

**Mikromechanische Untersuchungen an Epoxidharz-Glasfaser-  
Verbundwerkstoffen  
unter zyklischer Wechselbelastung**

Dissertation  
zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktor-Ingenieur

vorgelegt  
der Fakultät Maschinenwesen  
der Technischen Universität Dresden

von  
Dipl.-Ing. Jan Pristavok  
geboren am 13.07.1977 in Bratislava

Vorsitzender:	Prof. Dr.-Ing. habil. Hufenbach Werner
Referent:	Prof. Dr. rer. nat. habil. Lunkwitz Klaus Prof. Dr.-Ing. Bernd Kieback Prof. Dr.-Ing. Bledzki Andrzej

Eingereicht am:	05. April 2005
Tag der Verteidigung:	31. August 2006

## **Danksagung**

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Polymerforschung Dresden e.V. in den Jahren 2001-2004.

Angeregt wurde diese Arbeit durch den Abteilungsleiter für Verstärkte Kunststoffe am IPF, Frau. Dr. habil. Edith Mäder, der ich für die Betreuung, ihrer steten Unterstützung und die aus zahlreichen Diskussionen resultierenden Hinweise, sowie für die Einführung in das Fachgebiet, meinen besonderen Dank ausspreche.

Mein Dank gilt ebenfalls meinem Hochschullehrer, dem damaligen Teilinstitutsleiter für Polymerwerkstoffe, Herrn Professor Dr. -Ing. Klaus Lunkwitz für seine wertvollen Diskussionen und hilfreiche Hinweise.

Insbesondere gilt mein Dank Dr. Wolfgang Jenschke, Dr. Hanna Brodowsky und Dr. Rüdiger Häßler für die konstruktive Unterstützung, die fachlichen Hinweise und ihre Bereitschaft zur eingehenden Diskussion, die in erheblichem Maß zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Den Mitarbeitern des Institutes für Polymerforschung danke ich für ihre gute Zusammenarbeit und Unterstützung. Besonders möchte ich mich bei den Hilfsassistenten für ihre Einsatzbereitschaft bei der Versuchsdurchführung und für die Anfertigung von Proben (Zeichnungen) bedanken.

Die Untersuchungen zu dieser Arbeit wurden von der Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert. Den zahlreichen nichtgenannten Firmen und Personen, die zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben, sei mein besonderer Dank ausgesprochen.

## **Versicherung**

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Polymerforschung Dresden e.V. unter der wissenschaftlichen Betreuung von Herrn Professor Dr. K. Lunkwitz und Frau Dr. habil. E. Mäder angefertigt.

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht. Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Dresden, April 2005

Jan Pristavok

## Inhaltverzeichnis

Inhaltverzeichnis.....	1
Abbildungsverzeichnis.....	4
Tabellenverzeichnis.....	7
<b>1 Einleitung und Zielstellung.....</b>	<b>8</b>
1.1 Einleitung.....	8
1.2 Zielstellung.....	9
<b>2 Grundlegende Betrachtungen zu Grenzschichten und zu mikromechanischen Methoden zur Untersuchung von Verbundwerkstoffen.....</b>	<b>11</b>
2.1 Grenzschichten.....	12
2.2 Quasistatische mikromechanische Messmethoden.....	13
2.2.1 „Pull – out“ Test (Einzelfaserauszugs-Test).....	15
2.2.2 Kraft-Verschiebungs-Kurven beim „Pull-out“ Test.....	16
2.2.3 „Push-out“ Test.....	17
2.2.4 Weitere mikromechanische Testmethoden.....	19
2.3 Dynamische Messmethoden.....	20
<b>3 Zyklische mikromechanische Untersuchung von Verbundwerkstoffen.....</b>	<b>22</b>
3.1 Untersuchungsmaterialien.....	22
3.1.1 Glasfaser.....	22
3.1.2 Schichten.....	23
3.1.3 Epoxidharz.....	25
3.1.4 Herstellung der Einzelfaser-Modellverbunde.....	26
3.2 Hysteresemessverfahren.....	28
3.2.1 Einleitung.....	28
3.2.2 Versuchsanordnung des Hysteresemessplatzes.....	29
3.2.2.1 Langsame Hysteresemessung.....	31
3.2.2.2 Dynamische Hysteresemessung, Dauerbelastung.....	34
3.2.3 Steifigkeitsveränderung.....	38
3.2.4 Ausgewählte Belastungsverläufe beim Hysteresemessverfahren.....	39
3.2.4.1 Einstufenversuch.....	39
3.2.4.2 Laststeigerungsversuch.....	39
3.3 Messwerterfassung und Fehlerbetrachtung.....	41

3.4	Temperatureinfluss.....	42
3.5	Faserfixierung.....	44
3.6	Nachweis der Sicherheit gegenüber Knickung der freien Glasfaser.....	45
3.7	Bestimmung der wahren Faser-Matrix-Verschiebung.....	46
3.7.1	Vorgehensweise.....	49
3.7.2	Ergebnisse aus der mikroskopischen Ermittlung der Faser-Matrix-Verschiebung.....	51
3.8	Reibungseinfluss.....	52
3.9	Mikroskopische Untersuchung.....	56
3.9.1	Auflichtmikroskop.....	56
3.9.2	Oberflächencharakterisierung mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM).....	56
<b>4</b>	<b>Auswertung der Ergebnisse der zyklischen mikromechanischen Untersuchungen.....</b>	<b>59</b>
4.1	Hysteresemessverfahren.....	59
4.1.1	Langsamer Einstufenversuch.....	59
4.1.2	Dynamischer Einstufenversuch.....	65
4.1.2.1	Bewertung der Ergebnisse, ermittelt aus dem dynamischen Einstufenversuch.....	65
4.1.2.2	Streuung der Kennwerte beim dynamischen Einstufenversuch.....	71
4.1.2.3	Modell zum Ermüdungsverhalten bei zyklischer Belastung.....	75
4.1.3	Laststeigerungsversuch.....	76
4.2	Ergebnisse aus der rasterkraftmikroskopischen Untersuchung (AFM).....	83
4.3	Bewertung der Versuchsergebnisse, ermittelt aus dem Hysteresemessverfahren.....	85
<b>5</b>	<b>Vergleichende Betrachtung der mikromechanischen Untersuchungen mit mechanischen Werkstofftests.....</b>	<b>87</b>
5.1	Statischer Zugversuch an unidirektionalen Verbunden.....	87
5.1.1	Statischer Zugversuch/ Prüfmethode.....	87
5.1.2	Ergebnisse aus statischem Zugversuch.....	88
5.2	Zyklische Wechselbelastung an Unidirektionalverbunden.....	89
5.2.1	Prüfmethode (Einstufenversuch).....	89
5.2.2	Ergebnisse aus Zugversuch bei zyklischer Wechselbelastung.....	90
5.3	Vergleich der Ergebnisse aus Hysteresemessverfahren und Zugversuchen (makromechanisch).....	93

5.4 Vergleich der Ergebnisse aus mikromechanischen Versuchen und dem Querzugversuch .....	96
<b>6 Zusammenfassung</b> .....	98
<b>7 Literaturverzeichnis</b> .....	101
<b>Anhang</b> .....	109
A Berechnungsmodell.....	109
A.1 Randbedingungen.....	110
A.2 Effektiver Matrixradius.....	111
A.3 Berechnungsgrundlagen.....	114

## Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Mikromechanische Messmethoden mit direkter Einleitung der äußeren Last auf die Faser: a) Pull-out Test, b) Microbond Test, c) Three-fiber Test und d) Push-out Test.....	14
Abb. 2: Mikromechanische Messmethoden mit direkter Einleitung der äußeren Last in die Matrix: a) „Fragmentation Test“, b) „Broutman Test“.....	14
Abb. 3: Schematischer Kraft-Verschiebungs-Verlauf und Risslänge-Verschiebungs-Verlauf eines Einzelfaserauszugsversuchs.....	15
Abb. 4: Schematische Darstellung vier typischer Einzelfaserauszugskurven.....	17
Abb. 5: Schematischer Kraft-Verschiebungs-Verlauf für den „Push-out“ Test.....	18
Abb. 6: Schematischer Aufbau des „micro-indenter push-through“ Test.....	19
Abb. 7: Darstellung der Probe für den „single fiber pull-out from a microcomposite“ Test.....	20
Abb. 8: Silanisierung der Glasfaseroberfläche.....	24
Abb. 9: Kraft-Verschiebungs-Diagramm für Epoxidharz-Proben.....	26
Abb. 10: a) Einzelfaser-Modellverbund für die Hysteresemessung, b) Konfiguration der Faser in der Matrix beim Einzelfaser-Modellverbund.....	27
Abb. 11: Gerätetechnischer Aufbau des Hysteresemessplatzes.....	29
Abb. 12: Darstellung und Kennwertermittlung aus einer Hystereseschleife.....	32
Abb. 13: Sinusförmige Beanspruchung bei dem Dauerbelastungstest (dynamische Messung) und daraus resultierende Hystereseschleife (rechts).....	35
Abb. 14: Beziehung zwischen dem Speichermodul $M'$ , dem Verlustmodul $M''$ , dem Phasenwinkel $\delta$ und dem Betrag des komplexen Moduls $ E $ .....	37
Abb. 15: Veränderung der Hystereseschleife eines Verbundes aus PVAc-geschichteter Glasfaser und Epoxidharzmatrix bei einer zyklischen Belastung nach 100 Schwingspielen.....	38
Abb. 16: Einstufen-(Wöhler)versuch.....	39
Abb. 17: Laststeigerungsversuch.....	40
Abb. 18: Darstellung der Abmaße der Bauteile der Messapparatur mit Angabe des Werkstoffes.....	43
Abb. 19: Modelldarstellung des befestigten Einzelfaser-Modellverbunds.....	45

