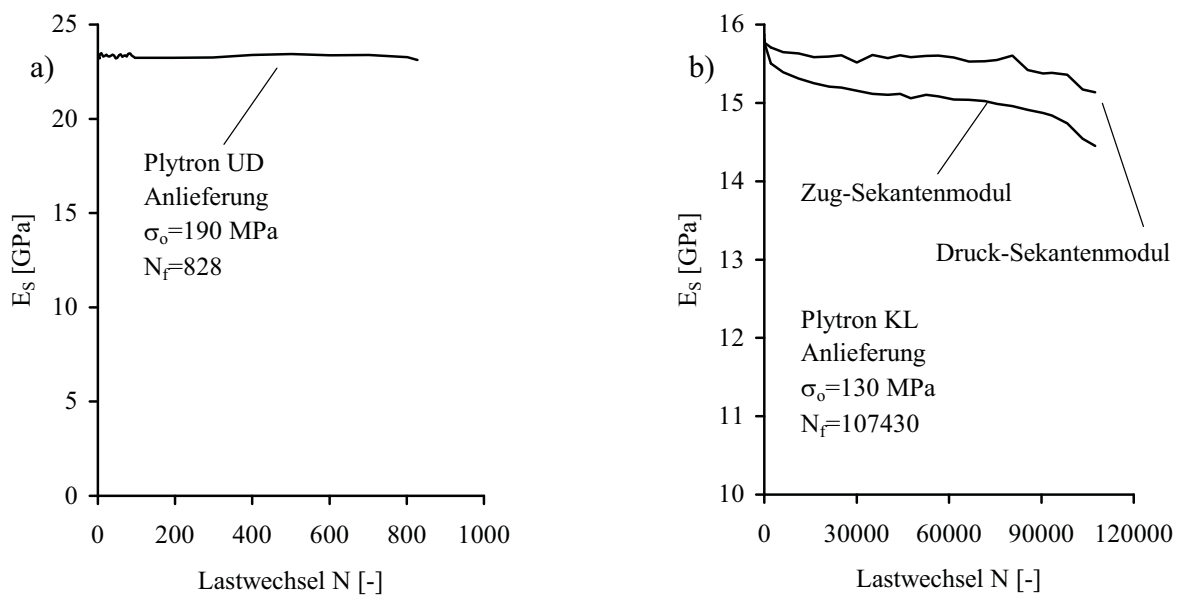


Abb. 4.4.3-4: a) Verlauf des Sekantenmoduls eines unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Laminats im Anlieferungszustand im Bereich niedriger Lastwechselzahlen; b) Vergleich des Zug- und des Druck-Sekantenmoduls eines Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlaminats bei  $R=-1$

### Kreuzlamine

Die Ermüdungskurven bei Zug-Druck-Wechselbelastung der Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlamine sind in Abb. 4.4.3-5 und 4.4.3-6 zu sehen. Auch hier besitzen die Konditionierungen einen Einfluß auf das Ermüdungsverhalten. Die Versuche werden unter Raumtemperatur mit einer Frequenz von 5 Hz durchgeführt.

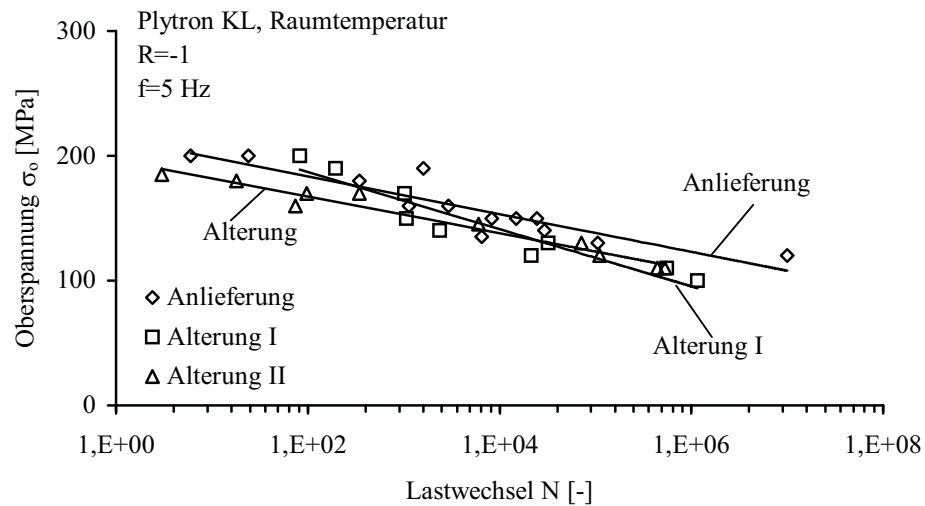


Abb. 4.4.3-5: Wöhler-Diagramm Plytron<sup>®</sup> Kreuzlaminat unter Zug-Druck-Wechselbelastung ( $R=-1$ ,  $T=23^\circ\text{C}$ )

Die im Anlieferungszustand belassenen Laminats weisen einen höheren Widerstand gegen Ermüdung auf als die gealterten. Das Ermüdungsverhältnis  $\sigma_o/\sigma_{bD0^\circ}$  aller Konditionierungen liegt mit einem Wert von 0.4 bei  $10^6$  Lastwechseln niedriger als für die unidirektionalen Laminats. Die Steigungen der Ermüdungskurven sind höher als die der unidirektionalen Laminats unter  $R = -1$ . Beides weist darauf hin, daß in den Kreuzlaminats mehr Schädigungen innerhalb des Laminats auftreten, die dazu führen, daß das Ermüdungsverhalten verschlechtert wird. Die nach Gleichung 4.4.1.1 und 4.4.1.2 errechneten Kennwerte für die Steigungen der Ermüdungskurven können *Tabelle 4.4.3-2* entnommen werden.

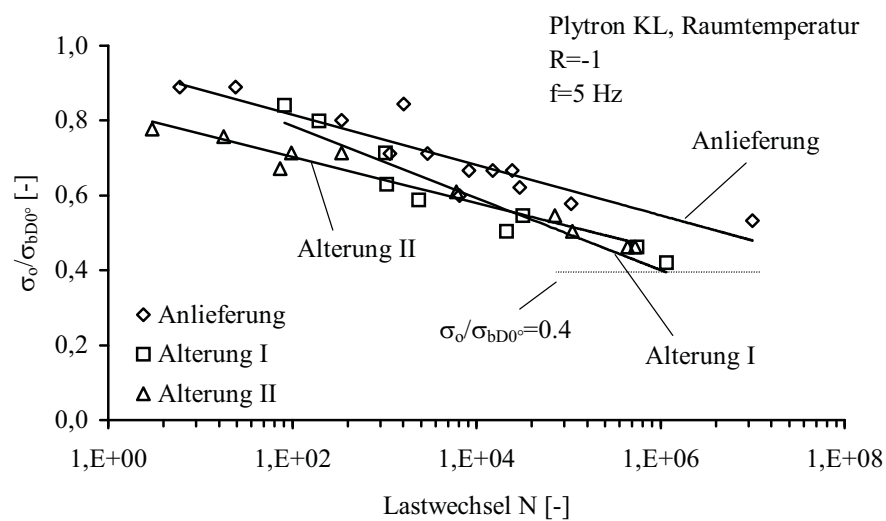


Abb. 4.4.3-6: Wöhler-Diagramm für Plytron<sup>®</sup> KL ( $R=-1$ ,  $T=23^\circ\text{C}$ ), normiert auf die statische Druckfestigkeit  $\sigma_{bD0^\circ}$

Tab. 4.4.3-2: Werte für die Parameter  $m$  und  $b$  sowie den Korrelationskoeffizienten  $R_K$  nach Funktion 4.4.1.1 und 4.4.1.2, Plytron® KL in Abhängigkeit der Konditionierungen

	$\sigma_o/N$		$(\sigma_o/\sigma_z)/N$		
	$m$	$b$	$m$	$b$	$R_K$
Anlieferung	-6.6	213	-0.029	0.95	0.824
Alterung I	-9.9	232	-0.042	0.98	0.901
Alterung II	-6.4	196	-0.027	0.83	0.961

### Schädigungsmechanismen

Wie die oben beschriebenen Wöhler-Diagramme der Plytron®-Kreuzlaminare zeigen, ist unter  $R = -1$  der Widerstand gegen Ermüdung geringer als für die unidirektionalen Laminare. Die unidirektionalen Laminare weisen bis kurz vor dem Ausfall keinerlei Schädigungen auf. Der eigentliche Schädigungsbereich beschränkt sich auf die Scherzone des Bruches. Im Vergleich dazu besitzen die Kreuzlaminare ausgeprägte Bereiche in denen mechanische Schädigungen zu beobachten sind.

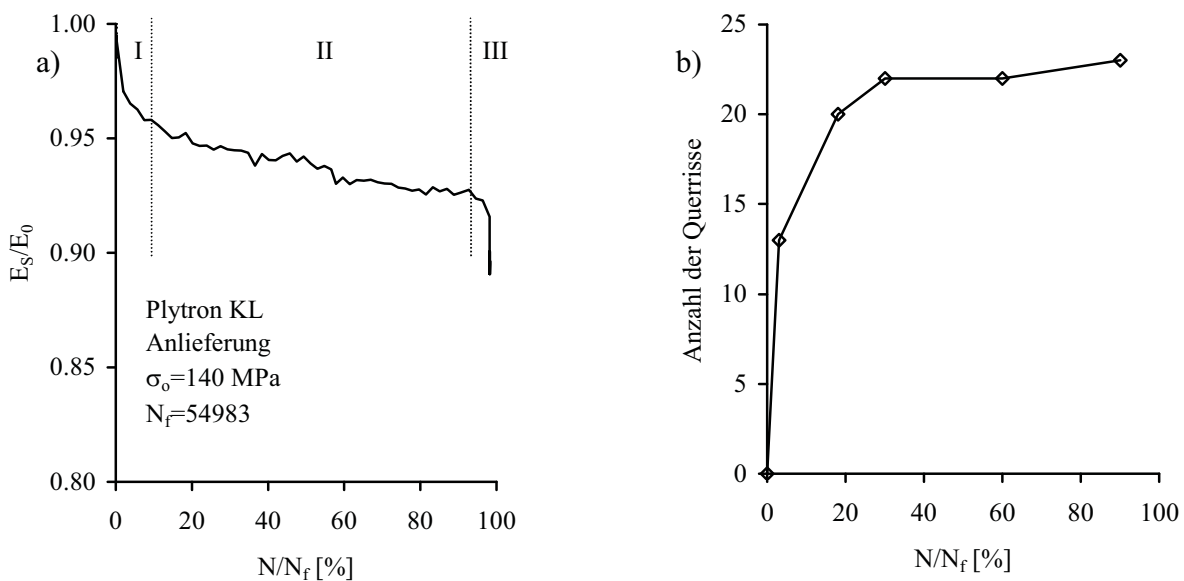


Abb. 4.4.3-7: Verlauf des normierten Zug-Sekantenmoduls für Plytron® KL ( $R=-1$ ,  $T=23^\circ\text{C}$ );  
b) korrespondierende Querrißbildung

Der Verlauf des Sekantenmoduls während der Ermüdungbelastung der Kreuzlaminare ist deutlich unterschiedlich zu dem der unidirektionalen Laminare. Bei den Kreuzlaminaren kommt es bereits nach den ersten Lastwechseln zu einem signifikanten Abfall des Zug-Sekantenmoduls und damit zu einem Abfall des gesamten Sekantenmoduls  $E_S$ . Es folgt ein Bereich gleichmäßiger

Abnahme des Sekantenmoduls über einen langen Belastungszeitraum bis kurz vor dem Versagen der Probe nochmals eine signifikante Modulreduzierung eintritt (*Abb. 4.4.3-7 a*). Der unterschiedliche Verlauf des Druck- und des Zug-Sekantenmoduls wurde auch für CF/Epoxid-Kreuzlamine von Masson /129/ untersucht und ist in *Abb. 4.4.3-4 b* dargestellt. Er ist mit dem Entstehen erster Querrisse in den 90°-Lagen der Lamine zu erklären. Diese wirken sich auf den Druckmodul kaum aus, beeinflussen jedoch deutlich den Zug-Sekantenmodul. Ähnlich den unidirektionalen Laminen erfolgt das Versagen der Proben generell unter Druck.

In *Abb. 4.4.3-7 a* ist der charakteristische Steifigkeitsverlauf der Kreuzlamine detailliert dargestellt. Er läßt sich in drei Abschnitte untergliedern, die charakteristische Schädigungsmechanismen besitzen. Dieses Verhalten ist dem von CF/Epoxid- und CF/PEEK-Laminen ähnlich und wurde von Simonds et al. /120/ sowie von Reifsnider et al. /109/ beschrieben. Der Bereich I wird dominiert durch die Bildung von Querrissen in den 90°-Lagen des Laminats. Sie entstehen ausschließlich unter Zugbelastung entsprechend den bereits in Kapitel 4.4.2 beschriebenen Mechanismen. Korrespondierend zum Abfall des Sekantenmoduls nimmt die Querrißdichte am Probenrand zu, (*Abb. 4.4.3-7 b*). Es werden die Querrisse in einem analysierten Bereich über die gesamte Lebensdauer aufsummiert. *Abb. 4.4.3-8* zeigt Replica-Aufnahmen der Schädigungsentwicklung am Probenrand. Die Abnahme des Sekantenmoduls im Bereich II wird hervorgerufen durch das Wachsen der Querrisse vom Probenrand in das Laminatinnere. Zusätzlich kommt es zur Bildung erster Delaminationen an den Kreuzungspunkten von Querrissen zu den benachbarten 0°-Lagen (*Abb. 4.4.3-8 b*). Mit weiterem Fortschreiten der Belastungsdauer entstehen Faserbrüche in den 0°-Lagen (*Abb. 4.4.3-8 c*). Dies führt innerhalb weniger Lastwechsel zu einem weiteren signifikanten Abfall der Laminatsteifigkeit im Bereich III.

In CF/Epoxid-Laminen wird als dominierende Schadensursache in Zug-Druck-Wechsel belasteten Laminen das Wachsen von Delaminationen unter Druckbelastung beschrieben /91, 109, 129/. In den in dieser Untersuchung analysierten Glas/PP-Laminen werden zwar ebenfalls interlaminare Delaminationen beobachtet, diese beschränken sich jedoch im Vergleich zu den vorher genannten Veröffentlichungen, auf einen weitaus kleineren Probenbereich. *Abb. 4.4.3-9* zeigt schematisch das Entstehen von Delaminationen in Kreuzlaminen bei Ermüdungsbelastung mit einem Spannungsverhältnis von  $R = -1$  /109/. Es wird deutlich, daß Delaminationen bevorzugt unter Drucklasten entstehen, da dabei die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der 90° zueinander versetzten Lagen die größten interlaminaren Zugspannungen hervorrufen.