Abb. 20: Gerätetechnischer Aufbau der Hysteresemessanlage, gekoppelt mit dem Long-Distance-Microscope.....	47
Abb. 21: a) Modelldarstellung des Faser-Matrix-Überganges mit Goldpartikel (gelb), b) Kameraaufnahme des Faser-Matrix-Überganges mit Goldpartikel (blau).....	48
Abb. 22: Darstellung der Verschiebung der Goldpartikel 1) nach einer Verschiebung des Piezotranslators am Anfang der Messung, 2) nach 90 Sekunden (entspricht einer Verschiebung des Piezotranslators von 4,5 $\mu$ m und einer realen Verschiebung von 0,55 $\mu$ m), 3) nach 180 Sekunden (entspricht einer Verschiebung des Piezotranslators von 9 $\mu$ m und einer realen Verschiebung von 2,3 $\mu$ m), 4) nach 5 Minuten (herausgezogene Faser aus der Matrix).....	50
Abb. 23: Kraft-Verschiebungs-Kurven für ausgewählte Einzelfaser-Modellverbunde der realen Faser-Matrix-Verschiebung, ermittelt anhand mikroskopischer Messung a) im Vergleich zur vorgegebenen Verschiebung des Piezotranslators b).....	51
Abb. 24: Ergebnisse aus der Pull-out Messung für untersuchte Einzelfaser-Modellverbunde.....	53
Abb. 25: Reibungseffekt und Gleitreibungskräfte bei PVAc-Probe.....	53
Abb. 26: Haft- und Gleitreibungskräfte bei PVAc-Probe.....	54
Abb. 27: Veränderung der Hystereseschleife im dynamischen Einstufenversuch für Einzelfaser-Modellverbund mit PVAc-geschlichteter Glasfaser in Epoxidharzmatrix.....	55
Abb. 28: Messung des Durchmessers und der Einbettlänge der Glasfaser nach dem Herausziehen der Faser aus der Matrix.....	56
Abb. 29: Prinzip der Detektion der Auslenkung des Cantilevers.....	57
Abb. 30: Veränderung der Hystereseschleife im langsamen Einstufenversuch für Einzelfaser-Modellverbunde mit a) ungeschlichteten, b) PVAc-, c) APSEP-, d) APSPU- e) APS-geschlichteten Glasfasern in Epoxidharzmatrix.....	60
Abb. 31: Verlauf der Steifigkeit bei der quasi-statischen Hysteresemessung im Einstufen-(Wöhler)versuch.....	61
Abb. 32: Verlauf der scheinbaren Scherfestigkeit bei der quasi-statischen Hysteresemessung im Einstufen-(Wöhler)versuch.....	61
Abb. 33: Vergleich der Kraft-Verschiebungs-Kurven für ungeschlichtete und $\gamma$ APS-geschlichtete Probe.....	62
Abb. 34: Verlauf der Dämpfung, ermittelt aus der langsamen Hysteresemessung beim Einstufenversuch.....	63

Abb. 35: Verlauf der Speicherarbeit aus dem quasi-statischen Hysteresemessverfahren beim Einstufen-(Wöhler)versuch.....	64
Abb. 36: Verlauf der Verlustarbeit aus dem quasi-statischen Hysteresemessverfahren beim Einstufen-(Wöhler)versuch.....	64
Abb. 37: Zeitliche Veränderung der a) scheinbaren Scherfestigkeit, b) des E-Moduls und c) der Steifigkeit für ausgewählte Einzelfaser-Modellverbunde, ermittelt anhand des dynamischem Hysteresemessverfahrens.....	66
Abb. 38: Zeitliche Veränderung der Verlustarbeit aus dem dynamischen Hysteresemessverfahren (repräsentative Proben).....	67
Abb. 39: Veränderung der Hystereseschleifen im dynamischen Einstufenversuch für Einzelfaser-Modellverbunde mit a) ungeschlichteten, b) PVAc-, c) APSEP-, d) APSPU- e) APS-geschlichteten Glasfasern in Epoxidharzmatrix.....	68
Abb. 40: Darstellung einzelner Versuche für Einzelfaser-Modellverbunde zur Abhängigkeit der scheinbaren Scherfestigkeit von der Schwingenzahl.....	74
Abb. 41: Darstellung der drei möglichen Bereiche in der Grenzschichtumgebung während des Versagens der Faser-Matrix-Verbindung.....	76
Abb. 42: Veränderung des E-Moduls beim Laststeigerungsversuch, ermittelt anhand des Hysteresemessverfahrens.....	77
Abb. 43: Verlauf der Hysterese Kennwerte für a) Verlustarbeit, b) Speicherarbeit) und c) Dämpfung auf dem quasi-schädigungsfreien Verschiebungsniveau (2 $\mu$ m).....	79
Abb. 44: Veränderung der Hystereseschleife für PVAc-Probe beim Laststeigerungsversuch bei 2 $\mu$ m nach: 1. 2 $\mu$ m, 2. 2,5 $\mu$ m, 3. 3 $\mu$ m, 4. 3,5 $\mu$ m, 5. 4 $\mu$ m.....	80
Abb. 45: Modellvorstellung zur Rissentwicklung und damit verbundenem Verlauf der Dämpfung an der Grenzschicht des Einzelfaser-Modellverbundes beim Laststeigerungsversuch.....	82
Abb. 46: Vergleich der mittleren a) und maximalen b) Rauheiten vor (grau) und nach (schwarz) der zyklischen Belastung an verschiedenen oberflächenbehandelten Glasfasern.....	83
Abb. 47: AFM–Aufnahmen geschlichteter Glasfaseroberflächen im Ausgangszustand (linke Spalte) und nach der dynamischen Hysteresemessung (rechte Spalte). Topographieaufnahmen erstellt im Tapping Mode in der Reihenfolge: APS, APS/EP, APS/PU, PVAc, ungeschlichtet.....	84
Abb. 48: Prüfkörper (unidirektionaler Verbundwerkstoff) mit unterschiedlich geschichteten Glasfasern in axialer Richtung für statische und dynamische Untersuchung. (Oben) nach der Messung, (unten) Anfangsstadium.....	87

Abb. 49: Statische Universalprüfmaschine TIRA test 2300 im Institut für Polymerforschung Dresden e.V.....	88
Abb. 50: Servohydraulische Prüfmaschine 810 MTS für dynamische Zugversuche am Institut für Polymerforschung Dresden e.V.....	90
Abb. 51: Veränderung der Hystereseschleife bei zyklischer Wechselbelastung für unidirektionalen Verbund aus Epoxidharz mit a) ungeschlichteten, b) PVAc-, c) APS/EP-, d) APS/PU- e) APS-geschlichteten Glasfasern.....	91
Abb. 52: Veränderung der maximalen Spannung in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl für einen Unidirektionalverbund aus Epoxidharz und verschieden geschlichteten Glasfasern.....	92
Abb. 53: Vergleich der Ergebnisse aus unterschiedlichen mikro- und makromechanischen Messmethoden.....	97

### **Tabellenverzeichnis**

Tab. 1: Eigenschaften der Glasfasern.....	22
Tab. 2: Übersicht der verwendeten Fasertypen und Schlichtebestandteile.....	25
Tab. 3: Eigenschaften des Systems L20-SL (Normalklima).....	25
Tab. 4: Temperaturregime für Einzelfaser-Modellverbunde mit Epoxidharz.....	27
Tab. 5: Technische Daten.....	43
Tab. 6: Übersicht der Mittelwerte für Einbettlänge und Durchmesser bei den verwendeten Glasfasern.....	70
Tab. 7: Ergebnisse der aus dem dynamischen Hysteresemessverfahren für das hunderste und 100 000-ste Schwingenspiel bestimmten Kennwerte mit Angabe der Standardabweichung und Darstellung der prozentuellen Eigenschaftsveränderung für E-Modul, Scheinbare Scherfestigkeit und die Steifigkeit.....	72
Tab. 8: Ermittlung der Belastungsamplitude anhand des Pull-Out Tests.....	75
Tab. 9: Ergebnisse aus dem statischen Zugversuch der unidirektionalen Epoxidharzverbunde mit unterschiedlich geschlichteten Glasfasern in axialer Richtung.....	88
Tab. 10: Maximal erreichte Lastwechselzahlen für unterschiedlich geschlichtete Glasfasern.....	92
Tab. 11: Überblick der erreichten Ergebnisse anhand der mikro- und makromechanischen Prüfmethode.....	94

## 1. Einleitung und Zielstellung

### 1.1 Einleitung

Die ständig steigenden Anforderungen an die Qualität und Leistungsfähigkeit von Maschinen und Produkten erfordern die Entwicklung immer leistungsfähigerer Werkstoffe mit speziellen, anwendungsgerechten Eigenschaften. In einigen Einsatzgebieten wie der Luft- und Raumfahrtindustrie ist es sogar unmöglich, angestrebte Konstruktionsparameter mit traditionellen Werkstoffen wie Metall oder Keramik zu erreichen. Hier gewinnen faserverstärkte Verbundwerkstoffe zunehmend an Bedeutung. Sie gewährleisten eine Beibehaltung bzw. Erhöhung der Belastbarkeit (Zugfestigkeit, Scherfestigkeit, Schlag- oder Bruchzähigkeit) bei der Reduktion des Gewichts wichtiger Teile.