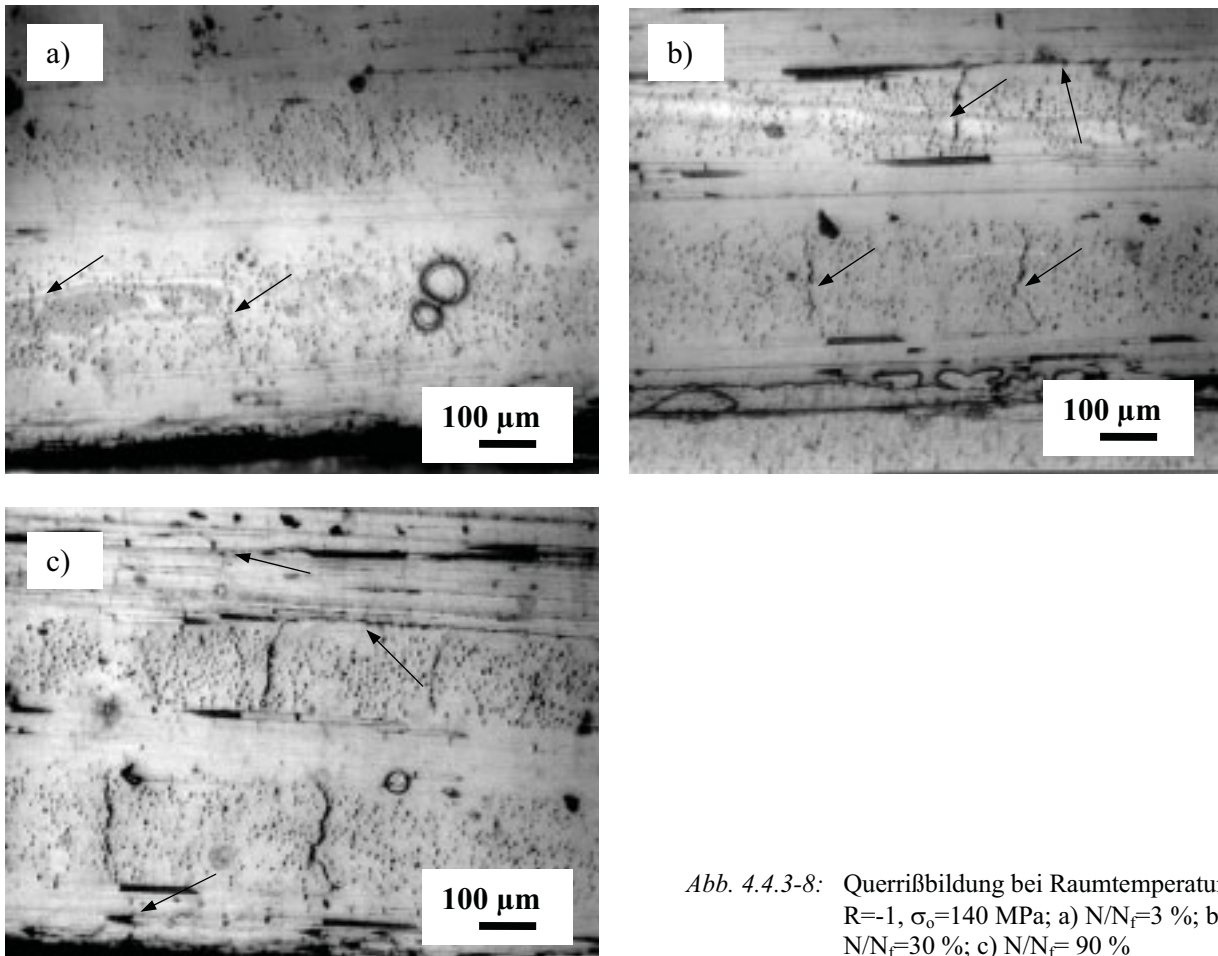
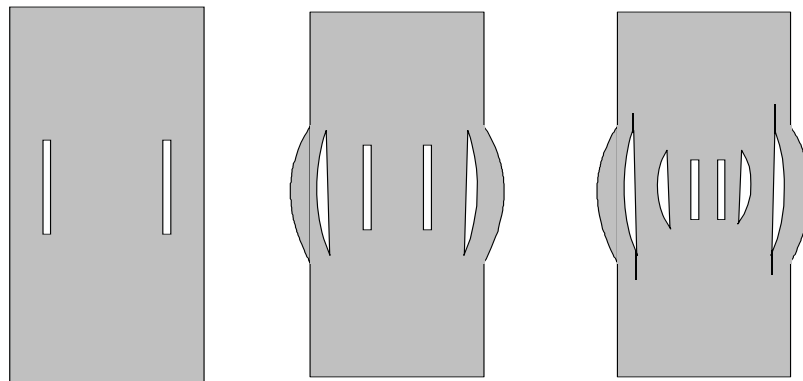


Abb. 4.4.3-8: Querrißbildung bei Raumtemperatur,  $R=-1$ ,  $\sigma_o=140$  MPa; a)  $N/N_f=3$  %; b)  $N/N_f=30$  %; c)  $N/N_f=90$  %

Ausschlaggebend für das interlaminare Rißwachstum, und damit für die Bildung von Delaminationen, sind die Matrixzähigkeit und die Faser/Matrix-Haftung. Aus weiteren Untersuchungen geht hervor, daß die kritische Energiefreisetzungsrate  $G_c$  (als Maß für den Widerstand des Laminats gegen Rißausbreitung) für thermoplastische Matrixsysteme höher ist als für duroplastische /118, 194/. Gleiches gilt für den Widerstand gegen Ermüdungsrißausbreitung /118/. Insbesondere PP besitzt einen hohen Widerstand gegen Rißausbreitung /52, 75, 166/. Daraus erklärt sich ebenfalls der Einfluß der Alterungen auf das Ermüdungsverhalten unter  $R = -1$ . Die aufgrund der Klimawechsel Alterung (Alterung I) verschlechterte Faser/Matrix-Haftung führt dazu, daß die interlaminare Rißausbreitung bevorzugt in der Faser/Matrix-Grenzfläche verläuft und dadurch einen geringeren Widerstand gegen die Rißausbreitung darstellt. Im Fall der thermisch gealterten (Alterung II) Laminats kommt es überwiegend zu einem interkristallinen Rißwachstum aufgrund der geschwächten amorphen Matrixbereiche entlang der Sphärolithgrenzen. Beide Alterungen führen zu einem, im Vergleich zu den angelieferten Laminaten, erleichterten Rißwachstum unter Ermüdungsbelastung. Die kleinere Schädigungsfläche im Vergleich zu den duroplastischen CF/Epoxyd-Laminaten ist auf die höhere Zähigkeit der Polypropylenmatrix zurückzuführen.



*Abb. 4.4.3-9:* Schematische Delaminationsentwicklung von Kreuzlaminaten unter Zug-Druck Wechselbeanspruchung nach Reifsnider, Probenrand /109/



## 5 Bewertung der Ergebnisse

### 5.1 Laminatstruktur und Laminataufbau

Für ein detailliertes Verständnis der in den untersuchten Laminaten auftretenden Schädigungsmechanismen ist es unerlässlich, zuerst die mikrostrukturellen Eigenschaften, die einen entscheidenden Einfluß auf das mechanische Verhalten besitzen, zu analysieren und zu deuten. Die charakteristischen Unterschiede der untersuchten Lamine sind in *Tabelle 5.1-1* zusammengefaßt.

Sowohl Plytron<sup>®</sup> als auch Twintex<sup>®</sup> sind sogenannte Laminatgelege, in denen die Halbzeuge als Faserlagen schichtweise vor der Weiterverarbeitung zum Bauteil aufeinander abgelegt werden. Die Vorteile von Gelegen gegenüber den Geweben sind die in Faserrichtung parallelen Faserverläufe und die homogenen Faserverteilungen, wie für Plytron<sup>®</sup> in *Abb. 4.1-1* gezeigt. In Twintex<sup>®</sup> hingegen wird der Faserverlauf durch die textile Verarbeitung des Halbzeugs gestört und es kommt zu einem, vergleichbar den Geweben, wellenförmigen Verlauf der Glasfasern (*Abb. 4.1-3 b*). Die Glasfasern sind in Twintex<sup>®</sup> inhomogen im Laminat verteilt, was zu matrix- und faserreichen Zonen führt.

*Tabelle 5.1-1:* Charakteristische Merkmale und Unterschiede der Lamine

	Plytron <sup>®</sup>	Twintex <sup>®</sup>
Mikrostruktur	<ul style="list-style-type: none"> <li>• homogene Faserverteilung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• inhomogene Faserverteilung</li> <li>• wellenförmige Auslenkung der Fasern durch PET-Bindefäden</li> </ul>
Matrix	<ul style="list-style-type: none"> <li>• keine Transkristallinität an GF</li> <li>• interkristalline Defekte</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• keine Transkristallinität an GF</li> <li>• Transkristallinität an PET-Bindefäden</li> <li>• Mikrohohlräume in den Binfadenbereichen</li> </ul>

Die Matrix beider Lamine bildet ein sphärolithisches Gefüge aus, das verglichen mit der unverstärkten Matrix kleinere Sphärolithdurchmesser aufweist (*Abb. 4.1-5*). Die Gründe hierfür liegen in der Glasfaserverstärkung, die durch ihre höhere Wärmeleitfähigkeit eine schnellere Abkühlung im Laminat bewirkt. Dadurch kommt es während der Abkühlung zu einer geringeren effektiven Kristallisationstemperatur, die die Keimbildungsrate der Sphärolithe erhöht /40/. Ein zweiter Grund für die im Vergleich zur unverstärkten Matrix kleineren Sphärolithdurchmesser sind die Glasfasern selbst, die die Sphärolithe in ihrem Wachstum behindern.

An den PET-Bindefäden in Twintex<sup>®</sup> entsteht eine transkristalline Schicht, also eine gerichtete Struktur von  $\alpha$ -Sphärolithen senkrecht zur Faserlängsrichtung (*Abb. 4.1-6*). Der Einfluß der gerichteten Struktur von  $\alpha$ -Sphärolithen auf die mechanischen Eigenschaften ist unklar und ist im

Rahmen weiterer Untersuchungen zu klären. An den Glasfasern selbst kommt es in beiden Laminaten zu keiner Ausbildung transkristalliner Gefüge.

In Plytron<sup>®</sup> können interkristalline Defekte an den Sphärolithgrenzen nachgewiesen werden (Abb. 4.1-7). Diese Defekte entstehen durch die langen Verarbeitungszeiten (30 Minuten) und hohen Temperaturen (240°C) bei der Konsolidierung der Prüfplatten. Nicht kristallisationsfähige Anteile der Matrix werden an die Sphärolithgrenzen gedrängt und schwächen diese /40/. Es bilden sich Poren und interkristalline Defekte. Entlang der Sphärolithgrenzen entstehen Zugspannungen, die durch die Schwindungsprozesse bei fortschreitender Kristallisation initiiert werden /49/.

In Twintex<sup>®</sup> können keine interkristallinen Defekte entdeckt werden. Allerdings sind Mikrohohlräume innerhalb der PET-Bindefäden vorhanden, die durch ein Nichtaufschmelzen bei der Verarbeitung entstehen und nicht vollständig von der Polypropylenmatrix imprägniert werden.

## 5.2 Einfluß der Alterungen

Mit Hilfe der DSC-Analysen können die kristallinen Veränderungen in der Polypropylenmatrix in Abhängigkeit von der Alterungszeit verfolgt werden. Mit Hilfe der DMA ist es möglich, die durch die Alterungen stattfindenden mechanischen, temperaturabhängigen Veränderungen zu verfolgen. Zusätzliche Feuchtelagerungen unterstützen die aus den beiden oben genannten Analyseverfahren getroffenen Annahmen.

Abb. 5.2-1 verdeutlicht die charakteristischen Änderungen des Kristallinitätsgrades der Matrix in Abhängigkeit von der Lagerdauer bei einer Temperaturen von 90°C. Es erfolgt eine logarithmische Zunahme der Kristallinität mit zunehmender Alterungsdauer, die um so größer ist, je niedriger die Ausgangskristallinität  $K_0$  und je höher der Volumenanteil  $v_F$  an Glasfasern ist. Ein vom Ausgangswert der Kristallinität, der Alterungstemperatur und der Matriceigenschaften (z. B. mittleres Molekulargewicht, Taktizität) abhängiger Maximalwert  $K_{\max}$  ( $K_{\max} < 100$  %) kann nicht überschritten werden. Aufgrund der hohen Verarbeitungstemperatur, der langen Konsolidierungszeit und langsameren Abkühlrate erreicht Plytron<sup>®</sup> mit 53 % eine um 11 % höhere Ausgangskristallinität  $K_0$  als Twintex<sup>®</sup> mit 42 %.

Die Messung der endothermen Schmelzenthalpie  $\Delta H_m$  der Polypropylenmatrix von Twintex<sup>®</sup> mit textilen Bindefäden aus PET wird überlagert von der gleichzeitig stattfindenden exothermen Nachkristallisationsreaktion des PET. Dadurch ist eine genaue Bestimmung der Kristallinität mit einer DSC-Analyse nicht möglich. Nur mit einer temperaturmodulierten DSC lassen sich beide

Reaktionen getrennt voneinander erfassen. Es ist notwendig, weitere Untersuchungen zum Einfluß der Bindefäden auf das Alterungsverhalten von Twintex<sup>®</sup> durchzuführen.

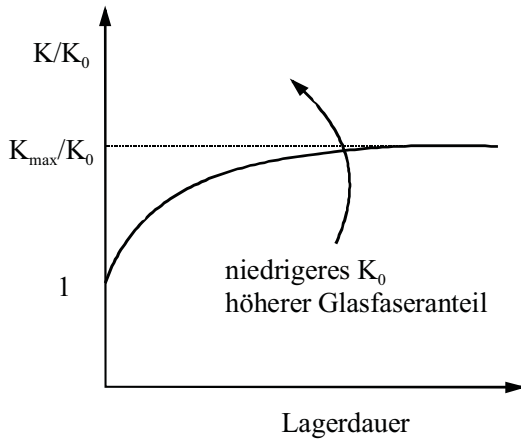


Abb. 5.2-1: Veränderung der Kristallinität über die Lagerdauer in der thermischen Alterung und deren Beeinflussung in GFT

In *Tabelle 5.2-1* sind die charakteristischen Auswirkungen der Alterungen auf die Lamine zusammengefaßt. Neben einer Kristallinitätserhöhung finden aufgrund thermischer Lagerung bei erhöhten Temperaturen zusätzliche Relaxationsvorgänge in der Matrix statt, die eine Umordnung der kristallinen, sowie der amorphen Matrixbereiche in einen thermodynamisch günstigen Zustand fördern.

*Tabelle 5.2-1:* Auswirkungen der Alterungen auf die Lamine

Klimawechsel Alterung (Alterung I)	Thermische Alterung (Alterung II)
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erhöhung der Kristallinität</li> <li>• Relaxationsvorgänge in der Matrix</li> <li>• Schwächung der Faser/Matrix-Haftung</li> <li>• keine Feuchteaufnahme während der Klimawechselbelastungen</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erhöhung der Kristallinität</li> <li>• Relaxationsvorgänge in der Matrix</li> <li>• Mechanische Verbesserung der Faser/Matrix-Haftung</li> </ul>

Die Ergebnisse der DMA zeigen den Einfluß der Alterungen auf das mechanische Verhalten. Der Schubmodul nimmt im Fall der thermisch gealterten (Alterung II) Lamine zu. Gründe hierfür sind die Kristallinitätserhöhung der Matrix und eine verbesserte mechanische Kraftübertragung zwischen den Fasern und der Matrix aufgrund der in der Matrix auftretenden Schwindung und den erhöhten radialen Druckspannungen auf die Fasern. Obwohl die klimatisierten (Alterung I) Lamine eine nahezu identische Kristallinitätserhöhung durch die Konditionierung erfahren, nimmt der Schubmodul dieser Lamine nicht zu. Als Ursache hierfür ist eine Schwächung der

Faser/Matrix-Haftung durch die Temperaturwechsel und den daraus resultierenden, wechselnden Zugspannungen entlang der Faserlängsachse, die nach Nairn eine Amplitude von bis zu 30 MPa erreichen können [Nairn, 85], anzusehen (Abb. 4.2.2-4). Die Veränderungen der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Relaxationspeaks der Dämpfungskurven bestätigen die in der DSC analysierten Veränderungen der Matrixmorphologie. In den amorphen Bereichen kommt es zu einer Relaxation und damit zu einer Erhöhung der zwischenmolekularen Bindekräfte. Ähnliches erfolgt in den kristallinen Bereichen, in denen eine Nachkristallisation zu einer Kristallinitätserhöhung und zu einer Dichte- und Modulsteigerung führen. Diese Ergebnisse stehen im Einklang mit der gemessenen Kristallinitätserhöhung aus der DSC. Eine Änderung der Glasübergangstemperatur  $T_g$  kann nicht festgestellt werden.

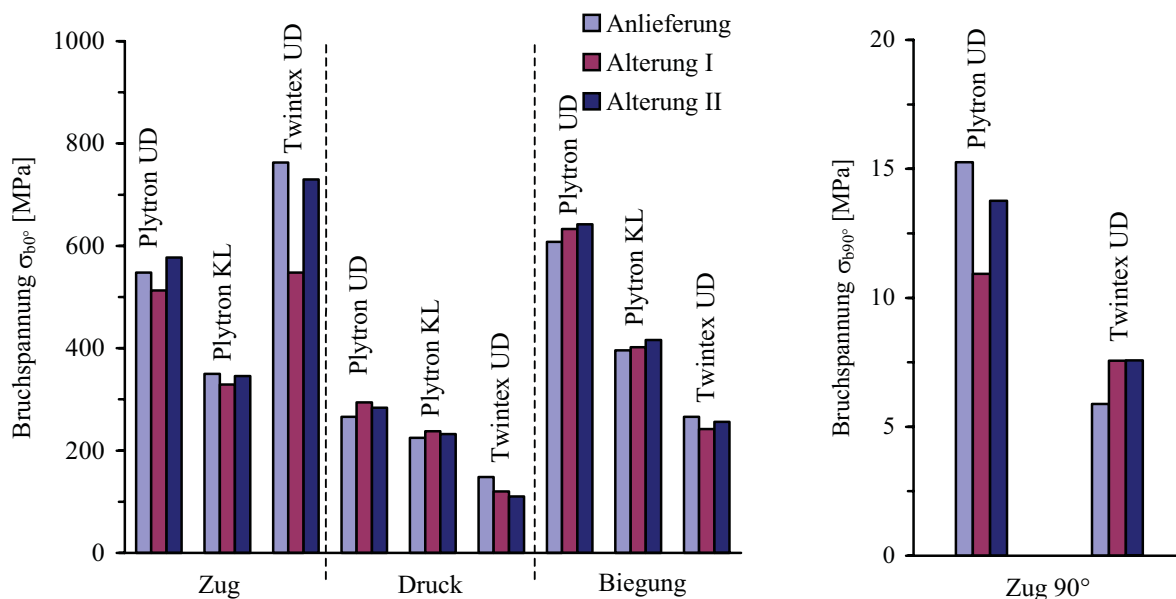
Die Analyse des Feuchteaufnahmeverhaltens der Lamine zeigt, daß Twintex<sup>®</sup> aufgrund der Mikrohohlräume in den nicht imprägnierten Bereichen innerhalb der PET-Garne einen höheren Diffusionskoeffizienten und Sättigungswert als Plytron<sup>®</sup> besitzt (Abb. 4.2.1-6 a). Zusätzlich steigend auf die Feuchteaufnahme wirkt sich der höhere amorphe Matrixanteil aus, der einen Großteil der Feuchte aufnimmt. Die Feuchtelagerungen bei erhöhten Temperaturen der unterschiedlich gealterten Lamine beweisen, daß die Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine zunächst einen höheren Diffusionskoeffizienten besitzen, dann aber insgesamt einen in etwa identischen Sättigungsgrad wie die thermisch gealterten (Alterung II) Lamine erreichen (Abb. 4.2.2-3). Diese Ergebnisse unterstützen die These, daß durch die Temperaturwechsel die Faser/Matrix-Haftung geschädigt wird. Zusätzlich haben Relaxationsvorgänge und Nachkristallisationen durch die thermische Alterung stattgefunden, die eine Diffusion der Feuchte in die Matrix und damit den Sättigungswert beider gealterten Lamine begrenzen.

Die Lamine zeigen nach den unterschiedlichen Konditionierungsschritten in der Klimawechselalterung (Alterung I) eine Gewichtsabnahme (Abb. 4.2.1-6 b). Dies deutet darauf hin, daß durch die Feuchtezyklen keine zusätzliche Feuchte im Laminat dauerhaft aufgenommen wird, sondern den Proben Feuchte und leicht flüchtige Bestandteile entzogen werden. Das Feuchteaufnahmeverhalten der in Wasser gelagerten Lamine zeigt bereits, daß die Dauer der Feuchtezyklen in der Klimawechselalterung zu kurz ist, um eine nennenswerte Feuchteaufnahme zu erreichen.

### 5.3 Mechanisches Verhalten bei statischer Belastung

#### Einfluß der Alterungen

In *Abb. 5.3-1* und *5.3-2* sind die Bruchspannungen und die Elastizitätsmoduln aller drei untersuchten Laminat in Abhängigkeit von der Alterung und der Belastung dargestellt. Da die Bruchdehnungen sich in den meisten Fällen identisch zu den Bruchspannungen verhalten, wird auf eine Diskussion der Bruchdehnungen verzichtet.



*Abb. 5.3-1:* Abhängigkeit der Bruchspannung  $\sigma_b$  von der Alterung für Plytron® UD, Plytron® KL und Twintex® UD

Es ist zu erkennen, daß sowohl für die Bruchspannungen, als auch für die Elastizitätsmoduln keine Trendaussagen unabhängig von dem im Laminat vorherrschenden Spannungszustand getroffen werden können. Die Alterungen wirken sich abhängig vom Laminat und vom Belastungsfall unterschiedlich, manchmal sogar entgegengesetzt aus. Insgesamt können, außer für die transversalen und longitudinalen Zugversuche, keine signifikanten Beeinflussungen durch die Alterungen festgestellt werden. Das ist um so bemerkenswerter, als es sich in diesen beiden Fällen um grundsätzlich unterschiedlich dominierte Lamineigenschaften handelt. Bei den longitudinalen Zugversuchen werden die Kennwerte von den Fasereigenschaften dominiert, in den transversalen Zugversuchen von den Matrix- und den Faser/Matrix-Grenzflächeneigenschaften. Bei der Betrachtung der Schädigungsmechanismen wird jedoch klar, daß in beiden Fällen die Rißausbreitung in der Matrix und in der Faser/Matrix-Grenzfläche eine entscheidende Rolle

spielen. Im Zugversuch in Faserrichtung (longitudinal) kommt es aufgrund der Querkontraktion und der dadurch entstehenden Zugspannungen senkrecht zu den Fasern zu einer Längsrißbildung entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche oder in der Matrix. Im transversalen Zugversuch treten Querrisse aufgrund der senkrecht zur Faserrichtung auftretenden Zugbelastungen auf. Durch die in der Klimawechselalterung (Alterung I) auftretende Schwächung der Faser/Matrix-Grenzfläche kommt es bevorzugt zur Rißausbreitung in der Grenzfläche, wohingegen in den thermisch gealterten (Alterung II) Laminaten die Rißausbreitung aufgrund der besseren Faser/Matrix-Haftung in der Matrix stattfindet.

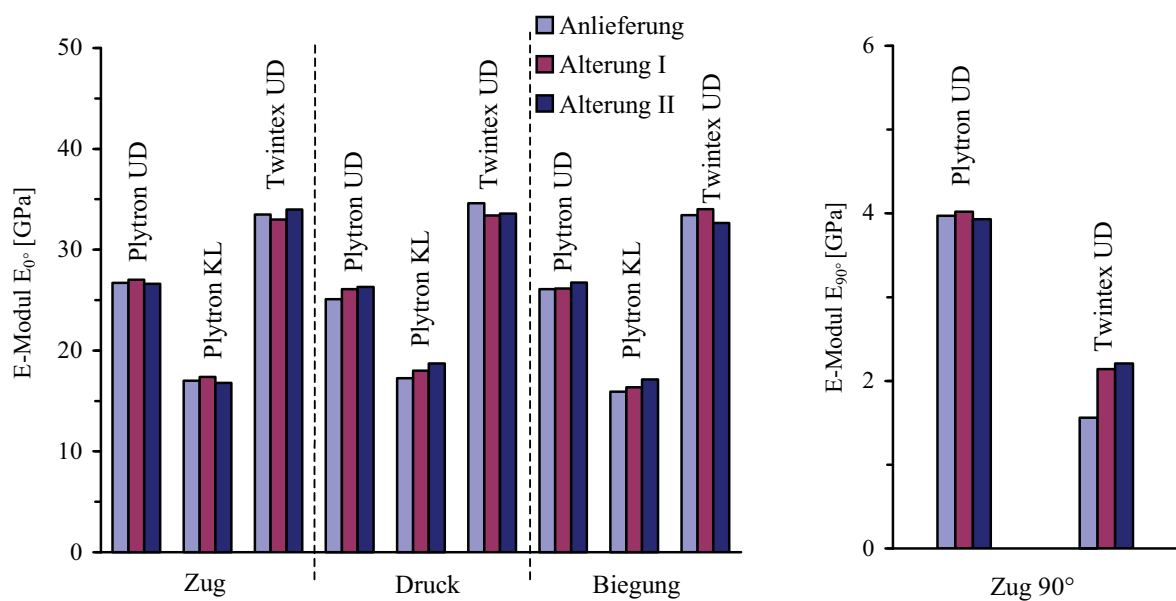


Abb. 5.3-2: Abhängigkeit des E-Modul von der Alterung für Plytron® UD, Plytron® KL und Twintex® UD

Die Rißausbreitung in der Matrix ist abhängig von der Kristallinität und dem Zustand der Sphärolithgrenzen. Im Fall von Plytron® sind die Sphärolithgrenzen durch die Verarbeitung bereits geschwächt und der Rißfortschritt findet bevorzugt intersphärolithisch statt. Im Fall von Twintex® liegt eine stabilere Sphärolithgrenzfläche und eine niedrigere Kristallinität vor. Beides fördert einen duktilen Matrixcharakter. Es kommt zu einem transsphärolithischen Rißwachstum, wie in Abb. 5.3-3 a anhand der Aufnahme einer geätzten Biegebruchfläche zu erkennen ist. Abb. 5.3-3 b zeigt die Rißverzweigung und Fibrillierung mehrerer parallel zueinander verlaufender Einzelrisse, die sich transsphärolithisch durch mehrere Sphärolithe hindurch ausbreiten. Der transsphärolithische Bruchfortschritt benötigt im allgemeinen mehr Energie als das intersphärolithische Rißwachstum. Die Festigkeit von Twintex® ist unter den meisten Belastungszuständen

geringer, was an den Schädigungsmechanismen liegt, die maßgeblich durch die PET-Bindefäden bestimmt werden.

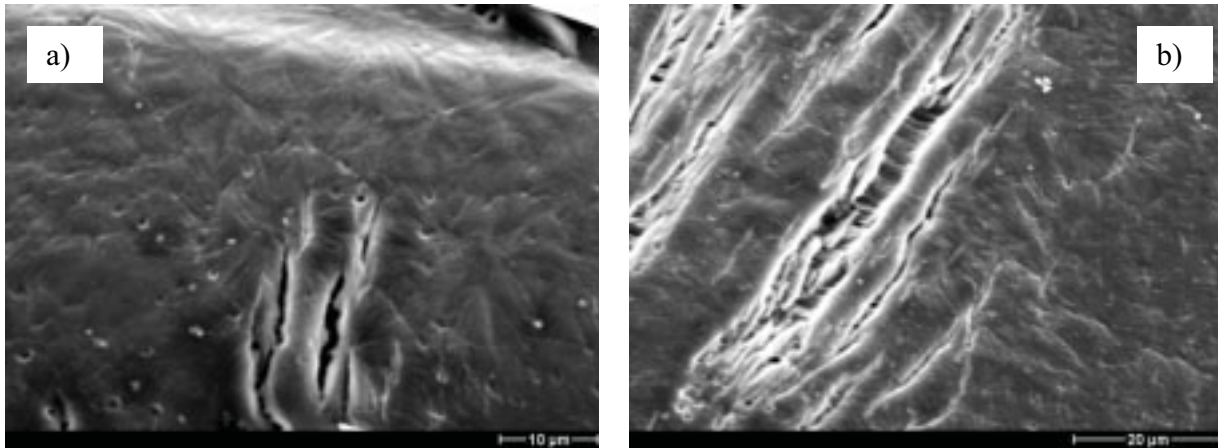


Abb. 5.3-3: Transsphärolithischer Rißfortschritt in Twintex® UD, geätzter Anschliff, Biegeprobe; a) zusätzliche Risse entlang der Sphärolithgrenzen; b) parallele Rißausbreitung mit starker Fibrillierung

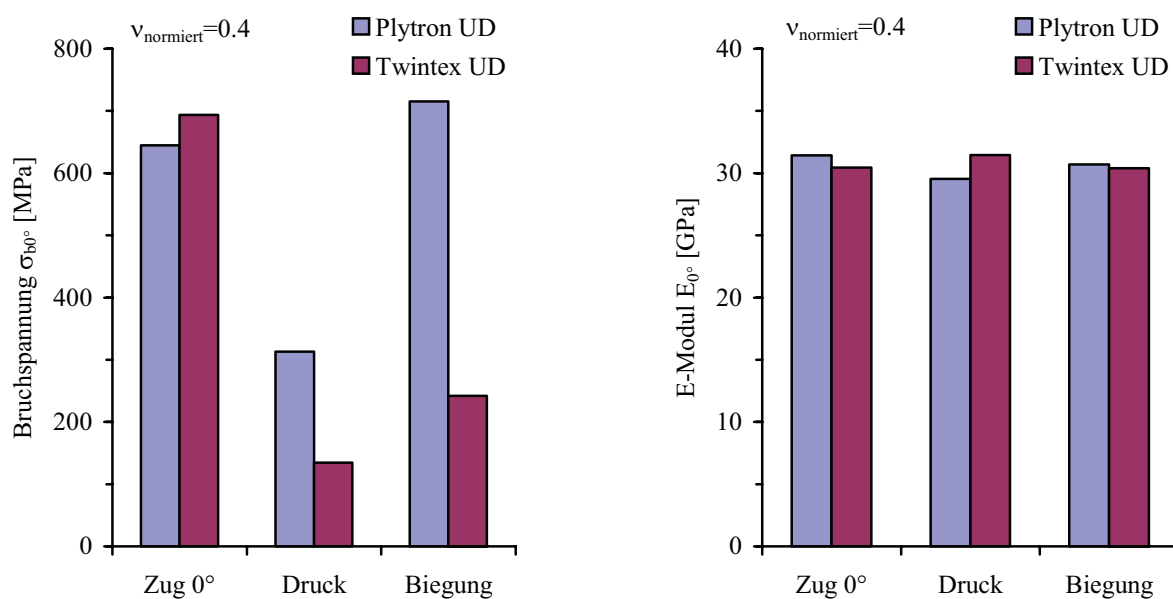


Abb. 5.3-4: Vergleich der auf ein Faservolumen von  $v_F=0.4$  normierten Bruchfestigkeiten und E-Moduln

Abb. 5.3-4 zeigt den Vergleich der longitudinalen Bruchfestigkeiten und Elastizitätsmoduln bei unidirektionaler Laminat, die auf ein Faservolumen von  $v_F = 40\%$  normiert wurden. Die Elastizitätsmoduln weisen kaum Unterschiede auf. Dies steht im Gegensatz zu den Bruchspannungen. Mit Ausnahme der Zugbelastung besitzt Twintex® um über 50 % niedrigere Festigkeits-

kennwerte als Plytron<sup>®</sup>. Unter Zugbelastung wirken sich die Faserwelligkeit und die Spannungsspitzen an den Bindefadenknoten im Vergleich zu Plytron<sup>®</sup> nicht aus. Sobald jedoch Druckbelastungen in Twintex<sup>®</sup> auftreten, kommt es zum Versagen der Lamine, ausgehend von den Bindefadenknoten, an denen die höchsten Spannungskonzentrationen entstehen. Dies ist vor allem dann der Fall, wenn die Bindefadenknoten zweier Laminatlagen direkt übereinander liegen. Zusätzlich festigkeitsmindernd wirkt sich die Matrixstruktur von Twintex<sup>®</sup> aus. Durch die textile Halbzeugverarbeitung kommt es zu einer Bündelung der Verstärkungsfasern im Laminat und damit zu faser- und matrixreichen Zonen. Dadurch entstehen nach ersten Faserbrüchen hohe Spannungskonzentrationen in den benachbarten Fasern. Dies führt zum Bruch ganzer Faserbündel in den Twintex<sup>®</sup>-Laminaten, während in Plytron<sup>®</sup> durch die homogen, gleichmäßig in der Matrix verteilten Fasern die Spannungsspitzen zu Beginn der Belastung von der Matrix abgebaut werden.