Bei Verbundwerkstoffen ist eine gute Verbindung zwischen den Fasern und der Matrix die Voraussetzung für gute Verbundeigenschaften. Die Matrix wird durch die Fasern nur dann verstärkt, wenn zwischen den Verbundkomponenten eine Kraftübertragung gewährleistet wird. Um diese Kraftübertragung hinsichtlich der praktischen Anwendbarkeit (hohe Festigkeit, Dämpfungseigenschaften, hydrothermische Beständigkeit) zu sichern, ist es erforderlich, dass durch Oberflächenmodifizierung der Fasern eine Grenzschicht mit geeigneten Eigenschaften gebildet wird, die eine gute Haftung und damit Kraftübertragung zwischen Fasern und Matrix ermöglicht.

In der Literatur wird die sich ausbildende Grenzschicht zwischen Fasern und Matrix unter verschiedenen Gesichtspunkten betrachtet. Frühere Arbeiten definieren diesen Bereich zwischen Faser und Matrix lediglich als zweidimensionale Kontaktfläche (Interface) [1-4]. Neuere Untersuchungen zeigen jedoch, dass bei den Verbundwerkstoffen ein dreidimensionaler Bereich zwischen der Matrix und der Faser betrachtet werden muss (Interphase) [5-6]. Die Dicke dieser Grenzschicht kann je nach den beteiligten Stoffsystemen von einigen Nanometern bis zu einigen Mikrometern betragen [7]. Die Ursache für die Ausbildung der unterschiedlichen Dimensionen des Grenzschichtbereiches beruht auf verschiedenen Effekten, z.B. Physisorption oder Chemisorption der Matrix an der Faseroberfläche, Schrumpfspannungen aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten, Wasserabsorption in Fasernähe, Einschränkungen der

Ketten- und Segmentmobilität von polymeren Matrices aufgrund der Konformationsbeschränkungen in Oberflächennähe der Faser, Ausbildung transkristalliner Zonen etc.

## 1.2 Zielstellung

Ziel der vorliegenden Untersuchung ist, anhand einer mikromechanischen Untersuchung der Einzelfaser-Modellverbunde eine umfangreiche Untersuchung des durch die Oberflächenmodifizierung der Faser bewirkten Einflusses auf die mechanischen Eigenschaften im Grenzschichtbereich durchzuführen. Bei dieser Charakterisierung im Grenzschichtbereich werden Messmethoden angewendet, bei denen die Grenzschicht vorwiegend beansprucht wird und sie somit einen dominanten Einfluss auf die Eigenschaften des Faser-Matrix-Verbundes ausübt. Um eine Korrelation der makromechanischen Untersuchungen mit den mikromechanischen Versuchsergebnissen bei zyklischer Wechselbelastung zu gewährleisten, wird für die makromechanische Untersuchung der Zugversuch an unidirektionalen Verbundwerkstoffen in Längsrichtung angewendet.

Zur Erfassung der mikromechanischen Eigenschaften im Grenzschichtbereich von Einzelfaser-Modellverbunden und deren Veränderung bei zyklischer Beanspruchung wurde am IPF Dresden e.V. ein auf der Analyse der Hystereseschleife beruhendes elektronisches Mess- und Auswerteverfahren entwickelt [8]. Die numerische Auswertung der in digitaler Form erfassten Hystereseschleifen ermöglicht es, sowohl die Verformungs- und Spannungswerte als auch Arbeitsgrößen (Verlust-, Speicherarbeit) aus der Hystereseschleife zu ermitteln und dadurch den positiven oder negativen Einfluss der Schlichte auf die mikromechanischen Eigenschaften des Einzelfaser-Modellverbundes, beziehungsweise auf die Haftung zwischen Faser und Matrix zu erkennen. Hierzu wurden zerstörungsfreie Messungen bis zur zerstörenden Untersuchungen an Einzelfaser-Modellverbunden durchgeführt.

Zum Erreichen aussagekräftiger Informationen über die mechanischen Eigenschaften im Grenzschichtbereich sollen folgende Schwerpunkte betrachtet werden:

- a, In dieser Arbeit soll die Hysteresemessung bezüglich der Messwerterfassung und Auswertung verbessert und erweitert und dadurch die Messgenauigkeit und Anwendbarkeit verbessert werden.

Das Prinzip des Hysteresemessverfahrens besteht darin, einen für den realen Werkstoff repräsentativen Einzelfaser-Modellverbund zyklisch zu belasten. Bei diesen Einzelfaser-Modellverbunden werden die Eigenschaften der Glasfaseroberfläche so variiert, dass neben praxisrelevanten Schichten grundlegende Modellfälle konzipiert werden.

- b, Neben den mikromechanischen Versuchen an Einzelfaser-Modellverbunden, welche der Bestimmung der Entstehung und der Fortpflanzung des Risses und als Folge dessen des Versagens des Einzelfaser-Modellverbundes im Grenzschichtbereich dienen, sollen Aussagen über das Ermüdungsverhalten (zyklische Belastung) der Grenzschicht getroffen werden. Dabei sollen die an der Grenzschicht auftretenden energiedissipativen Mechanismen genutzt werden. Anhand der Ergebnisse aus der Hysteresemessung sollen Aussagen über das Grenzflächenversagen getroffen werden.
- c, Es soll beurteilt werden, inwieweit die zyklische Belastung von Einzelfaser-Modellverbunden zur Vorhersage des Ermüdungsverhaltens für Verbunde praxisrelevante Ergebnisse liefern. Die Beantwortung der Frage, welches Schädigungsverhalten ausgewählte Werkstoffkombinationen bei dynamischer Belastung zeigen, wird angestrebt. Die Untersuchung der Zusammenhänge, welche zwischen den Oberflächencharakteristiken der Haftpartner und den Eigenschaften (Festigkeit, Dämpfung, E-Modul) der Einzelfaser-Modellverbunde herrschen und wie durch die Oberflächenbehandlung die Leistungsfähigkeit makroskopischer Verbunde beeinflusst wird und in welcher Weise die mikromechanischen Charakteristiken (Scherfestigkeit, Steifigkeit, Dämpfung, E-Modul) bei Einzelfaser-Modellverbunden zum Aufdecken der Beziehung zu den Eigenschaften an realen Prüfkörpern herangezogen werden können, ist ein wichtiger Punkt dieser Arbeit. Bei Aufklärung dieser Frage könnten anhand von Hysteresemessungen Aussagen in Bezug auf die makromechanischen Eigenschaften getroffen werden.

## **2. Grundlegende Betrachtungen zu Grenzschichten und zu mikromechanischen Methoden zur Untersuchung von Verbundwerkstoffen**

Es gibt eine große Anzahl von Ansätzen zur Beschreibung und Abschätzung des mechanischen Verhaltens von Faser/Matrix-Verbunden. Sehr oft wird in der Industrie eine Herangehensweise bei dem Einsatz der Bauteile angewendet, bei der die Frage gestellt wird, wie lange das Bauteil z.B. definierte mechanische oder thermische Beanspruchungen unter bestimmten Bedingungen erfüllt, anders formuliert, wann das Bauteil versagt. Anhand dieser Herangehensweise können die mechanischen Grenzeigenschaften des Bauteils (Verbundwerkstoffes) ermittelt werden. Bei dieser kritischen Belastung wird der Verbundwerkstoff zunächst als ideal intakt betrachtet und es wird die Frage gestellt, welche Außenbedingungen die physikalische Integrität zu zerstören beginnen, wobei das Erreichen und das Überschreiten des kritischen Bereichs des Verbundwerkstoffes als zwei separate Zustände definiert werden. In der Literatur wird dieses Herangehen oft als Kräfte-Balance-Ansatz bezeichnet, der auch bei der Shear-Lag-Theorie [4] oder in den Arbeiten von Kelly und Tyson benutzt wird [9, 10]. Dies ist für viele mikromechanische Tests wie z.B. Fragmentationstest, Einzelfaserauszugstest etc. zutreffend. Bei der kritischen Belastung ist von Interesse, welche Widerstandsfähigkeit der Verbundwerkstoff an der schwächsten Stelle einer fortschreitenden Zerstörung entgegensetzen kann. Hierbei wird der Verbundwerkstoff im allgemeinen als bereits vorgeschädigt und mechanisch inhomogen angenommen. Diese Betrachtungsweise wird zumeist als Bruchmechanik<sup>1</sup> –oder Energie-Bilanz-Ansatz bezeichnet. In Anbetracht der Aufgabestellung dieser Arbeit ist es von Interesse, den Verbundwerkstoff theoretisch intakt zu lassen und die mechanischen Eigenschaften zunächst unterhalb der kritischen Belastung zu bestimmen, d.h. bei dem Verbundwerkstoff zunächst (quasi von innen) die strukturellen Abhängigkeiten bei einer subkritischen Belastung zu erforschen. In der Praxis ist oft relevant, wie sich eine wiederholt auftretende kleine (subkritische) Belastung auf die Stabilität des Bauteils auswirkt. Deswegen werden häufig dynamische Prüfungen insbesondere bei zyklischer Belastung durchgeführt.