### **Einfluß der Temperatur**

Die Veränderungen der mechanischen Kennwerte mit der Prüftemperatur werden ausschließlich durch das temperaturabhängige Verhalten der Matrix und der Faser/Matrix-Haftung bestimmt. Es kommt zu einer Abnahme der Festigkeit und des E-Moduls mit zunehmender Prüftemperatur. Die Änderungen im Laminat sind vom Belastungsfall und dem Laminattyp abhängig. Zwischen  $-20^{\circ}\text{C}$  und  $23^{\circ}\text{C}$  erfolgt eine geringere Abnahme der Kennwerte als in dem Temperaturbereich von  $23^{\circ}\text{C}$  bis  $90^{\circ}\text{C}$ . Die Ursache hierfür liegt in der Glasübergangstemperatur  $T_g$  der Matrix, die bei ca.  $2^{\circ}\text{C}$  liegt. Unterhalb von  $T_g$  ändern sich die Matrixeigenschaften kaum, wohingegen bei höheren Temperaturen der E-Modul rapide sinkt, wie der Kurvenverlauf des Speichermoduls  $G'$  in der DMA zeigt (*Abb. 4.2.2-5*). Dadurch kommt es vor allem in den von der Matrix dominierten Eigenschaften wie transversale Zug-, longitudinale Druck- oder Biegebelastung zu einer deutlichen Reduzierung der Bruchfestigkeit.

Bei tiefen Temperaturen entstehen aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Glasfasern und der Polypropylenmatrix in der Grenzfläche zwischen den Fasern und der Matrix höhere Zugspannungen. Während des Abkühlens aus der Schmelze werden diese Zugspannungen mit dem Beginn der Matrixkristallisation aufgebaut. In *Abb. 5.3-4* ist der Vergleich der Biegebruchspannungen zwischen den angelieferten und den thermisch gealterten Plytron<sup>®</sup>-Laminaten (unidirektional und Kreuzlege) bei  $-20^{\circ}\text{C}$  dargestellt. Die thermisch gealterten Lamine besitzen in beiden Fällen eine höhere Bruchfestigkeit. Mit diesem Ergebnis können die zwei folgenden Thesen dieser Untersuchung bestärkt werden:



- Bei tiefen Temperaturen steigen die durch die Verarbeitung eingebrachten Zugeigenspannungen entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche an. Das Schädigungsverhalten wird dadurch entscheidend beeinflusst: es kommt vermehrt zu Ablösungen der Matrix entlang der Fasern im Vergleich zur Bruchmorphologie bei Raumtemperatur.
- Die im Vergleich zu den angelieferten Laminaten höhere Bruchfestigkeit der thermisch gealterten Lamine (Alterung II) bestätigt, daß Relaxationsvorgänge entlang der Fasern stattgefunden haben. Diese Relaxationsvorgänge verbessern die Grenzflächenfestigkeit und erhöhen damit die Bruchfestigkeit der thermisch gealterten Lamine.

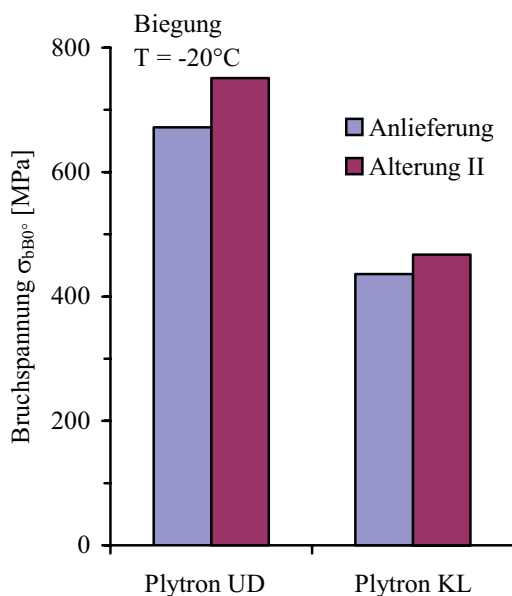


Abb. 5.3-5: Vergleich der Bruchspannungen  $\sigma_{bB0^\circ}$  bei tiefen Temperaturen ( $-20^\circ\text{C}$ ) von Plytron<sup>®</sup> (unidirektional und Kreuzlaminat)

#### 5.4 Mechanisches Verhalten bei zyklischer Belastung

##### Plytron<sup>®</sup>

Das Ermüdungsverhalten der untersuchten Lamine wird beeinflusst von der Laminatstruktur, dem Laminataufbau und dem Spannungsverhältnis  $R$  der Ermüdungsbelastung. In Abb. 5.4-1 sind schematisch die auf ihre statische Bruchspannung  $\sigma_b$  normierten Ermüdungskurven der unidirektional und kreuzlagenverstärkten Plytron<sup>®</sup>-Lamine unter Berücksichtigung der Kristallinität aufgetragen. In beiden Laminaten ist unter  $R = -1$  der Widerstand gegen Ermüdung höher als unter  $R = 0.1$ . Dies ist zu erkennen an den geringeren Steigungen der Ermüdungskurven. Die Ursache hierfür liegt in den Schädigungsmechanismen. Für glasfaser- und kohlenstoffaserver-

stärkte Epoxidharzsysteme wurde unter  $R = -1$  ein geringerer Widerstand gegen Ermüdung festgestellt als unter  $R = 0.1$  /91, 208/. In diesen Untersuchungen wurden großflächige Delaminationen und Schädigungsbereiche unter  $R = -1$  im Vergleich zu  $R = 0.1$  beobachtet. Plytron<sup>®</sup> zeigt keine über den Bruchbereich hinausreichende Schädigungen unter  $R = -1$ . Die Lamine versagen durch Abscheren unter ca.  $45^\circ$  zur Belastungsrichtung, vergleichbar dem statischen Belastungsfall. Die Kreuzlamine besitzen eine geringe Delaminationsneigung. Die geringe Ausprägung an Schädigungsmechanismen in Glas/PP hat ihren Grund in der im Vergleich zu Epoxidharzen höheren Zähigkeit der Polypropylenmatrix und den im Vergleich zu Ermüdungsversuchen unter  $R = 0.1$  niedrigen Belastungsspannungen. Es ist zu berücksichtigen, daß die Ergebnisse der Ermüdungsversuche unter  $R = -1$  von der Art der Knickstütze beeinflusst werden und deshalb nicht ohne Weiteres mit anderen Untersuchungen verglichen werden können.

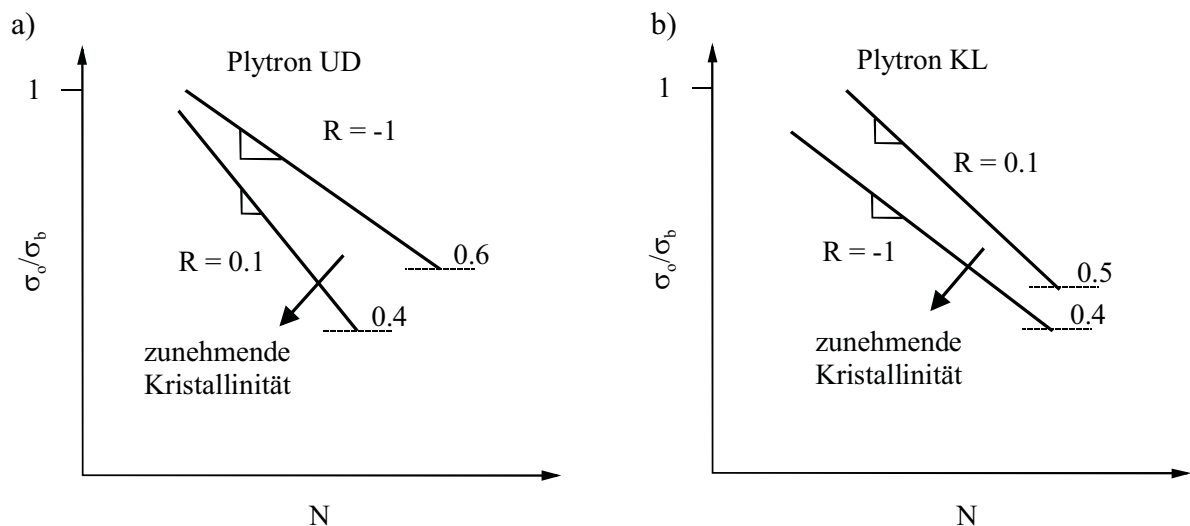


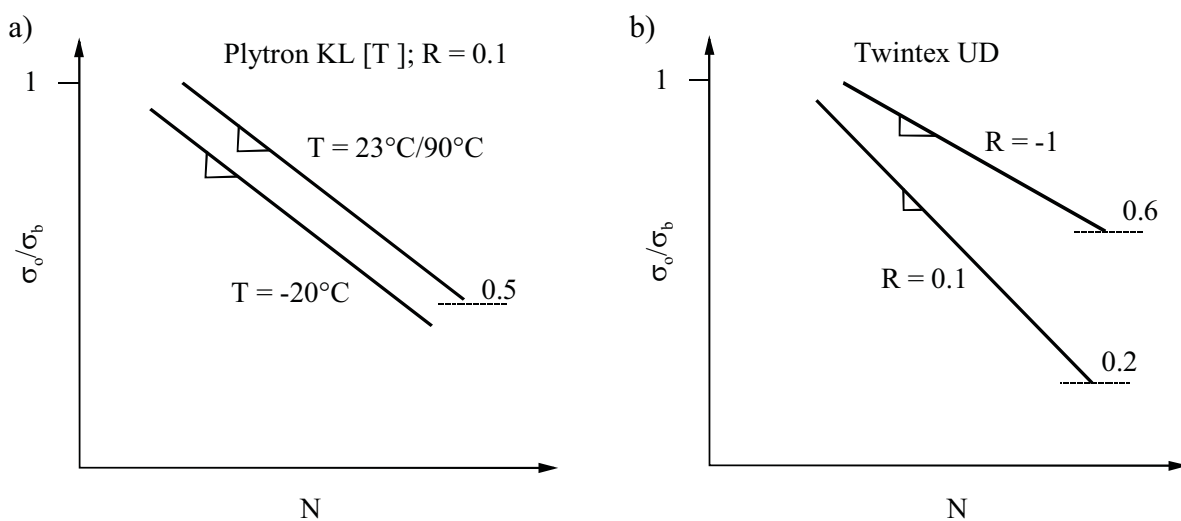
Abb. 5.4-1: Schematischer Verlauf der Ermüdungskurven bei  $R = 0.1$  und  $R = -1$  für : a) Plytron<sup>®</sup> UD und b) Plytron<sup>®</sup> KL unter Berücksichtigung der Kristallinität

Das bei einer Lastwechselzahl von  $N = 10^6$  ohne Versagen ertragbare Spannungsverhältnis zwischen der maximalen Oberspannung  $\sigma_0$  und der statischen Bruchspannung  $\sigma_b$  wird als Ermüdungsfestigkeit bezeichnet. Für die unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Lamine bei  $R = 0.1$  beträgt das Ermüdungsverhältnis 0.4. Bei  $R = -1$  erreichen die unidirektionalen Lamine eine Ermüdungsfestigkeit von 0.6. Die Kreuzlamine weisen Werte von 0.5 bei  $R = 0.1$  und von 0.4 bei  $R = -1$  auf. Unidirektional glasfaserverstärkte Epoxidharzlamine wiesen in vergleichbaren Untersuchungen ein Ermüdungsverhältnis von 0.3 bis 0.4 auf /104/.

Der Einfluß der Alterungen kann vereinfacht durch die Kristallinitätserhöhung der Matrix beschrieben werden. Die Versuche zeigen, daß Plytron<sup>®</sup> mit zunehmender Kristallinität eine gering-

gere Ermüdungsfestigkeit erreicht. Der Grund hierfür liegt in der erleichterten Riausbreitung entlang der Sphrolithgrenzen. Diese werden bei Plytron<sup>®</sup> aufgrund der hohen Ausgangskristallinitt  $K_0$  und der vorhandenen interkristallinen Defekte durch die Alterungen weiter geschwcht. Die Steigung der jeweiligen Ermdungskurven ndert sich nicht mit zunehmender Alterung.

Der Einflu der Prf­temperatur auf das Ermdungsverhalten der Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlamine ist schematisch in *Abb. 5.4-2 a* dargestellt. Bei tiefen Prf­temperaturen verschlechtert sich das auf die statische Bruchfestigkeit normierte Ermdungsverhalten bei  $R = 0.1$ . Die Ursache hierfür ist die mit abnehmender Temperatur ebenfalls abnehmende Zhigkeit der Matrix. Zustzlich erhhen sich die durch die Verarbeitung eingebrachten Zugeigenspannungen entlang der Faser/Matrix-Grenzflchen. Beides frdert ein frhes Einsetzen erster Schdigungen und ein sprdes Riwachstum entlang der Sphrolithgrenzen. Eine Vernderung der Steigung der Ermdungskurven mit der Prf­temperatur ist nicht vorhanden.



*Abb. 5.4-2:* Schematischer Verlauf der Ermdungskurven bei  $R = 0.1$  und  $R = -1$  fr : a) Plytron<sup>®</sup> KL unter Bercksichtigung der Temperatur und b) Twintex<sup>®</sup> UD

### Twintex<sup>®</sup>

Der schematische Verlauf der Ermdungskurven von Twintex<sup>®</sup> bei  $R = 0.1$  und  $R = -1$  ist in *Abb. 5.4-2 b* dargestellt. Wie bereits fr die unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Lamine festgestellt, besitzt das unidirektionale Twintex<sup>®</sup>-Laminat bei  $R = -1$  einen hheren Widerstand gegen Ermdung als bei  $R = 0.1$ . Die signifikant geringe Ermdungsfestigkeit von 0.2 bei einem Spannungsverhltnis von  $R = 0.1$  ist auf den Einflu der PET-Bindefden auf das Schdigungsverhalten der Lamine zurckzufhren. Dadurch kommt es zu einer Auslenkung der Glasfasern und zu einer

Spannungserhöhung unter Belastung im Bereich der Bindefadenknoten. Bereits zu Beginn der Ermüdungsbelastung treten ausgeprägte Schädigungen in Form von Faserbrüchen ein. Diese bewirken eine Erhöhung der Spannungskonzentrationen in unmittelbarer Nähe der Faserbrüche /209/. Durch die Bündelung der Fasern zu faserreichen Zonen erfolgt ein schnelles Versagen ganzer Faserstränge. Der gesamte Schadensbereich der Probe ist, mit Ausnahme der Klimawechsel gealterten (Alterung I) Lamine, sehr gering. Delaminationen können nicht beobachtet werden.