Für die Darstellung der weiteren Arbeiten und Betrachtungen wird die obige

---

<sup>1</sup> Eine allgemeine Einführung in die anwendungsorientierte Bruchmechanik ist bei Blumenauer und Pusch [11] bzw. theoretischer beschrieben bei Cox [12] zu finden.

Unterteilung verwendet, wobei überwiegend die Erforschung der Eigenschaften bei einer subkritischen Belastung berücksichtigt wird.

## 2.1 Grenzschichten

Die Materialeigenschaften von Faserverbunden werden neben den Eigenschaften der Verstärkungsfasern und der polymeren Matrix maßgeblich von der Faser/Matrix-Grenzschicht beeinflusst [6, 13-15]. Eine umfassende Kenntnis dieser Grenzschicht und die Fähigkeit der zielgerichteten Entwicklung von Grenzschichten bestimmter Struktur und Eigenschaften sind die Voraussetzung der Entwicklung von Verbunden mit maßgeschneiderten Werkstoffeigenschaften für entsprechende spezielle Anwendungen.

Erste Arbeiten zur Modellierung von Faser-Matrix-Verbunden betrachten die Verbindung zwischen Faser und Matrix vorwiegend als eine Kontaktfläche (Interface) [4]. Auch in den späteren Arbeiten wurde oft die Tatsache der verschiedenen Eigenschaften der Matrix in fasernahen Bereichen vernachlässigt und nur vereinfacht perfekte Verbindung zwischen Faser und Matrix angenommen [1-3]. In neueren Arbeiten wurde von dieser zweidimensionalen Kontaktfläche auf eine dreidimensionale Kontaktregion (Interphase) zwischen den zwei homogenen Stoffphasen übergegangen. Die Existenz einer dritten Phase wurde zuerst in der Literatur beschrieben [16-18]. Zum Beispiel im Theocarischen Mesophasen-Konzept<sup>2</sup> werden Abweichungen von der linearen Mischungsregel für zweiphasige Systeme<sup>3</sup> bestimmte Eigenschaften der Existenz der Interphase zugeschrieben [16]. Bei der Anwendung einer subkritischen Belastung vermutet Lipatov [17] die Existenz einer dritten Phase. Er geht von der Annahme aus, dass sich die physikalischen Eigenschaften von Verbundwerkstoffen nicht additiv aus den reinen Komponenten zusammensetzen lassen. Es kommt eine Wechselwirkung zwischen diesen beiden Komponenten zustande, die zu der Ausbildung der dritten eigenschaftsmäßig unterschiedlichen Schicht führt. Papanicolaou [18] ist auch zum Schluss gekommen, dass es eine dritte Phase gibt: „The composite may be considered as consisting of

---

<sup>2</sup> Mesophase ist eine andere Bezeichnung für Interphase

<sup>3</sup> Die als lineare Mischungsregel bekannte Relation  $E_C = E_f v_f + E_m v_m$  (Der Modul des Verbundes ist gleich der Summe der volumengewichteten Moduli der Faser und der Matrix) ist eine Näherung für den Fall konstanter Dehnungen im Verbund und spiegelt die wahren Verhältnisse im realen Verbund jedoch nur angenähert wieder (vgl. dazu Hancox [19], Theocaridis und Varias [20]).

three phases, that is the two actual phases and a third one“. In neueren Untersuchungen konnte die Existenz der Grenzschicht mit verschiedenen Techniken nachgewiesen werden [6, 7, 21-24].

Im Falle duroplastischer Matrices erfolgt die Bildung der Grenzschicht auf Grund der physikalischen und chemischen Wechselwirkungen mit der Faseroberfläche, die zu einer Abnahme der Entropie führen. Die Moleküle richten sich entsprechend der Lage der reaktiven Gruppe im Molekül relativ zur Oberfläche aus. Dies bedeutet eine Reduzierung der Freiheitsgrade bei der weiteren Aushärtung, die im Vergleich zu der entfernteren Matrix unterschiedlich werden können [5].

Bei Thermoplasten kann die Oberfläche selbst keiminduzierend wirken, die zu transkristallinen Zonen um die Faser führen kann. So wird eine Grenzschicht geschaffen, die unterschiedliche Eigenschaften gegenüber der Faser und der entfernteren Matrix besitzt [6].

Die Untersuchungen der vorliegenden Arbeit stützen sich prinzipiell auf die Existenz der Grenzschicht. Die Grenzschicht wird neben der Faser und der Matrix als eigenständiger Bereich um die Faser definiert, die sich in ihren strukturellen und physikalischen Eigenschaften von der entfernt liegenderen Matrix unterscheidet. Die Grenzschicht wird von der Faser scharf abgegrenzt und in der Matrix zeigt sie je nach Zusammensetzung einen kontinuierlichen Übergang.

## **2.2 Quasistatische mikromechanische Messmethoden**

Es gibt eine Reihe von experimentellen Messverfahren, die Aussagen über die Faser-Matrix-Haftung für verschiedene Faser/Matrix-Kombinationen (Einzelfaser-Modelverbunde) zulassen. Es handelt sich um zerstörende Messmethoden. Sie unterscheiden sich durch den Spannungszustand entlang der eingebetteten Faser unter äußeren Lasteinwirkung während des Versuches, und dementsprechend ist auch der Versagensmechanismus unterschiedlich. Diese Messverfahren können in zwei Gruppen unterteilt werden. In der ersten Gruppe (Abb. 1) sind der „Single Fibre Pull-out Test“ [25] (a) und der „Push-out Test“ [26, 27] (d). Der „Single Fibre Pull-out Test“ kann verschiedenen Modifikationen haben z.B. „Microbond Test“ [28] (b) und „Three-Fiber Test“ [29] (c). Bei diesen Messmethoden wird die äußere Last direkt auf die Faser eingeleitet. Zur zweiten Gruppe (Abb. 2) gehören der „Fragmentation Test“ [9] (a) und der „Broutman Test“ [30] (b). Bei diesen Messverfahren wird die äußere

Last direkt in die Matrix eingeleitet.

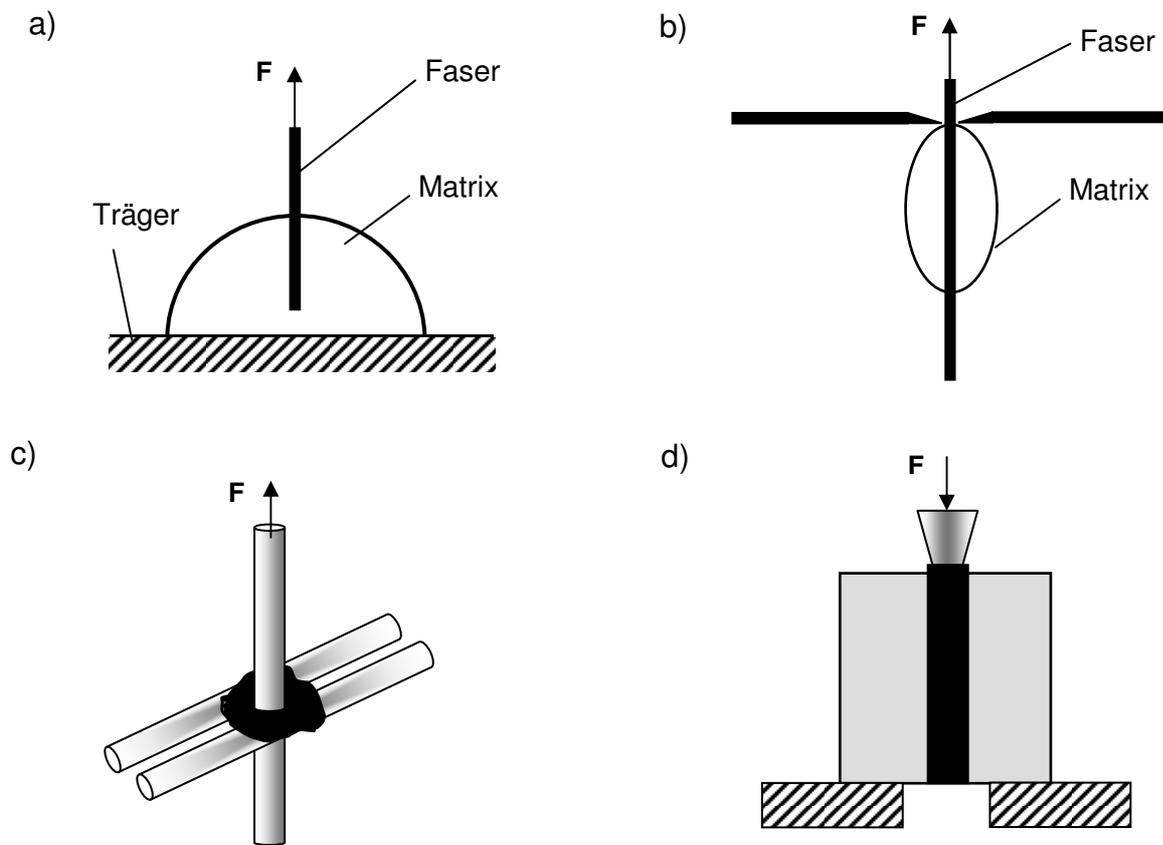


Abb. 1: Mikromechanische Messmethoden mit direkter Einleitung der äußeren Last auf die Faser: a) Pull-out Test, b) Microbond Test, c) Three-fiber Test und d) Push-out Test.

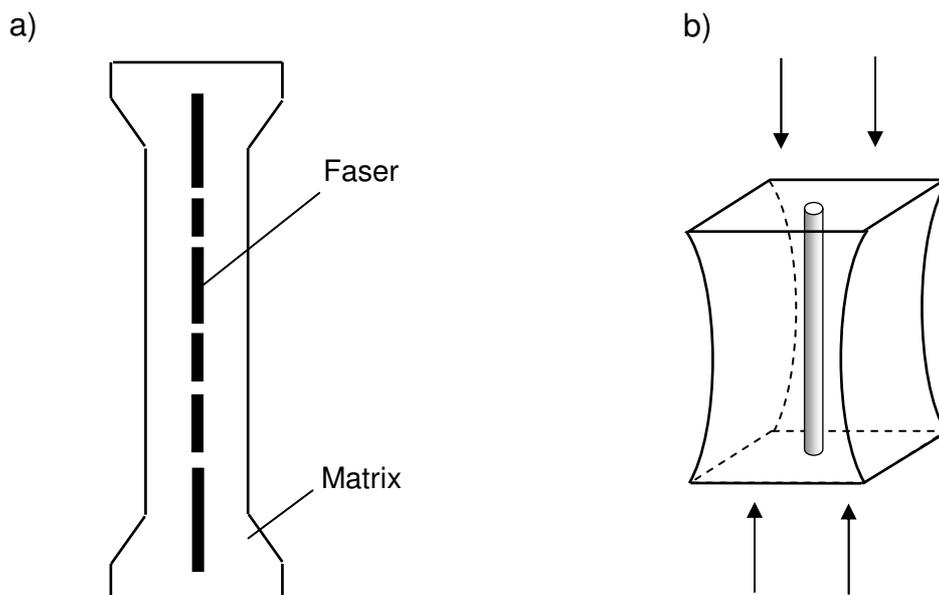


Abb. 2: Mikromechanische Messmethoden mit direkter Einleitung der äußeren Last in die Matrix: a) „Fragmentation Test“, b) „Broutman Test“.

Im weiteren sollen nur der „Pull-out“ Test und der „Push-out“ Test genauer beschrieben werden, da bei diesen zwei Messmethoden die Krafteinleitung und der Spannungszustand adäquat mit dem in dieser Arbeit untersuchten Hysteresemessverfahren sind.

### 2.2.1 „Pull-Out“ Test (Einzelfaserauszugs-Test)

Eine häufig eingesetzte Messmethode ist der „single fiber pull-out Test“ (kurz „Pull-out“ Test). Dieser kann in verschiedenen Versionen ausgeführt werden [31-33]. In allen Arten von „Pull-out“ Tests ist eine einzelne Faser in einer Matrix eingebettet, so dass ein Ende der Faser aus dem Polymer herausragt. An diesem Ende wird die Faser fixiert (mit einer mechanischen Klemme oder durch Aufkleben auf eine Halterung) und mit konstanter Geschwindigkeit aus dem Polymer herausgezogen, wobei der Kraft-Verschiebungs-Verlauf gemessen wird (Abb. 3).

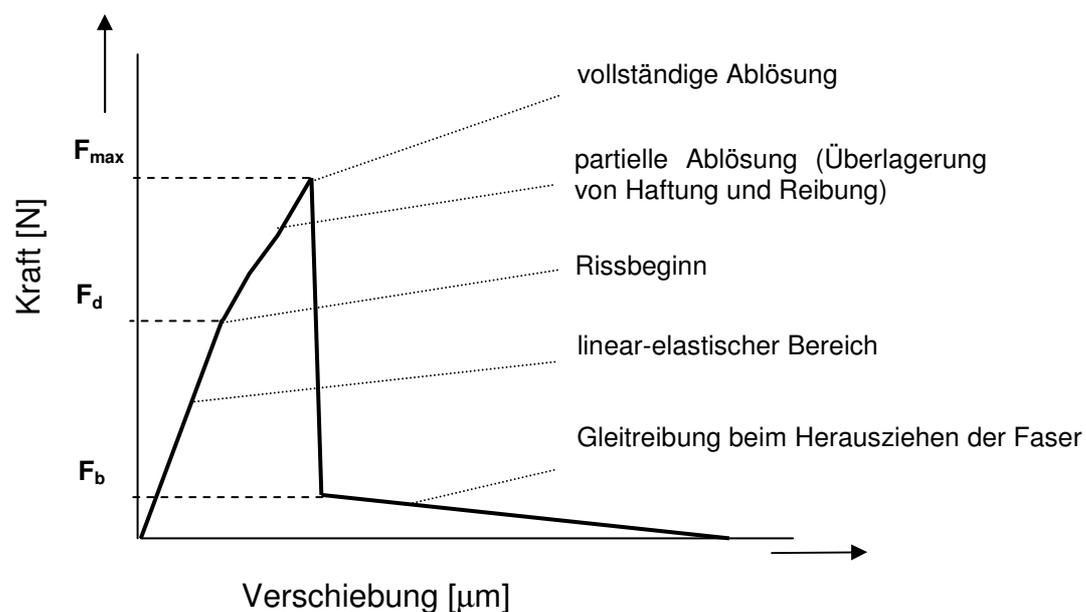


Abb. 3: Schematischer Kraft-Verschiebungs-Verlauf und Risslänge-Verschiebungs-Verlauf eines Einzelfaserauszugsversuchs

In der Kraft-Verschiebungs-Kurve entstehen drei Bereiche, die mit drei verschiedenen Zuständen im „Pull-out“ Test zusammenhängen. Im ersten Bereich ist die Faser-Matrix-Verbindung noch intakt. In diesem Bereich ist der Anstieg der Kraft-Verschiebungs-Kurve bis zum Erreichen von  $F_d$  („debond force“) linear. Das Faser-

Matrix-System hat noch linear elastische Eigenschaften. Bei weiterer Erhöhung der Kraft durch das Herausziehen der Faser aus der Matrix, bis sie einen kritischen Wert erreicht („debond force“,  $F_d$ ), entstehen erste Risse. Nach dieser Kraft verändert sich der Anstieg der Kraft-Verschiebungs-Kurve. Beim weiteren Herausziehen der Faser aus der Matrix, was zur weiteren Rissfortpflanzung führt, entsteht der zweite Bereich der Kraft-Verschiebungs-Kurve. Die Kraft in diesem Bereich hängt mit der Adhäsionskraft und der Reibungskraft zwischen Faser und Matrix zusammen. Beim Erreichen der maximalen Kraft  $F_{max}$  kommt es schließlich zur vollständigen Ablösung der Faser-Matrix-Verbindung. Nach der maximalen Kraft  $F_{max}$  ist die Rissverbreitung nicht mehr stabil und die Kraft sinkt von  $F_{max}$  zu  $F_b$ . Der weitere Verlauf der Kraft-Verschiebungs-Kurve ist durch die Gleitreibungskraft in dem abgelösten Bereich zwischen der Faser und der Matrix verursacht.

Die Faser-Matrix-Haftung kann anhand der scheinbaren Scherfestigkeit mit der Gleichung  $\tau = F_{max} / (\pi d_f l_f)$  ermittelt werden, wobei  $l_f$  die Einbettlänge und  $d_f$  der Faserdurchmesser sind.