Bei  $R = -1$  kommt es zu einem Scherversagen unter Druckbelastung in einem Winkel von ca.  $45^\circ$  zur Belastungsrichtung. Vergleichbar dem unidirektionalem Plytron<sup>®</sup> treten keinerlei Delaminationen oder Längsrisse auf. Das Ermüdungsverhältnis liegt bei 0.6. Die Steigungen der Ermüdungskurven von Twintex<sup>®</sup> sind bei jedem Spannungsverhältnis höher als für das unidirektionale Plytron<sup>®</sup>. Die Ursache hierfür ist, daß die Schädigungsentwicklung von Twintex<sup>®</sup> unter Ermüdungsbelastung durch Faserbrüche dominiert wird. In Plytron<sup>®</sup> kommt es neben Faserbrüchen zu einer ausgeprägten Längsrißbildung. Faserbrüche bewirken eine ungleich stärkere Beeinflussung der weiteren Schädigungsentwicklung bei Ermüdungsbelastung als Längsrisse in der Matrix oder in der Faser/Matrix-Grenzfläche.

### Schädigungsentwicklung

Die Wöhler-Diagramme alleine spiegeln für faserverstärkte Kunststoffe (FVK) nicht das gesamte Ermüdungsverhalten wider. Vielmehr kommt es über die Dauer der Ermüdungsbelastung zu einer Abnahme der Laminatsteifigkeit, die für Dimensionierungszwecke berücksichtigt werden muß. *Abb. 5.4-3 a* zeigt schematisch den Vergleich der charakteristischen Steifigkeitsabnahme der unidirektionalen Lamine bei Raumtemperatur und  $R = 0.1$ . Es treten signifikante Unterschiede auf. Die Steifigkeitsabnahme von Plytron<sup>®</sup> erfolgt in einem stufenförmigen Verlauf mit maximal drei Stufen. Der Steifigkeitsverlauf von Twintex<sup>®</sup> ist s-förmig und kann in drei charakteristische Bereiche untergliedert werden.

Die stufenförmige Steifigkeitsabnahme der unidirektionalen Plytron<sup>®</sup>-Lamine ist aus anderen Untersuchungen unidirektionaler FVK bekannt /109/. Es kommt bevorzugt zum Ende der Lebensdauer zum Bruch ganzer Faserbündel, die einen abrupten Abfall der Steifigkeit bewirken.

In Twintex<sup>®</sup> werden die Glasfasern durch die Bindefäden wellenförmig ausgelenkt und gebündelt. Unter Zugbelastung erfolgt eine Querkontraktion der Proben, die Spannungskonzentrationen im Bereich der Bindefadenknoten hervorruft. Dies führt zu Beginn der Ermüdungsbelastung innerhalb weniger Schwingspiele zum Bruch der schwächsten Fasern in unmittelbarer Nähe der

Bindefadenknoten und zu einem ersten Steifigkeitsabfall (Bereich I). Ausgehend von diesen ersten Schädigungen kommt es kontinuierlich zum Versagen weiterer Fasern in unmittelbarer Nähe der Bindefäden und der bereits gebrochenen Fasern (Bereich II). Während dieser Phase tritt neben den Faserbrüchen eine Längsrißbildung in der Matrix und entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche ein. Die weitere Ausbreitung dieser Längsrisse wird bereits am nächsten Bindefaden unterbrochen. Da die Zahl der intakten Fasern, die die Belastung aufnehmen können, zum Ende der Lebensdauer immer geringer wird, steigt die Geschwindigkeit der Schädigungsentwicklung im Bereich III rapide an und die Proben versagen innerhalb weniger Lastwechsel.

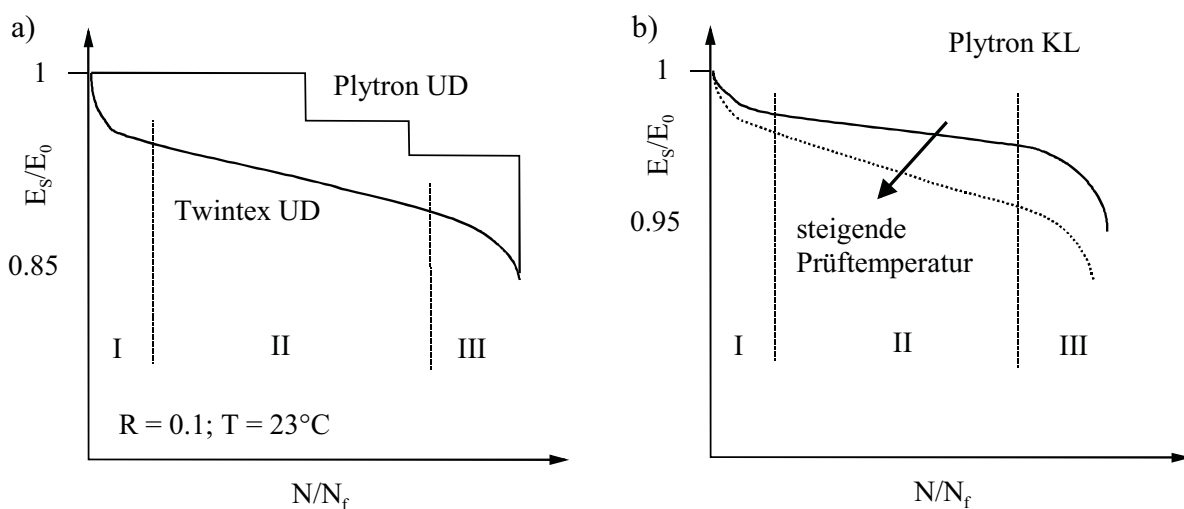


Abb. 5.4-3: Charakteristischer Verlauf der normierten Steifigkeit für  $R = 0.1$ ; a) Plytron<sup>®</sup> UD und Twintex<sup>®</sup> UD b) Plytron<sup>®</sup> KL unter Berücksichtigung der Prüftemperatur

Die Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlaminare besitzen einen für Kreuzlaminare charakteristischen Abfall der Steifigkeit. In Phase I der Schädigungsentwicklung kommt es zur Bildung von Querrissen an den Probenrändern in den  $90^\circ$ -Lagen. Die Entwicklung der Querrißdichte korrespondiert mit dem Abfall der Laminatsteifigkeit in dieser Phase. Der Bereich II ist charakterisiert durch das Wachsen der Querrisse in das Laminatinnere und die Bildung erster Längsrisse in den  $0^\circ$ -Lagen. Zum Ende des Bereichs II entstehen erste, örtlich begrenzte Delaminationen. Zum Ende der Lebensdauer kommt es innerhalb weniger Lastwechsel zum Versagen der Probe (Bereich III). Faserbrüche in den  $0^\circ$ -Lagen entstehen. Interlaminare Delaminationen bleiben örtlich eng begrenzt und können nur in unmittelbarer Umgebung des Bruches beobachtet werden.

Mit steigender Prüftemperatur erfolgt eine Verschiebung der Steifigkeitskurven hin zu niedrigeren Niveaus und damit zu einem steileren Kurvenverlauf. Der Grund hierfür liegt in dem höheren viskoelastischen Matrixverhalten.

Die Steifigkeitsentwicklung während der Ermüdungsbelastung der Plytron<sup>®</sup>-Kreuzlamine weist bei  $R = -1$  einen Unterschied zwischen dem Druck- und dem Zugmodul (Abb. 5.4-4). Während es im Zugmodul zu dem bereits bekannten, s-förmigen Steifigkeitsabfall kommt, verringert sich der Druckmodul während der Ermüdungsbelastung nur geringfügig. Im Bereich III tritt dann ebenfalls ein signifikanter Steifigkeitsabfall ein, der auf den Bruch von  $0^\circ$ -Fasern zurückzuführen ist. Die unter Zugbelastung entstehende Querrißbildung wirkt sich auf den Druckmodul kaum aus, sondern ist vor allem im Zugmodul zu beobachten. Die Lamine versagen im letzten Lastwechsel unter Druckbelastung.

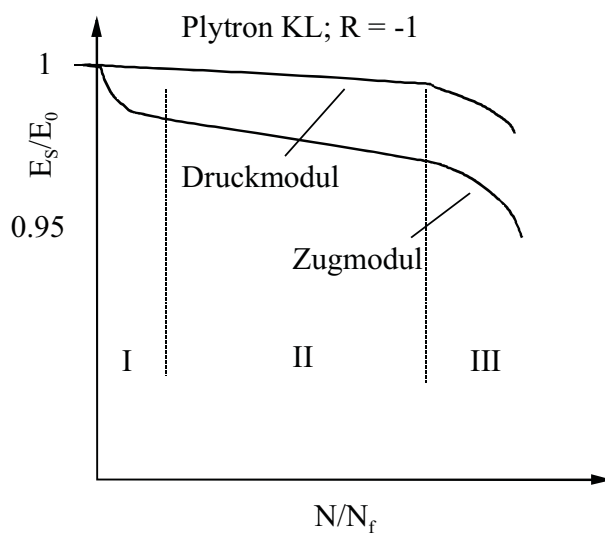


Abb. 5.4-4: Charakteristischer Verlauf der normierten Steifigkeit von Plytron<sup>®</sup> KL für  $R = -1$

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel dieser Untersuchung war es, eine Charakterisierung des Schädigungsverhaltens endlos glasfaserverstärkter Thermoplaste unter statischer und zyklischer Belastung vorzunehmen. Zur Verfügung standen zwei unterschiedliche Laminatsysteme mit E-Glasfasern als Verstärkungsfasern und isotaktischem Polypropylen als Matrixmaterial. Ein Laminatsystem wurde aus Prepregs gefertigt (Plytron<sup>®</sup>). Das zweite bestand aus Mischgarnen mit Glas- und Polypropylenfasern, die in einer textilen Fertigung mit PET-Bindefäden zu flächigen Halbzeugen weiterverarbeitet wurden (Twintex<sup>®</sup>). Zusätzlich zu den angelieferten Laminaten erfolgte die Prüfung künstlich, durch thermische und Klimawechsellagerung gealterter Lamine. Mehrere mechanische Versuche wurden unter veränderten Prüftemperaturen ( $T = 90^{\circ}\text{C}$  und  $T = -20^{\circ}\text{C}$ ) durchgeführt.

Das Halbzeugsystem hatte einen signifikanten Einfluß auf die Laminatstruktur. Plytron<sup>®</sup> besaß eine homogene, für mechanische Belastungen günstige Faserverteilung. Twintex<sup>®</sup> wies, aufgrund der textilen Faserbündelung des Halbzeugsystems, faser- und matrixreiche Zonen auf. Zusätzlich wurden in Twintex<sup>®</sup> die Fasern wellenförmig an den Bindefadenknoten ausgelenkt.

Die kristalline Struktur der Matrix war abhängig von der Verarbeitung und der Faserverteilung im Laminat und wurde durch die Alterungen beeinflusst. Mit zunehmender thermischer Alterung erfolgte eine Kristallinitätserrhöhung. Die Klimawechsellagerungen bewirkten eine Verschlechterung der Faser/Matrix-Grenzfläche. Entlang der Grenzflächen erhöhten sich mit abnehmender Temperatur die durch die Verarbeitung vorhandenen Zugeigenspannungen. Der ständige Wechsel der Höhe dieser Zugeigenspannungen mit der Temperatur führte zur Schädigung der Faser/Matrix-Grenzflächen.

Sobald Schubspannungen im Laminat vorhanden waren erreichte Twintex<sup>®</sup> schlechtere mechanischen Eigenschaften als Plytron<sup>®</sup>. Die in Twintex<sup>®</sup> vorhandenen Bindefäden führten zu Spannungskonzentrationen in unmittelbarer Nähe der Bindefadenknoten und damit zu einer frühen Bildung von Faserbrüchen unter Belastung. Zusätzlich verschlechternd wirkte sich die inhomogene Faserverteilung in Twintex<sup>®</sup> aus.

Der Einfluß der Alterungen auf das mechanische Verhalten konnte nicht generalisiert werden und war abhängig von den im Laminat auftretenden Spannungskonzentrationen. Im Allgemeinen waren keine signifikanten Veränderungen der mechanischen Eigenschaften zu beobachten. Die Schädigungsmechanismen wurden durch die Matrixeigenschaften und die Faser/Matrix-Grenzflächenfestigkeit bestimmt. Mit zunehmender Kristallinität nahm die plastische Verformbarkeit der Matrix ab. Die Rißausbreitung erfolgte vermehrt interkristallin entlang den Sphärolithgrenzen.

Die Ermüdungsfestigkeit der Plytron<sup>®</sup>-Lamine war vergleichbar mit der Ermüdungsfestigkeit von unidirektional verstärkten Glas/Epoxid-Laminaten. Die Ermüdungsfestigkeit der Twintex<sup>®</sup>-Lamine war signifikant niedriger. Ausschlaggebend hierfür waren wiederum die Bindefäden, die bevorzugt zu Faserbrüchen innerhalb der ersten Lastwechsel führten und damit das Ermüdungsverhalten bereits zu Beginn der Belastung entscheidend beeinflussten.

Unter Zug-Druck-Wechslebelastung ( $R = -1$ ) zeigten beide Lamine ein sehr gutes Ermüdungsverhalten. Zurückzuführen war dies auf die geringe Neigung zu Delaminationen der Glas/PP-Lamine im Vergleich zu Glas/Epoxid-Laminaten. Die hohe Matrixzähigkeit verhinderte eine großflächige Schädigungsentwicklung und damit eine erleichterte Schädigungsausbreitung.

Die Ergebnisse verdeutlichen, daß das Schädigungsverhalten endlos glasfaserverstärkter Thermoplaste durch Veränderungen der Matrix und der Einsatztemperatur beeinflusst werden kann. Weitere Ziele müssen sein, daß die Temperatur- und Matrixeinflüsse auf die Lamineigenschaften endlos glasfaserverstärkter Thermoplaste umfassend verstanden werden, um eine Berechenbarkeit dieser Werkstoffgruppe zu gewährleisten. Nur durch eine detaillierte Modellierbarkeit unterschiedlicher Praxiseinsätze wird es möglich sein, endlos glasfaserverstärkte Thermoplaste für einen sinnvollen industriellen Einsatz zu gewinnen.