## 2.2.2 Kraft-Verschiebungs-Kurven beim „Pull-out“ Test

Beim „Pull-out“ Test gibt es vier typische Einzelfaserauszugskurven [34-36]. Bei allen diesen Einzelfaserauszugskurven tritt am Anfang ein linearer Bereich auf, der das Hooke'sche elastische Dehnverhalten der Grenzschicht kennzeichnet. Abb. 4 a) stellt ein sprödes Verhalten dar, bei dem es nach dem Erreichen des Kraftmaximum zum schlagartigen Kraftabfall kommt. In der Abb. 4 b) ist ein Übergang vom linear-elastischen Anstieg, dem sich ein degressiver Kurvenverlauf anschließt, zu sehen. Dieses Verhalten kann einem duktilen Grenzschichtversagen zugeordnet werden. Bei dem dritten Fall (Abb. 4 c)) wird ein partiell-stabiler Rissfortschritt beobachtet. Ein Indikator dafür ist der Übergang der linear-elastischen Kraftverschiebungskurve in einen Anstieg geringerer Steigung. Das Abknicken im Lastzunahmebereich wird mit dem Beginn und anschließendem Fortschritt eines Grenzflächenrisses erklärt [35]. Im weiteren kommt es ab einer bestimmten Risslänge zum schlagartigen Versagen der noch intakten Faser-Matrix-Grenzschicht. Solch ein schlagartiger Lastabfall tritt bei stabilem Rissfortschritt nicht auf (Abb. 4 d)). Es kommt zu keinem Grenzflächenbruch, da Faser und Matrix nur durch die Haftreibung miteinander verbunden sind. Dieser Fall tritt bei Verbunden mit keramischer Matrix auf [37].

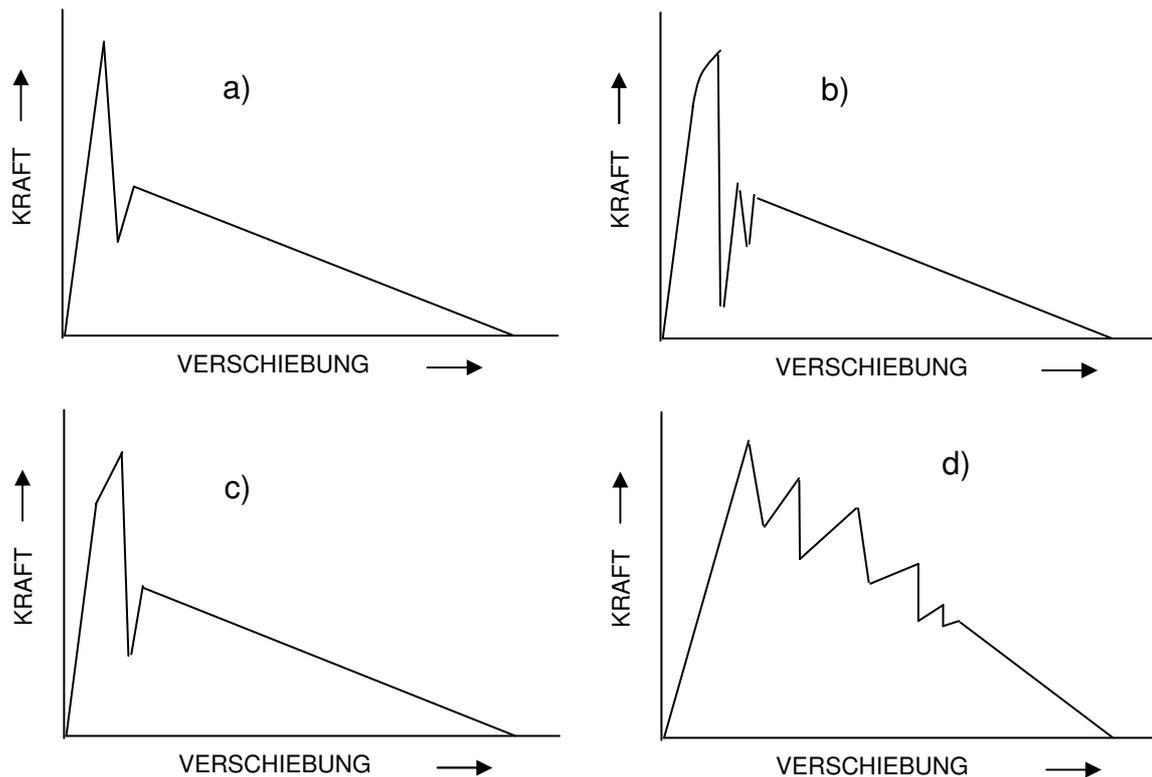


Abb. 4: Schematische Darstellung vier typischer Einzelfaserauszugskurven

### 2.2.3 „Push-out“ Test

Der von Mandel zuerst vorgestellte „Push-out“ Test (auch „Microdebonding-Test“ oder „Indentation-Test“ genannt) wurde anfänglich für die Untersuchung der Haftfestigkeit zwischen Faser und Matrix bei keramischen Faserverbundwerkstoffen angewendet und erst später auf polymere Faserverbundwerkstoffe übertragen [38]. Das Prinzip des „Push-out“ Tests basiert auf dem Hineindrücken der Faser in axialer Richtung, bis es zum Faser-Matrix-Bruch kommt. Der Probekörper muss eine glatt polierte Oberfläche mit senkrecht dazu stehenden Fasern haben. Diese werden mit einer feinen Nadel (Indentor) in das Material hineingedrückt. Der Durchmesser des Indentors ist kleiner als der der Faser [39]. Somit entsteht eine komplexe Spannungsverteilung sowohl in der Faser als auch in der fasernahen Umgebung (Grenzbereich). Im Vergleich zum „Pull-out“ Test entfällt hier die aufwendige Fixierung, aber um so schwieriger ist es, beim Versuch nur die Faser zu drücken, und nicht Bereiche der Matrix zu berühren. Hier wird zusätzlich eine aufwendige Mechanik und Optik erforderlich, um eine genaue Positionierung der feinen Nadel

über die gewünschte Faser zu sichern. Über Annahmen der Schubspannungsverteilung entlang der Faser wird eine Scherfestigkeit berechnet. Beim „Push-out“ Test werden sehr dünne Proben verwendet, bei denen die Faser „durch“ die Probe gedrückt wird [40, 41]. Hierbei ist der Probekörper so dünn, dass der Riss die gesamte Probe durchläuft, bevor die Faser durch die hohen Druckspannungen zerstört wird. Mit dieser Anordnung kann nach vollständiger Ablösung der Faser von der Matrix auch die Reibung zwischen Faser und Matrix bestimmt werden. Der Verlauf einer typischen Kraft-Verschiebungs-Kurve für den „Push-out“ Test ist in der Abb. 5 dargestellt [42]. Zu Beginn der Belastung weist die Kraft-Verschiebungs-Kurve einen linearen Charakter auf, was auf die unversehrte Verbindung zwischen den Kompositbestandteilen und ein elastisches Verhalten der Probe hindeutet. Im zweiten Bereich der Kraft-Verschiebungs-Kurve zeigt sich ein nicht-linearer Verlauf. Dies hängt mit einem progressiven Ablösen der Faser von der Matrix im Grenzschichtbereich zusammen [41].

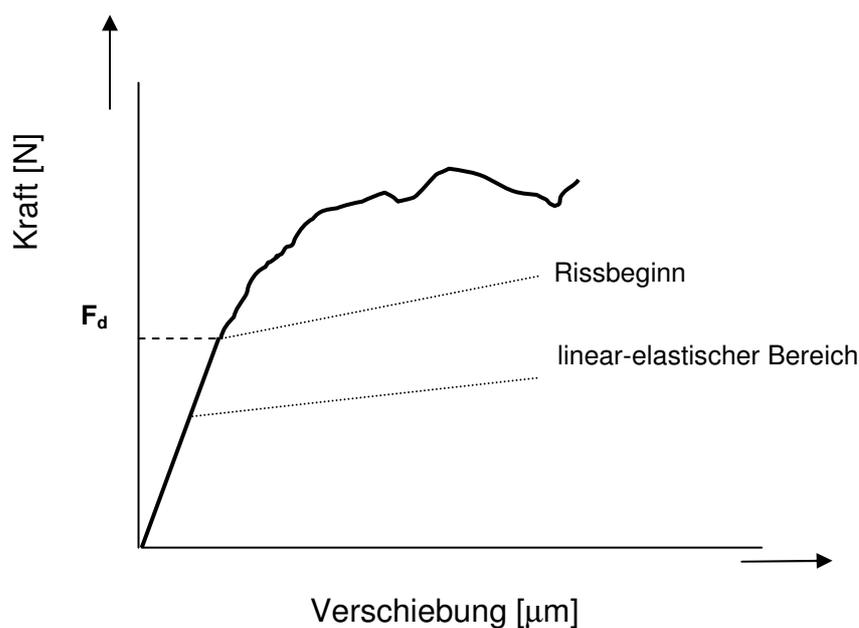


Abb. 5: Schematischer Kraft-Verschiebungs-Verlauf für den „Push-out“ Test

Ein Vorteil beim „Push-out“ Test im Vergleich zu „Pull-out“ Test ist (Abb. 6), dass auf gleicher Probenfläche mehr Messungen durchführbar sind [43]. Damit verbunden ist ein geringerer Versuchsaufwand.