## 7 Literatur

- 1 RÄCKERS, B.: Faserverbundwerkstoffe, Entwicklungstrends am Beispiel des Airbus, in: *Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde*, DGM Informationsgesellschaft, 1997, 3–14
- 2 BRANDT, J., DRECHSLER, K., STRACHAUER, F.: Kostengünstige und großserienfähige Herstellung von Verbundwerkstoffen mit textilen Faserstrukturen; in: *Kunststoffe im Automobilbau: Zukunft durch neue Anwendungen*, Tagung Mannheim, VDIK, Düsseldorf, 1998, 227-246
- 3 TAYLOR, C.: PNGV materials accomplishments, *Automotive Engineering*, December, 1996
- 4 STUMPF, H.: Study on the manufacture of thermoplastic composites from new textile preforms, Dissertation TU Hamburg-Harburg, TUHH Technologie GmbH, 1998
- 5 SATO, N., TAKAHASHI, H., KURAUCHI, T.: Bumper recycling technology; in: *Polypropylene: An A-Z Reference*; J. Karger-Kocsis, ed., Kluwer Publisher, Dordrecht, 1999, 68-75
- 6 MARISSSEN, R.: Some Environmental Aspects of the Application of Fibre Reinforced Plastics in Structures; Delft University of Technology, 1993, LTM 998
- 7 FRIEDRICH, K., REINICKE, R.: Verbundwerkstoffe mit Thermoplastmatrix, Herstellung, Struktur, Eigenschaften; in: *VDI Berichte Nr. 1420*, 1998, 97-113
- 8 BRANDT, J., DRECHSLER, K., VULLRIEDE, S.: Leichtbau mit Faserverbundwerkstoffen in der Flugzeugindustrie – ein technologischer Ansatz für den Fahrzeugbau?, *Kunststoffe im Automobilbau: Trends, Technologien, Anwendungen*, VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik, 1997, 221-237
- 9 ZEPF, H.-P.: Faserverbundwerkstoffe mit thermoplastischer Matrix, Expert Verlag, 1997
- 10 MÄDER, E., BUNZEL, U., MALLY, A.: Einfluß der Struktur textiler Vorprodukte auf die Eigenschaften langfaserverstärkter Thermoplaste; *Technische Textilien*, 38, November 1995, 205-208
- 11 STUMPF, H., MÄDER, E., BAETEN, S., PISANIKOVSKI, T., ZÄH, W., ENG, K., ANDERSSON, C.-H., VERPOEST, I., SCHULTE, K.: New Thermoplastic composite preforms based on split-film warp-knitting; *Composites Part A*, 29A, 1998, 1511-1523
- 12 BRÜDGAM, S., HENKELMANN, H.: Anforderungsprofil an Faser-Kunststoff-Verbund-Halbzeuge für Kfz-Leichtbaukomponenten, in: *Kunststoffe im Automobilbau*, VDIK-Tagung 1996, 21-43
- 13 BUNZEL, U., LAUKE, B., SCHNEIDER, K.: Lufttexturierte Hybridgarnstrukturen und ihr Einfluß auf die Eigenschaften langfaserverstärkter Thermoplastverbunde; *Techn. Tex.*, 42, 1999, 10-12
- 14 MÄDER, E., SKOP-CARDARELLA, K.: Textile Hybridkordelstrukturen für langfaserverstärkte Thermoplaste; *Techn. Tex.*, 39, 1996, 124-126
- 15 ENG, K., ANDERSSON, C.-H.: Lost Yarn Preforming and Split Film Based Weft Insert Warp Coknitting, New Routes for Composite Materials Preforming; in: *Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde*, DGM Informationsgesellschaft Verlag, Hrsg: G. Leonhardt und G. Ondracek, 1993, 131-137
- 16 LAUKE, B., BUNZEL, U., SCHNEIDER, K.: Effect of hybrid yarn structure on the delamination behaviour of thermoplastic composites; *Composites Part A*, 29A, 1998, 1397-1409

- 17 GAMSTEDT, E. K., BERGLUND, L. A., PEIJS, T.: Fatigue mechanisms in unidirectional glass-fibre-reinforced polypropylene; *Composites Science and Technology* 59, 1999, 759-768
- 18 OEVER, M. VAN DEN, PEIJS, T.: Continuous-glass-fibre-reinforced polypropylene composites, II. Influence of maleic anhydride modified polypropylene on fatigue behaviour; *Composites Part A*, 29A, 1998, 227-239
- 19 WOITE, B.: Fibre Composites in Vehicle Construction - Potentials and Limits; *ATA Ingegneria automobilistica*, 42, 1989, 551-562
- 20 PIËCH, F.: Energieverbrauch im Straßenverkehr, 3 Liter/100km im Jahr 200? *ATZ-Automobiltechnische Zeitschrift*, 94, 1992, 20-23
- 21 HALDENWANGER, H-G.: Leichtbau mit alternativen Werkstoffen und Verfahren - eine Notwendigkeit im Fahrzeugbau; *Handelsblatt-Jahrestagung „Vision Automobil“*, Mai 1998
- 22 DYCKHOFF, J., HALDENWANGER, H.-G., REIM, G.: Lenker aus Faserverbundwerkstoff mit Thermoplastmatrix; *Sonderausgabe ATZ und MTZ; Werkstoffe im Automobilbau*, 1998/1999, 34-41
- 23 SPELZ, U., SCHULZE, V.: Intervall-Heißpreßverfahren; *Kunststoffe* 85, 1995, 665-668
- 24 BENFER, W., FREYSTEDT, B.: Stoßfänger-Biegeträger aus Faserverbundkunststoff mit thermoplastischer Matrix; *Informationsschrift Fa. Peguform GmbH, Bötzingen*, 1997
- 25 KERTH, S., DEHN, A., MAIER, M.: Crash performance of glass fiber reinforced polypropylene tubes; in: *Polypropylene: An A-Z Reference*; J. Karger-Kocsis, ed., Kluwer Publisher, Dordrecht, 1999, 116-123
- 26 DYCKHOFF, J., HALDENWANGER, H.-G.: Entwicklung eines crashcompatiblen Faserverbundkunststoff-Trägers; *Kunststoffe im Automobilbau, VDI-Informationsschrift*, 1998, 257-275
- 27 CHRISTEN, O., BERESHEIM, G., NEITZEL, M.: Thermoplastwickeln mit Direktimprägnierung; *Kunststoffe* 89, 1999, 79-81
- 28 GRIFFITH, A.A.: The phenomena of rupture and flow in solids; *Phil. Trans. Roy. Soc. London*, A221, 1921, 163-198
- 29 IBE, G., PENKAVA, J.: Entwicklung faserverstärkter Aluminiumwerkstoffe; *Metall* 41, 1987, 590-600
- 30 TAPROGGE, R., SCHARWÄCHTER, R., HAHNEL, P., MÜLLER, H.-J., STEINMANN, P.: Faserverstärkte Hochleistungs-Verbundwerkstoffe – Zukünftige Entwicklung und Anwendung; *Institut zur Erforschung technologischer Entwicklungslinien, Hamburg*, 1971
- 31 KLEINHOLZ, R.: Aramidfasern, Kohlenstofffasern und Textilglasfasern-Verstärkungswerkstoffe nach Maß; *AVK-Tagung Freudenstadt*, 1985, 40.1-40.9
- 32 ASLANOVA, M. S.: Glass Fibers; in: *Handbook of Composites Volume 1*, W. Watt and B. V. Perov, eds.; North-Holland, Amsterdam, 1985
- 33 EHRENSTEIN, G.W.: *Faserverbund-Kunststoffe*, Carl Hanser Verlag München, 1992
- 34 MICHAELI, W., WEGENER, M.: *Einführung in die Technologie der Faserverbundwerkstoffe*; Carl Hanser verlag, München, 1990
- 35 THOMASON, J.L., HARTMAN, D.R.: Properties of glass fibers for polypropylene reinforcement, in: *Polypropylene: An A-Z Reference*, Edited by J. Karger-Kocsis, Kluwer Publisher, Dordrecht, 1999, 678-685

- 36 SAECHTLING, H.: Kunststoff Taschenbuch; 24. Ausgabe, Hanser Verlag München, 1989
- 37 NEIBL, W., LEDWINKA, H.: Polypropylen - die Zukunft hat begonnen; *Kunststoffe* 83, 8, 1993, 577-583
- 38 FIEBIG, J., GAHLEITNER, M., PAULIK, C., WOLFSCHWENGER, J.: Ageing of Polypropylene: processes and consequences; *Polymer Testing* 18, 1999, 257-266; und: Alterung von Polypropylen; in : *Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen*, W. Grellmann und S. Seidler, Ed., Springer Berlin, 1998, 483-490
- 39 FRIEDRICH, K.: Über den Einfluß der Morphologie auf Festigkeit und Bruchvorgänge in isotaktischem Polypropylen; Doktorarbeit der Ruhr-Universität Bochum, 1978
- 40 VARGA, J.: Review Supermolecular structure of isotactic polypropylene; *Journal of Materials Science* 27, 1992, 2557-2579
- 41 EHRENSTEIN, G.W.: *Polymer-Werkstoffe*; 2. Auflage, Hanser Verlag München, 1999
- 42 VARGA, J.: Spherulitic crystallization and structure; in: *Polypropylene: An A-Z Reference*, Edited by J. Karger-Kocsis, Kluwer Publisher, Dordrecht, 1999, 759-768
- 43 GAO, S-L., KIM, J-K.: Cooling rate influences in carbon fibre/PEEK composites. Part1. Crystallinity and interface adhesion; *Composites Part A* 31, 2000, 517-530
- 44 JANESCHITZ-KRIEGL, H., FLEISCHMANN, E., GEYMAYER, W.: Processing-induced structure formation, in: *Polypropylene Structure, blends and composites*, J. Karger-Kocsis, Ed., Chapman & Hall, London, 1995, 295-344
- 45 KATSCHTA, J., MÜNSTEDT, H.: Chemisches und physikalisches Altern von Polymerwerkstoffen: Ursachen und Auswirkungen; in: *Thermische Einsatzgrenzen von Kunststoffen in Verarbeitung und Anwendung*; G. W. Ehrenstein, S. Pongratz, Hrsg., Springer, Berlin, 2000, 218-235
- 46 AGARWAL, M. K., SCHULTZ, J. M.: The Physical Ageing of Isotactic Polypropylene; *Polymer Engineering and Science*, 21, 1981, 776-781
- 47 KRAMER, E., GENSLER, R.: Alterungskennwerte; in: *Thermische Einsatzgrenzen von Kunststoffen in Verarbeitung und Anwendung*; G. W. Ehrenstein, S. Pongratz, Hrsg., Springer, Berlin, 2000, 1-15
- 48 GENSLER, R.: The effect of thermooxidative degradation on the mechanical performance and the microstructure of polypropylene; Dissertation an der Eidgenössischen Technischen Hochschule Lausanne, 1998
- 49 FRIEDRICH, K.: Strength and fracture of crystalline isotactic polypropylene and the effect of molecular and morphological parameters; *Prog. Colloid & Polymer Science* 66, 1979, 299-309
- 50 MICHLER, G. H.: *Kunststoff-Mikromechanik – Morphologie, Deformations- und Bruchverhalten*; Hanser Verlag München, 1992
- 51 SANDT, A.: Über den Einfluß von Geschwindigkeit und Morphologie auf das Bruchverhalten von Polypropylen; *Kunststoffe*, 72, 1982, 791-795
- 52 YE, L., FRIEDRICH, K.: Interlaminar fracture (mode II) of commingled yarn-based GF/PP composites; *Journal of Materials Science*, 28, 1993, 773-780
- 53 SCHREYER, G. W., BARTNIG, K., SANDER, M.: Bewertung von Schädigungserscheinungen in Thermoplasten mittels simultaner Messung der Spannungs-Dehnungs-Charakteristik und dielektrischer Kennfunktion, Teil I; *Mat.-wiss.; und Werkstofftechnik*, 27, 1996, 90-96

- 
- 54 MADHUKAR, M. S., DRZAL, L. T.: Fibre-Matrix Adhesion and its Effect on Composite Mechanical Properties: II. Longitudinal (0°) and Transverse (90°) Tensile and Flexure behavior of Graphite/Epoxy Composites; *Journal of Composite Materials*, 25, 1991, 958-991
- 55 MÄDER, E., GRUNDKE, K., JACOBSCH, H.-J., WACHINGER, G.: Surface, interphase and composite property relations in fibre-reinforced polymers; *Composites*, 25, 1994, 739-744
- 56 SHIH, G. C., EBERT, L. J.: The Effect of Fiber/Matrix Interface on the Flexural Fatigue Performance of Unidirectional Fiberglass Composites; *Composites Science and Technology*, 28, 1987, 137-161
- 57 DRZAL, L. T., MADHUKAR, M.: Fibre-matrix adhesion and its relationship to composite mechanical properties; *Journal of Materials Science*, 28, 1993, 569-610
- 58 THOMASON, J. L., SCHOOLENBERG, G. E.: An investigation of glass fibre/polypropylene interface strength and its effect on composite properties; *Composites*, 25, 1994, 197-203
- 59 DAEMEN, J. M. H., DEN BESTEN, J.: Einfluß der Glasfaserschlichte auf die Eigenschaften von GF-PP; 23. AVK-Tagung Mainz, November 1990, B12, 1-8
- 60 MÄDER, E., JACOBASCH, H.-J., GRUNDKE, K., GIETZELT, T.: Influence of an optimized interphase on the properties of polypropylene/glass fibre composites; *Composites Part A*, 27, 1996, 907-912
- 61 LUSTIGER, A.: Morphological Aspects on the Interface in the PEEK-Carbon Fiber System; *Polymer Composites*, 13, 1992, 408-411
- 62 HAMADA, H., MURANO, Y., KAWAGUCHI, S., IKUTA, N.: Influence of the surface treatment on mechanical properties of GF/PP film stacking composites; *Proceedings of the 4<sup>th</sup> Japan International SAMPE Symposium*, September 25-28, 1995, 943-948
- 63 RIJSDIJK, H. A., CONTANT, M., PEIJS, A. A. J. M.: Continuous-Glass-Fibre-Reinforced Polypropylene Composites: I. Influence of Maleic-Anhydride-Modified Polypropylene on Mechanical Properties; *Composites Science and Technology*, 48, 1993, 161-172
- 64 GOLDFARB, L.: Transcrystallization of Isotactic Polypropylene; *Makromol. Chem.* 181, 1980, 1757-1762
- 65 CAMPBELL, D., QAYYUM, M. M.: Melt Crystallization of Polypropylene: Effect of Contact with Fiber Substrates; *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition*, 18, 1980, 83-93
- 66 THOMASON, J. L., ROOYEN, VAN A. A.: Transcrystallized interphase in thermoplastic composites: Part I: Influence of fibre type and crystallization temperature; *Journal of Materials Science*, 27, 1992, 889-896; Transcrystallized interphase in thermoplastic composites: Part II: Influence of interfacial stress, cooling rate, fibre properties and polymer molecular weight; *Journal of Materials Science*, 27, 1992, 897-907
- 67 SCHULTE, K.: Faserverbundwerkstoffe mit Polymermatrix – Aufbau und mechanische Eigenschaften; *Habilitationschrift Ruhr-Universität Bochum*, 1991
- 68 VARGA, J., KARGER-KOCSIS, J.: The Occurrence of Transcrystallization or Row-Nucleated Cylindritic Crystallization as a Result of Shearing in a Glass-Fiber-reinforced Polypropylene; *Composites Science and Technology*, 48, 1993, 191-198
- 69 VARGA, J., KARGER-KOCSIS, J.: Direct evidence of row nucleated cylinditic crystallization in glass fiber-reinforced polypropylene composites; *Polymer Bulletin*, 30, 1993, 105-110