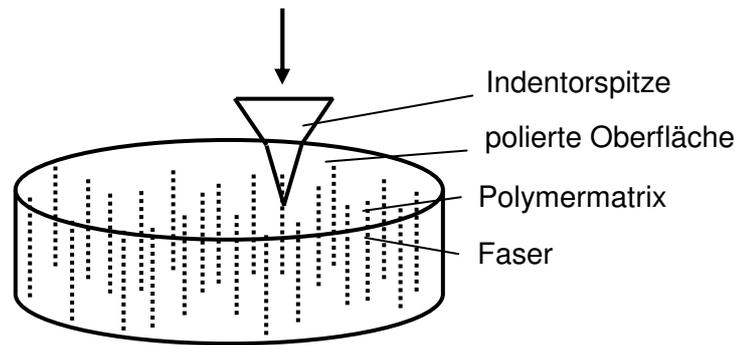


Abb. 6: Schematischer Aufbau des „micro-indenter push-through“ Test

Unvorteilhaft im Vergleich zum „Pull-out“ Test ist, da nur im Bereich sehr kleiner Einbettlängen gemessen wird, dass die Einbettlängenabhängigkeit (duktiler, spröder Bruch) nicht festgestellt werden kann. „Push-out“ Test unterscheidet sich vom „Pull-out“ Test auch im Spannungsmuster. Beim „Pull-out“ Test wird die Faser auf Zug belastet. Dies ruft eine Kontraktion der Faser in der Matrix hervor, womit in der Matrix überwiegend Zugspannung entsteht. Beim „Push-out“ Test wird die Faser auf Druck beansprucht. Auf Grund der in der Faser erzeugten Druckspannung wird die Matrix auf Kompression belastet. Bei beiden Tests wirken zusätzlich noch Reib- und Scherkräfte. Wegen des unterschiedlichen Spannungsmusters dieser zwei Messverfahren kann der Versagensmechanismus und auch das Eigenschaftsbild verschieden sein. Größere Werte für die Scherspannung bei APS-geschichteten Glasfasern für Epoxidharz-Proben beim „Pull-out“ Test (im Vergleich mit „Push-out“ Test) wurden auf das unterschiedliche Spannungsmuster bei diesen zwei Messverfahren zurückgeführt [42].

Weitere Variationen des „Push-out“ Tests bestehen in einer zyklischen Belastung der Faser im quasi-statischen Bereich [44, 45].

#### 2.2.4 Weitere mikromechanische Testmethoden

Bei den realen Verbunden beeinflussen sich die benachbarten Fasern, wobei bei den in Kapitel 2.2 beschriebenen quasistatischen mikromechanischen Messmethoden der Faservolumenanteil nicht in Betracht gezogen wird. Yiping Qiu und Schwartz et al. [46-48] entwickelten eine neue Testmethode (single fiber pull-out from a microcomposite) zur Charakterisierung der Interphase, die nicht nur eine direkte

Messung der interlaminaren Scherspannung erlaubt, wie das auch beim „Pull-out“ (und „Fragmentationstest“) der Fall ist, sondern bezieht auch den Effekt des Faservolumenanteils, der bei realen Verbunden auftritt, mit ein, d.h. diese Methode findet mit mehreren Elementarfasern statt, um den Einfluss mehrerer Grenzschichten untereinander zu ermitteln. Sechs Fasern, die eine zentrale herausragende Faser umgeben, stellen die Probe bei dieser Messung dar. Diese herausragende mittlere Faser wird aus diesem Verband herausgezogen (Abb. 7).

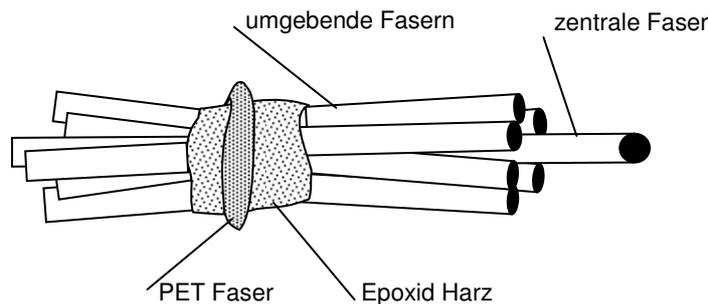


Abb. 7: Darstellung der Probe für den „single fiber pull-out from a microcomposite“ Test

### 2.3 Dynamische Messmethoden

Bezüglich der oben genannten Testmethoden (Einzel-Faser-Versuche) muss die Tatsache, dass bei anorganischen Werkstoffen die Versuchsgeschwindigkeit nur eine untergeordnete, bei den teilweise sehr stark viskoelastischen polymeren Werkstoffen jedoch eine relevante Rolle spielt, in Betracht gezogen werden. Da bei den statischen mikromechanischen Messmethoden zum einen die viskoelastischen Eigenschaften der Polymermatrizes nicht berücksichtigt werden (es wird vom linear-elastischen Materialverhalten ausgegangen), müssen diese Messungen mit einer gleich bleibenden, vorherdefinierten Geschwindigkeit durchgeführt werden, um die Ergebnisse miteinander vergleichen zu können. Zum anderen werden hier nur Aussagen über die Adhäsionsfestigkeit sowie bruchmechanischen Eigenschaften des Verbundes getroffen (d.h. arbeiten zerstörend). Die Erforschung der Eigenschaften im Grenzschichtbereich (Dämpfung, Schermodul, Steifigkeit etc.) soll auch im Rahmen der zerstörungsfreien Untersuchung auf der Basis dynamischer Messungen durchgeführt werden. Tanoglu et al. haben auf die Bedeutung der

dynamischen Messung hingewiesen und eine neue Technik (dynamic micro-debonding technique) entwickelt. Diese Technik beruht auf dem „micro-indentation“ Verfahren („Push-out“ Test), wobei die Proben zyklisch (Dauer) belastet werden [49, 50]. Für diesen Zweck wird die „Dynamic Interphase-Loading Apparature“ benutzt. Diese Methode ermöglicht die Messung der interlaminaren Scherspannung und eine Energieaufnahme, die durch Debondingeffekte und Reibungsvorgänge verursacht wird. Masaki Hojo [51] hat auch die Wichtigkeit eines Dauerversuches unter dynamischer Belastung in Betracht gezogen. Bei der Anwendung von Glasfaser/Epoxidmatrix-Mikroverbunden mit der Nutzung des „single fiber pull-out from a microcomposite“ Tests wurden die Kriterien für die Bruchmechanismen in der Grenzschicht unter quasi-statischer- und anschließend dynamischer Belastung (30 Hz) beschrieben. Laut Hojos Ergebnissen spielen allerdings der Faserdurchmesser und die Einbettlänge bei der Veränderung der Interlaminarscherspannung keine Rolle und die Oberflächenbehandlung beeinflusst die Scherspannung unter quasi-statischer Belastung, wobei dies bei der Dauerbelastung nicht beobachtet wurde. In bisherigen Studien wurde dem Einfluss des Faserdurchmessers und der Einbettlänge große Bedeutung zugeschrieben. Moon et al. haben in ihrer Studie an den Glasfaser/Polypropylen-Verbunden festgestellt, dass Faktoren wie Faserdurchmesser, Molekulargewicht der Matrix und die Behandlungsbedingungen die Grenzschichtmikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffes beeinflussen [52].

Um die Ermüdungseigenschaften im Grenzschichtbereich zu messen, wurde von Meretz ein Einzelfaser - Auszugstest bei der Anwendung oszillierender Kraft, ohne die Faser herauszuziehen, modifiziert [53]. Ein ähnliches Messverfahren (Dynamischer Einzelfaserbelastungstest) wurden auch von Mai entwickelt [54]. Ziel dabei war, ein besseres Verständnis der Ermüdungseigenschaften im Grenzschichtbereich zwischen Faser und Matrix während einer zyklischen Belastung zu erreichen.

### 3. Zyklische mikromechanische Untersuchung von Verbundwerkstoffen

#### 3.1 Untersuchungsmaterialien

##### 3.1.1 Glasfasern

Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten E-Glasfasern (EC 12 60tex) wurden am IPF Dresden e.V. im Düsenziehverfahren hergestellt.

Fasern aus E-Glas eignen sich auf Grund ihres geringen Preises und ihrer physikalischen Eigenschaften hervorragend als Verstärkungsmaterial in Verbunden. Das E-Glas weist im Allgemeinen eine hohe Zugfestigkeit bei geringer Dehnung und sehr niedrigem spezifischen Gewicht auf. Hieraus resultiert eine günstige gewichtsbezogene Festigkeit bzw. Steifigkeit im Vergleich zu konventionellen Werkstoffen wie Stahl und Aluminium. Die Dehnung entspricht einem vollelastischen Verhalten und die Spannungs-Dehnungs-Kurve ist bis zum Bruch linear [55]. Die relativ hohen Festigkeiten und E-Modulwerte sind eine Folge der starken kovalenten Bindungen zwischen Silizium und Sauerstoff im dreidimensionalen Netzwerk des Glases. Netzwerkstruktur und Stärke der einzelnen Bindungen hängen aber auch von der Art der eingesetzten Metalloxide ab. Aufgrund ihrer amorphen Struktur sind Glasfasern im Gegensatz zu Kohlenstoff- und Aramidfasern isotrop [56].

Eigenschaften der Glasfasern sind in der Tabelle 1 dargestellt [6, 57].

Tabelle 1: Eigenschaften der Glasfasern

<b>Mechanische und thermische Eigenschaften von E-Glasfasern</b>	
Zugfestigkeit $\sigma$	1010 - 1820 N.mm <sup>-2</sup>
E-Modul E	71 000 N.mm <sup>-2</sup>
Bruchdehnung $\epsilon$	1,6 %
Dichte $\rho$	2,7 g.cm <sup>-3</sup>
Querkontraktionszahl $\nu_{  \perp}$	0,17
Thermische Ausdehnung	4,6 x 10 <sup>-6</sup>
Linearer Ausdehnungskoeffizient $\alpha$	5 x 10 <sup>-6</sup> 1/K
Dauerbelastungsgrenze	250 °C

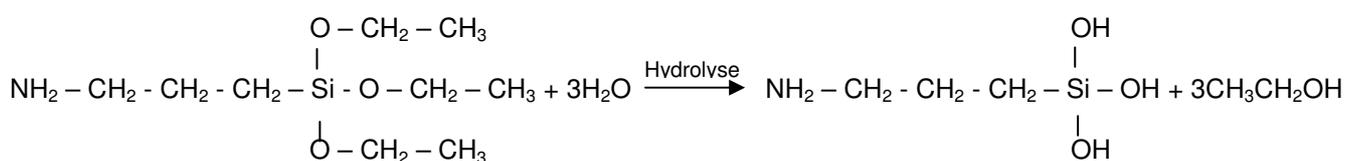
Die chemischen Eigenschaften der Oberfläche der Fasern lassen sich durch eine gezielte Oberflächenmodifizierung ändern. Diese kann sich positiv auf die Wechselwirkung zwischen Fasern und Matrix bei der Herstellung des Verbundes bemerkbar machen.

### 3.1.2 Schlichte

Bei dem Düsenziehverfahren werden die Filamente nach einer Abkühlphase über eine Walze mit wässriger Schlichte benetzt, über eine Sammelrolle zum Spinnfaden zusammengefasst und zu einer Spinnspule aufgewickelt. Neben den wichtigen Aufgaben der Schlichte (Verbinden der Filamente zu einem handhabbaren Spinnfaden, Schutz der empfindlichen Oberflächen der spröden Glasfilamente, Anpassung des jeweiligen Textilglaserzeugnisses an den Verarbeitungsprozess) sind die Haftungsverbesserung zwischen organischem Harz und anorganischen Fasern und die Ausbildung der Grenzschicht während der Kontaktbildung zwischen Faser und Matrix von Bedeutung [58].

Die zur Oberflächenbehandlung von Glasfasern eingesetzten Schlichtesysteme (Tabelle 2) bestehen aus mehreren Komponenten, deren wichtigsten die Filmbildner in Form wässriger Polymerdispersionen, siliziumorganische Haftvermittler ( $\gamma$ -Aminopropyltriethoxysilan) und oberflächenaktive Hilfsmittel z.B. kationische und nichtionogene Tenside und Antistatika zur Verminderung der Oberflächenspannung und der inneren Reibung der Faser, sind [59, 60]. Die Filmbildner beeinflussen positiv neben der textilen Verarbeitbarkeit, der Hydratation und der Dauerhaftigkeit gegenüber alkalischen Medien auch die Faserfestigkeit. Als Haftvermittler wurde das Handelsprodukt AMEO der Firma Degussa ( $\gamma$ -Aminopropyltriethoxysilan) verwendet, das nachfolgend mit APS abgekürzt wird. Es hat ein Molekulargewicht von 221 und eine Dichte bei 20 °C von 0,95 g.cm<sup>-3</sup>.

$\gamma$ -Aminopropyltriethoxysilan:



Silan-Haftvermittler haben die allgemeine Struktur  $R-SiX_3$  mit einem organischen Rest R und hydrolysierbaren Gruppen X gemeinsam.

Die Anbindung des Silanols an die Glasoberfläche erfolgt teils über Wasserstoffbrücken und teils durch kovalente Siloxan-Bindungen (Abb. 8) [61, 62].

Dieses Modell lässt in der Grenzfläche durch laufenden hydrolytischen Bindungsbruch und Bindungsneubildung Relaxationsprozesse zu, die mechanische Spannungen in der Grenzfläche ohne Schwächung der Haftung abbauen [63].

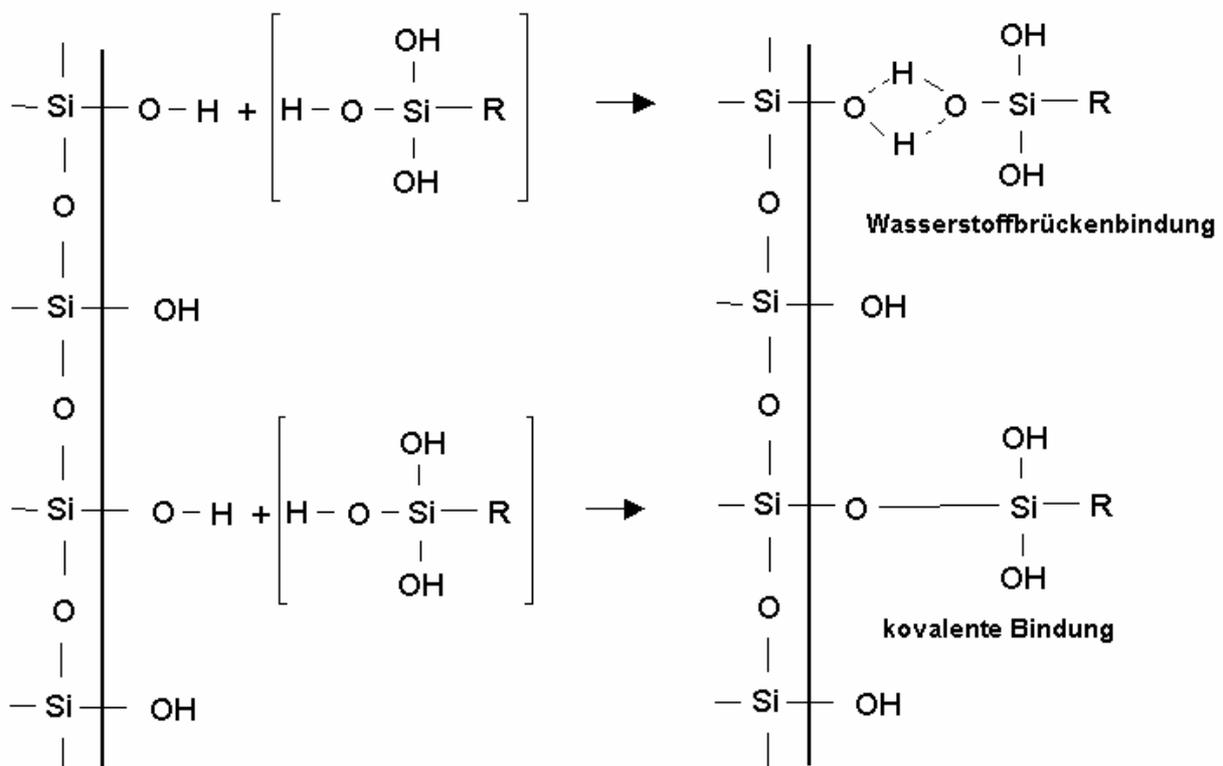
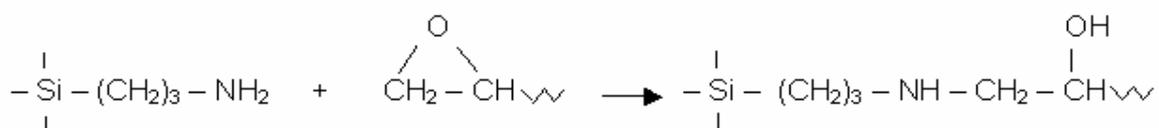


Abb. 8: Silanisierung der Glasfaseroberfläche [64]

Die Anbindung der silanisierten Glasfaser an das Polymere erfolgt zwischen dem reaktionsfähigen Rest R des Silans und der Eoxidgruppe des Matrixpolymeren,

**Aminosilan**

**Epoxidharz**



Dieser Mechanismus ist besonders für das Verstärken von duromeren Kunststoffen in der Literatur mehrfach belegt [65, 66]. Die Polarität des Silans und die Benetzbarkeit der silanisierten Glasoberfläche spielt für die Haftung nur eine untergeordnete Rolle [63, 67]. Allerdings ist ausreichendes Benetzen eine notwendige Voraussetzung für gute Verbundeigenschaften, da hierdurch Lufteinschlüsse an der Grenzflächen vermieden werden [68, 69]

Tabelle 2: Übersicht der verwendeten