- 
- 70 BEEHAG, A., YE, L.: Fibre/Matrix Adhesion in Thermoplastic Composites: Is Transcrystallization a Key?; Proceedings of ICCM-11, Gold Coast, Australia, 14<sup>th</sup>-18<sup>th</sup> July, 1997, IV, 723-730
- 71 KARGER-KOCSIS, J., VARGA, J.: Interfacial morphology and its effects in polypropylene; in: *Polypropylene: An A-Z Reference*, Edited by J. Karger-Kocsis, Kluwer Publisher, Dordrecht, 1999, 678-685
- 72 DAVIES, P., CANTWEL, L. W. J.: Fracture of glass/polypropylene laminates: influence of cooling rate after moulding; *Composites*, 29, 1994, 869-877
- 73 FRIEDRICH, K.: Commingled yarns and their use for composites; in: *Polypropylene: An A-Z Reference*; J. Karger-Kocsis, ed., Kluwer Publisher, Dordrecht, 1999, 81-89
- 74 PUCK, A.: Zum Deformationsverhalten und Bruchmechanismus von unidirektionalem und orthogonalem Glasfaser/Kunststoff; *Sonderdruck Kunststoffe*, 55 (12), 1965
- 75 DAVIES, P., POMIES, F., CARLSSON, L.: Influence of Water Absorption on Transverse Tensile Properties and Shear Fracture Toughness of Glass/Polypropylene; *Journal of Composite Materials*, 30, 1996, 1004-1019
- 76 POMIES, F., CARLSSON, L.: Analysis of Modulus and Strength of Dry and Wet Thermoset and Thermoplastic Composites Loaded in Transverse Tension; *Journal of Composite Materials*, 28 (1), 1994, 22-35
- 77 POMIES, F., CARLSSON, L., GILLESPIE, J.: Marine Environmental Effects on Polymer Matrix Composites; ; *Composite Materials: Fatigue and Fracture, ASTM STP 1230*, R. H. Martin, Ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1995, 283-303
- 78 AHLBORN, K.: Cryogenic mechanical response of carbon fibre reinforced plastics with thermoplastic matrices to quasi-static loads; *Cryogenics* 31, 1991, 252-256
- 79 SCHULTE, K., HORSTENKAMP, G., FRIEDRICH, K.: Temperature-dependent mechanical behavior of PI and PES resins used as matrices for short fibre laminates; *Journal of Material Science*, 21, 1986, 3561-3570
- 80 PUCK, A.: Das „Knie“ im Spannungs-Dehnungs-Diagramm und Ribbildung bei Glasfaser/Kunststoffen; *Kunststoffe*, 58 (12), 1968, 886-893
- 81 SCHULTE, K., STINCHCOMB, W. W.: Damage Development Near the Edges of a Composite Specimen During Quasi-static and Fatigue Loading; *Composite Technology Review* Spring 1984, ASTM, 3-9
- 82 BARON, CH., SCHULTE, K.: Einfluß der Laminatkomponenten von CFK-Werkstoffen auf das statische und das dynamische Verhalten; *Z. Werkstofftechnik*, 18, 1987, 306-313
- 83 JAMISON, R. D.: The Role of Microdamage in Tensile Failure of Graphite/Epoxy Laminates; *Composites Science and Technology*, 24, 1985, 83-99
- 84 BADER, M. G.: Modelling Fibre and Composite Failure; *Proc. of the European Symposium on Damage Development and Failure Processes in Composite Materials*, Leuven, Belgium, 1987, 8-19
- 85 OYA, N., HAMADA, H.: Mechanical properties and failure mechanisms of carbon fibre reinforced thermoplastic laminates; *Composites Part A*, 28A, 1997, 823-832
- 86 BARON, CH., SCHULTE, K., HARIG, H.: Influence of Fibre and Matrix Failure Strain on Static and Fatigue Properties of Carbon Fibre-Reinforced Plastics; *Composites Science and Technology*, 29, 1987, 257-272

- 
- 87 PIGGOTT, M. R.: Compressive Properties Of Resins and Composites; in: *Developments in Reinforced Plastics – 4*, Elsevier Science Publisher, 1986
- 88 HAHN, H. T., WILLIAMS, J. G.: Compression Failure Mechanisms in Unidirectional Composites; *Composite Materials: Testing and design*, ASTM STP 893, J. M. Whitney, Ed., American Society for Testing and Materials, 1986, 115-139
- 89 NAKANISHI, Y., HANA, K., HAMADA, H.: Fractography of Fracture in CFRP under Compressive Load; *Composites Science and Technology*, 57, 1997, 1139-1147
- 90 OYA, N., HAMADA, H.: Axial compressive behaviour of reinforcing fibres and interphase in glass/epoxy composites materials; *Journal of Material Science*, 33, 1998, 3407-3417
- 91 SCHULTE, K.: Compressive Static and Fatigue Loading of Continuous Fiber-Reinforced Composites; *Compression Response of Composite Structures*, ASTM STP 1185, S.E. Groves and A.L. Highsmith, Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1994, 278-305
- 92 BAZHENOV, S. L., KUPERMAN, A. M., ZELENSKI, E. S., BERLIN, A. A.: Compression failure of unidirectional glass-fibre-reinforced plastics; *Composites Science and Technology*, 45, 1992, 201-208
- 93 SOUTIS, C., TURKMEN, D.: Moisture and Temperature Effects of the Compressive Failure of CFRP Unidirectional Laminates; *Journal of Composite Materials*, 31, 1997, 832-849
- 94 CARLSSON, L.A., PIPES, R.B.: Experimental Characterization of Advanced Composite Materials; Second Edition, Technomic Publishing, Lancaster, 1997
- 95 HULL, D.: An introduction to composite materials; Cambridge University Press, 1981
- 96 ZWEBEN, C., SMITH, W. S., WARDLE, M. W.: Test Methods for Fiber Tensile Strength, Composite Flexural Modulus, and Properties of Fabric-Reinforced Laminates; *Composite Materials: Testing and Design*, ASTM STP 674, S. W. Tsai, Ed., American Society for Testing and Materials, 1979, 228-262
- 97 CHEN, F., BAZHENOV, S., HILTNER, A., BAER, E.: Flexural failure mechanisms in unidirectional glass fibre-reinforced thermoplastics; *Composites*, 25, 1994, 11-20
- 98 CHEN, F., BAZHENOV, S., HILTNER, A., BAER, E.: Transition in flexural microbuckling mechanisms in unidirectional glass fibre-reinforced thermoplastics; *Composites*, 25, 1994, 21-26
- 99 FRICK, A: Untersuchungen zum Verformungsverhalten von CFK-Laminaten unter Biegebeanspruchung; DGM Informationsgesellschaft, Band 1: Verbundwerkstoffe und Stoffverbunde, 1988, 49-56
- 100 JAUB, M.: Biegekennwerte endlosfaserverstärkter Thermoplaste; *Materialprüfung*, 39, 1997, 344-347
- 101 BOLLER, K. H.: Fatigue Fundamentals for Composite Materials; *ASTM STP 460*, 1969, 217-235
- 102 KONUR, O., MATTHEWS, F. L.: Effect of the properties of the constituents on the fatigue performance of composites: a review; *Composites*, 20, 1989, 317-328
- 103 HARRIS, B.: Fatigue and accumulation of damage in reinforced plastics; *Composites*, 10, 1977, 214-220
- 104 DHARAN, C. K. H.: Fatigue failure in graphite fibre and glass fibre-polymer composites; *Journal of Materials Science*, 10, 1975, 1665-1670

- 
- 105 TALREJA, R.: Fatigue of Composite Materials; Technomic Publishing Inc., Lancaster PE, USA, 1987
- 106 STURGEON, J. B.: Fatigue and creep testing of CFRP; *Proceedings of the Twenty-eighth Annual Conference, Society of the Plastics Industry*, Washington DC, USA, 1973, paper 12-B
- 107 CLAGETT, D. C.: Polymers: An encyclopedic sourcebook of engineering properties; J. I. Kroschwitz, ed., John Wiley, New York, 1987, 243
- 108 STINCHCOMB, W. W., REIFSNIDER, K. L.: Fatigue Damage Mechanisms in Composite Materials: A Review, *Fatigue Mechanisms*, Proceedings of an ASTM-NBS-NSF Symposium, Kansas City, Mo., May 1978, J.T. Fong, Ed., *ASTM STP 675*, American Society for Testing and Materials, 1979, 762-787
- 109 REIFSNIDER, K. L., SCHULTE, K., DUKE, J. C.: Long-Term Fatigue Behavior of Composite Materials; *Long-Term Behavior of Composites, ASTM STP 813*, T. K. O'Brion, Ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1983, 136-159
- 110 SCHULTE, K.: Damage Monitoring in polymer matrix structures; *Journal de Physique IV, Colloque C7, Volume3*, 1993, 1629-1636
- 111 SCHULTE, K.: Stiffness Reduction and Development of Longitudinal Cracks During Fatigue Loading of Composite Laminates; Proceedings of the European Mechanics Colloquium 182: *Mechanical Characterisation of Load Bearing Fibre Composites Laminates*, A. H. Cardon, G. Verchery, Eds., Brussels 1984, 36-54
- 112 SCHULTE, K., BARON, CH.: Schädigungsentwicklung bei Ermüdung verschiedener CFK-Laminat; *Z. Werkstofftechnik*, 18, 1987, 103-110
- 113 DAVIES, J. N., SUNDSRUD, G. J: Fatigue data on a variety of nonwoven glass composites for helicopter rotor blades; *ASTM STP 674*, 1979, 137-148
- 114 BARON, CH., SCHULTE, K., HARIG, H.: Dehnungsverhalten und Ermüdungsablauf C-faserverstärkter Epoxidharze bei Variation der Bruchdehnung der Einzelkomponenten; Tagungsband AVK-Tagung Freudenstadt, 1985, 39.1-39.5
- 115 BARON, CH., SCHULTE, K.: Fatigue damage response of CFRP with toughened matrices and improved fibres; Proc. ICCM-VI/ECCM-2, London/UK, 1987, 4.65-4.75
- 116 CURTIS, P. T.: An Investigation of the Tensile Fatigue Behaviour of Improved Carbon Fibre Composite Materials; *Proceedings of the ICCM 6 & ECCM2*, 1987, 4.54-4.64
- 117 JONES, C.J., DICKSON, R. F., ADAM, T., REITER, H., HARRIS, B.: Environmental Fatigue of reinforced plastics; *Composites*, 14, 1983, 288-293
- 118 NEFT, J. F.: Interlaminar Fatigue Crack Growth in CFRP; in: *Proc. Of the XIX<sup>th</sup> SECTAM*; Eds: C. T. Tsai and K.K. Stevens, Developments in Theoretical and Applied Mechanics; Florida Atlantic University Boca Raton, FL USA, 1998, 2-10
- 119 GAMSTEDT, E. K.: Fatigue Damage Mechanisms in Polymer Matrix Composites; Doctoral Thesis, Luleå University of Technology, Sweden, 1998
- 120 SIMONDS, R. A., BAKIS, C. E., STINCHCOMB, W. W.: Effects of Matrix Toughness on Fatigue Response of Graphite Fiber Composite Laminates; *Composite Materials: Fatigue and Fracture, Second Volume, ASTM STP 1012*, P. A. Lagace, Ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1989, 5-18
- 121 DICKSON, R. F., JONES, C. J., HARRIS, B., LEACH, D. C., MOORE, D. R: The environmental fatigue behaviour of carbon fibre reinforced polyether ether ketone; *Journal of Materials*

- Science, 20, 1985, 60-70
- 122 HENAFF-GARDIN, C., LAFARIE-FRENOT, M. C.: Fatigue behaviour of thermoset and thermoplastic cross-ply laminates; *Composites*, 23, 1992, 109-116
  - 123 ROTEM, A.: Fatigue Behavior of Isotropic Laminate under Tension-Compression Multidirection Loading; *SAMPE Journal*, 27, 1991, 19-27
  - 124 MATONDANG, T. H., SCHÜTZ, D.: The Influence of Anti-Buckling Guides on the Compression-Fatigue behaviour of Carbon-Fibre-Reinforced Plastic Laminates; *Composites*, 15, 1984, 217-221
  - 125 MANDELL, J. F., MEIER, U.: Effects of Stress Ratio, Frequency, and Loading Time on the Tensile Fatigue of Glass Reinforced Epoxy; in *Proceedings of Long Term Behavior of Composites*, Symposium American Society for Testing and Materials, 1982
  - 126 CAPRINO, G., D'AMORE, A.: Flexural Fatigue Behaviour of Random Continuous-Fibre-Reinforced Thermoplastic Composites; *Composites Science and Technology*, 58, 1998, 957-965
  - 127 BEHESHTY, M. H., HARRIS, B., ADAM, T.: An empirical fatigue-life model for high-performance fibre composites with and without impact damage; *Composites Part A*, 30, 1999, 971-987
  - 128 GOETTING, H.C., KIRSCHKE, L., PRINZ, R.: Schadensmechanische Aspekte der Schwingfestigkeit von Composites; *DFVLR-Nachrichten*, Heft 49, 1986, 50-55
  - 129 MASSON, J. J., BARON, CH., SCHULTE, K.: Das Verhalten kohlenstoffaserverstärkter Kunststoffe bei Druckbelastung; in: *Verbundwerkstoffe und Stoffverbunde in Technik und Medizin*, G. Ondracek, DGM-Informationsgesellschaft Verlag, Band 1, 1989, 273-284
  - 130 SCHÜTZ, D.: Testing of fiber reinforced materials; in *Proceedings of The Advanced Use of Composite Materials*, Ingenjörsvetenskapsakademien, Stockholm, IVA-Rapport 302, 1986, 57-81
  - 131 GERHARZ, J. J., SCHÜTZ, D.: Fatigue Strength of CFRP under Combined Flight-By-Flight Loading and Flight-By-Flight Temperature Changes; *AGARD Conference Proceedings* No. 288, 1985, 6.1-6.24
  - 132 GATES, T. S.: Durability assesment of polymeric composites for high speed civil transport; in: *Proceedings of Recent Developments in Durability Analysis of Composite Systems*, Cardon, Fukuda, Reifsnider & Verchery, Eds., Balkema, Rotterdam, 2000, 387-392
  - 133 SELZER, R.: Fraktographische Analyse des Versagensverhaltens von kohlenstoffaserverstärkten Polymer-Verbundwerkstoffen unter Feuchteinfluß; Dissertation Universität Kaiserslautern, Shaker Verlag, Aachen, 1996
  - 134 CHATEAUMINOIS, A.: Interaction between moisture and flexural fatigue damage in unidirectional glass/epoxy composites; in: *Recent Developments in Durability Analysis of Composite Systems*, Cardon, Fukuda, Reifsnider & Verchery, eds., Balkema, Rotterdam, 2000, 159-167
  - 135 VAUTHIER, E., ABRY, J. C., BAILLIEZ, T., CHATEAUMINOIS, A.: Influence of Hygrothermal Ageing on the Fatigue Behaviour of a unidirectional Glass-Epoxy Composite; in: *Proceedings of the International Conference on Fatigue of Composites*, S. Degallaix, C. Bathias, R. Fougères, eds., 1997, 315-322
  - 136 TOKAJI, K., SHIOTA, H., OGAWA, T., YUMITORI, S.: Tensile and fatigue properties of long glass fibre-reinforced polypropylene immersed in hot water; *Journal of Materials Science*,



- 12, 1998, 4739-4745
- 137 BUGGY, M., CAREW, A.: The effect of thermal ageing on carbon fibre-reinforced polyetheretherketone (PEEK), Part I: Static and dynamic flexural properties; *Journal of Materials Science*, 29, 1994, 1925-1929
- 138 MIYAMO, Y., NAKADA, M., MCMURRAY, M. K., MUKI, R.: Prediction of Flexural Fatigue Strength of CFRP Composites under Arbitrary Frequency, Stress Ratio and Temperature; *Journal of Composite Materials*, 31, 1997, 619-638
- 139 RICHARDSON, M. O. W., BRANCO, C. M., FERREIRA, J. A. M.: The Effect of Test Conditions on the Fatigue Properties of a Phenolic Composite; *Journal of Composite Materials*, 31, 1997, 1826-1837
- 140 PANNKOKE, K.: Statische und zyklische Eigenschaften von unidirektionalen, kohlenstofffaserverstärkten Polymeren unter Axial- und Scherbelastung bei tiefen Temperaturen; Dissertation Kernforschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung
- 141 BREUER, U., OSTGATHE, M.: Halbzeug- und Bauteilherstellung – Umformverfahren, in: *Faserverbundwerkstoffe mit thermoplastischer Matrix*, H-P. Zepf, Expert Verlag, 1997, 106-131
- 142 MANGENOT, E.: The European composite market: results and outlook; AVK-Tagung, 1996
- 143 SCHWARZ, O.: *Kunststoffkunde*; Vogel Buchverlag, 1992
- 144 KREVELEN, VAN D.W.: *Properties of Polymers*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, 1997
- 145 EHRENSTEIN, G.W., RIEDEL, G., TRAWIEL, P.: *Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen*; Carl Hanser Verlag, München, 1998
- 146 MAIER, G., OTT, H.: Damage development in composite laminates with brittle matrix in fatigue loading; *Cryogenics*, Vol.28, 1988, 278-280
- 147 OLLEY, R. H.: Selective Etching of Polymeric Materials, *Sci. Prog.*, Oxford 70, 1986, 17-43
- 148 BREINING, A., EHRENSTEIN, G. W., VARGA, J.: Ätzen von Kunststoffen; *Materialprüfung*, 3, 1997, 81-85
- 149 N. N.: Twintex<sup>®</sup>: Thermoplastic Prepregs, Standard Product Range; Produktinformation der Fa. Vetrotex International, Saint-Gobain Company, Frankreich, 1997
- 150 DAVIES, P., ECHALIER, B.: The fibre-matrix interface region in stampable glass fibre-polypropylene composites; *Journal of Materials Science Letters*, 8, 1989, 1241-1243
- 151 DAVIES, P., MÅNSON, J. A., ROULIN, M., KAUSCH, H. H., ECHALIER, B., JACQUEMET, R.: Structure and Properties of a stampable Thermoplastic Composite; *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 4, 1991, 285-298
- 152 BLUNDELL, D. J., CHALMERS, J. M., MACKENZIE, M. W., GASKIN, W. F.: Crystalline Morphology of the Matrix of PEEK-Carbon Fiber Aromatic Polymer Composites; 1. Assessment of Crystallinity; *SAMPE Quaterly*, 16, No. 4, 1985, 22-30
- 153 VU-KHANH, T., FRIKHA, S.: Influence of Processing on Morphology, Interface, and Delamination in PEEK/Carbon Composites; *Journal of Thermoplastic Composites Materials*, 12, 1999, 84-95
- 154 TAN, J. K., KITANO, T., HATAKEYAMA, T.: Crystallisation of carbon fibre reinforced polypropylene; *Journal of Materials Science*, 25, 1990, 3380-3384

- 
- 155 SHIAO, M. L., NAIR, S. V., GARRETT, P. D., POLLARD, R. E.: Effect of glass-fibre reinforcement and annealing on microstructure and mechanical behaviour of nylon 6.6: Part II Mechanical behaviour; *Journal of Materials Science*, 29, 1994, 1739-1752
- 156 KROLLMANN, N.: Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen; in: *Thermische Einsatzgrenzen von Kunststoffen in Verarbeitung und Anwendung*; G. W. Ehrenstein, S. Pongratz, Hrsg., Springer, Berlin, 2000, 35-46
- 157 WADDON, A. J., HILL, M. J., KELLER, A., BLUNDELL, D. J.: On the crystal texture of linear polyaryls (PEEK, PEK, and PPS); *Journal of Materials Science*, 22, 1987, 1773-1784
- 158 FRIEDRICH, K.: Über den Einfluß der Morphologie auf Festigkeit und Bruchvorgänge in Polypropylen; *Kunststoffe* 69, 1979, 796-801
- 159 DOLEŽEL, B.: Die Beständigkeit von Kunststoffen und Gummi; Hrsg: C.-M. von Meysenburg, Carl Hanser Verlag München, 1978, 93-111
- 160 BROCKMANN, W., ROEDER, E.: Über Alterungsvorgänge in Kunststoffen; *GAK* 5, 1982, 265-276 und *GAK* 10, 1982, 570-574
- 161 TREGUB, A., HAREL, H., MAROM, G., MIGLIARESI, C.: The Influence of Thermal History on the Mechanical Properties of Poly(ether ether ketone) Matrix Composite Materials; *Composite Science and Technology*, 48, 1993, 185-190
- 162 SHIAO, M. L., NAIR, S. V., GARRETT, P. D., POLLARD, R. E.: Effect of glass-fibre reinforcement and annealing on microstructure and mechanical behaviour of nylon 6.6: Part I Microstructure and morphology; *Journal of Materials Science*, 29, 1994, 1973-1981
- 163 BENZLER, B.: Mettler Toledo Applikationslabor, persönliche Mitteilung
- 164 ILLERS, K. H.: Die Änderung der Dichte und der Schmelzwärme beim Tempern von 6.6-Polyamid; *Progr. Colloid & Polymer Science*, 58, 1975, 61-76
- 165 ZIEGMANN, G.: Einfluß der Feuchtigkeit auf den Erweichungsbereich von Epoxidharzen; *Kunststoffe*, 74; 1984, 732-735
- 166 DAVIES, P., RANNOU, F., CANTWELL, W.J., POMIES, F., CARLSSON, L.A.: Durability of Composite Materials in a Marine Environment: A Fracture Mechanics Approach; *Proc. Of the 9<sup>th</sup> ICCM*, Madrid 1993, Ed. by A. Miravete, 308-315
- 167 NIEDERSTADT, G.: Konstruktiv berücksichtigen: Einfluß von Feuchtigkeit auf das mechanische Verhalten faserverstärkter Polymere; *Sonderdruck MM Maschinenmarkt*, 19, 1990
- 168 BUCHMANN, A., ISAYEV, A. I.: Water Absorption of Some Thermoplastic Composites; *SAMPE Journal*, 27, 1991, 30-36
- 169 SCHEMME, M., AVONDET, M.A., EHRENSTEIN, G.W.: Faserverbund-Kunststoffe charakterisieren; *Materialprüfung*, Vol.39, 1997, 59-66
- 170 LAWRENCE, W. E., SEFERIS, J. C., GILLESPIE, J. W.: Material response of a Semicrystalline Thermoplastic Polymer and Composite in Relation to Process Cooling History; *Polymer Composites*, 13, 1992, 86-96
- 171 CINQUIN, J., CHABERT, B., CHAUCHARD, J., MOREL, E., TROTIGNON, J.P.: Characterisation of a thermoplastic (polyamide 66) reinforced with unidirectional glass fibres. Matrix additives and fibres surface treatment influence on the mechanical and viscoelastic properties; *Composites*, 21, 1990, 141-147
- 172 MAYER, C., NEITZEL, M.: Acoustic Emission Influence of the Sizing Interphase on the Static and Dynamic Behavior of Advanced Thermoplastic Composites; *Proceedings of*

*ICCM-11*, 1997, IV, 681-690

- 173 KARGER-KOCSIS, J., MOOS, E., CZIGANY, T.: Effects of Interphase and Fibre Content on the Mechanical Behavior of Weft-Knitted Glass Fibre Reinforced Polypropylene; *Advanced Composite Letters*, Vol.6,1997, 31-36
- 174 KEUSCH, S., HAESSLER, R.: Influence of surface treatment of glass fibres on the dynamic mechanical properties of epoxy resin composites; *Composites*, Vol.30 A, 1999, 997-1002
- 175 FRIEDRICH, K., KARGER-KOCSIS, J.: Fractography and Failure Mechanisms of Unfilled and Short Fiber Reinforced Semicrystalline Thermoplastics; in: *Fractography and Failure Mechanisms of Polymers and Composites*, A. C. Roulin-Moloney, Ed., Elsevier London, 1989, 454-481
- 176 TREGUB, A., HAREL, H., MAROM, G.: Thermal treatment effects on the crystallinity and the mechanical behaviour of carbon fibre-poly(ether ether ketone) composites; *Journal of Materials Science Letters*, 13, 1994, 329-331
- 177 D'AMORE, A., CAPRINO, G., NICOLAIS, L., MARINO, G.: Long-term behaviour of PEI and PEI-based composites subjected to physical aging; *Composites Science and Technology*, 59, 1999, 1993-2003
- 178 CANTWELL, W. J., TATO, W., KAUSCH, H. H., JACQUEMET, R.: The Influence of a Fiber-Matrix Coupling Agent on the Properties of a Glass Fiber/Polypropylene GMT; *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 5, 1992, 304-317
- 179 BIERNACKI, K., SZYSKOWSKI, W., YANNAKOPOULOS, S.: An experimental study of large scale model composite materials under thermal fatigue; *Composites Part A*, 30, 1999, 1027-1034
- 180 YOU, L., LONG, S.: Effects of material properties of interfacial layer on stresses in fibrous composites subjected to thermal loading; *Composites Part A*, 29A, 1998, 1185-1192
- 181 HANCOX, N. L.: Thermal effects on polymer matrix composites: Part 1 Thermal cycling; *Materials & Design* 19, 1998, 85-91
- 182 HANCOX, N. L.: Thermal effects on polymer matrix composites: Part 2 Thermal degradation; *Materials & Design*, 19, 1998, 93-97
- 183 SCHAPERLY, R. A.: Thermal Expansion Coefficients of Composite Materials Based on Energy Principles; *Journal of Composite Materials*, 2, 1968, 380-404
- 184 NAIRN, J. A., ZOLLER, P.: Matrix Solidification and the resulting residual thermal stresses in composites; *Journal of Materials Science*, 20, 1985, 355-367
- 185 NAIRN, J. A.: Thermoelastic Analysis of Residual Stresses in Unidirectional, High-Performance Composites; *Polymer Composites*, 6, 1985, 123-130
- 186 NAIRN, J. A., ZOLLER, P.: Residual Thermal Stresses in Semicrystalline Thermoplastic Matrix Composites; *Proceedings of 5<sup>th</sup> ICCM*; Eds: W. C. Harrigan, J. Strife, A. K. Dhingra, 1985, 931-946
- 187 SCHLEDJEWSKI, R., KARGER-KOCSIS, J.: Dynamic Mechanical Analysis of Glass Mat-Reinforced Polypropylene (GMT-PP); *Journal of Composite Materials*, 7, 1994, 270-277
- 188 EDIE, D. D., KENNEDY, J. M., CANO, R. J., ROSS, R. A.: Evaluating surface treatment effects on interfacial bond strength using dynamic mechanic analysis; *ASTM STP 1156*, 1993, 419-429
- 189 KENNEDY, J. M., EDIE, D. D., BANERJEE, A., CANO, R. J.: Characterization of Interfacial

- Bond Strength by Dynamic Analysis; *Journal of Composite Materials*, 26, 1992, 869-882
- 190 HARRIS, B., BRADDELL, O.G, ALMOND, D.P., LEFEBVRE, C., VERBIST, J.: Study of carbon fibre surface treatments by dynamic mechanical analysis; *Journal of Materials Science*, Vol.28, 1993, 3353-3366
- 191 THOMASON, J.L.: Mechanical and thermal properties of long glass fiber reinforced polypropylene, in *Polypropylene: An A-Z Reference*, Edited by J. Karger-Kocsis, Kluwer Publisher, Dordrecht, 1999, 407-414
- 192 SJÖGREN, B. A., BERGLUND, L. A.: The effects of matrix and interface on damage in GRP cross-ply laminates; *Composites Science and Technology*, 60, 2000, 9-21
- 193 SCHULTE, K., MARISSSEN, R.: Influence of artificial pre-stressing during curing of CFRP laminates on interfibre transverse cracking; *Composites Science and Technology* 44, 1992, 361-367
- 194 CARLSSON, L.A., GILLESPIE, J.W.: Mode II Interlaminar Fracture of Graphite/Epoxy and Graphite/PEEK; *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 5, 1986, 170-187
- 195 OCHIAI, S., SCHULTE, K., PETERS, P.W.M.: Strain Concentration Factors for Fibers and Matrix in Unidirectional Composites; *Composites Science and Technology* 41, 1991, 237-256
- 196 HEUTLING, F.: Mikrofraktographie an CFK-Werkstoffen als Instrument zur Charakterisierung von Materialeigenschaften und zur Interpretation von Versagensphänomenen; *Fortschritt-Berichte VDI 5 (Nr.:581)*, VDI-Verlag, 2000
- 197 FRANZ, E. H.: Mikrofraktographie an CFK mit thermoplastischer Matrix (APC-2); *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 28, 1997, 481-499
- 198 LEE, R.J.: Compression strength of aligned carbon fibre-reinforced thermoplastic laminates; *Composites* 18, 1987, 35-39
- 199 NEWAZ, G. M.: Transverse Toughness as a Material Characterization Parameter for Unidirectional Composites; *SAMPE Quarterly*, 1984, 20-26
- 200 WISNOM, M. R.: The effect of fibre misalignment on the compressive strength of unidirectional carbon fibre/epoxy; *Composites* 21, 1990, 403-407
- 201 MAIER, G., VETESNIK, P.: Matrixsteifigkeit bestimmt Druckfestigkeit von Faserverbundwerkstoffen; *Kunststoffe* 7, 1991, 614-616
- 202 HAHN, H.T.: Fatigue Behavior and Life Prediction of Composite Laminates, *Composite Materials: Testing and Design (Fifth Conference)*, ASTM STP 674, S.W. Tsai, Ed., American Society for Testing and Materials, 1979, 383-417
- 203 HASHIN, Z., ROTEM, A.; *Journal of Composite Materials*, 7, 1973, 448-464
- 204 GAMSTEDT, E. .K: Fatigue in composite laminates – A qualitative link from micromechanisms to fatigue performance; in: *Proceedings of Recent Developments in Durability Analysis of Composite Systems*, A. H. Cardon, H. Fukuda, K. L. Reifsnider, G. Verchery, Eds., Balkema, Rotterdam, 2000, 87-100
- 205 SCHULTE, K., REESE, E., CHOU, T. W.: Fatigue Behaviour and Damage Development in Woven Fabric and Hybrid Fabric Composites, in: *Proceedings ICCM-VI/ECCM-2*, London, 1987, 4.89-4.99
- 206 JAMISON, R. D., SCHULTE, K., REIFSNIDER, K. L., STINCHCOMB, W. W.: Characterization and Analysis of Damage Mechanisms in Tension-Tension Fatigue of Graphite/Epoxy Laminates; *Effects of Defects in Composite Materials*, ASTM STP 836, American Socie-

ty for Testing and Materials, 1984, 21-55

- 207 LAFARIE-FRENOT, M. C., HENAFF-GARDIN, C.: Formation and Growth of 90° Ply Fatigue Cracks in Carbon/Epoxy Laminates; Composites Science and Technology 40, 1991, 307-324
- 208 FIEDLER, B.: Mikromechanische Betrachtung der Lasteinleitung und Lastübertragung in Faserverstärkten Polymeren; Dissertation TU-Hamburg-Harburg, 1998

**Lebenslauf****Persönliche Daten:**

Geburtsdatum: 26.09.69  
Geburtsort: Nürnberg

**Ausbildung:**

- 09/76-06/89 Grundschule in Nürnberg und Gymnasium in Fürth, *Abitur*
- 10/90-11/96 Studium Fertigungstechnik, FAU Erlangen/Nürnberg  
Schwerpunkte: Kunststofftechnik und Fertigungstechnik  
Abschluß *Dipl.-Ing. Fertigungstechnik*
- 04/96-11/96 Diplomarbeit zusammen mit der Daimler-Benz AG Forschung und Technik  
in Ottobrunn. Thema: „Interlaminare Ermüdungsrißausbreitung in CFK“

**Berufspraxis:**

- 01/97-12/98 Volkswagen AG, Zentrallabor Polymere und Betriebsstoffe  
Doktorand
- 01/99-03/01 Volkswagen AG, Zentrallabor Polymere und Betriebsstoffe  
Laboringenieur
- Seit 04/01 Volkswagen Autoeuropa Portugal, Qualitätssicherung Kaufteile  
Laborleiter







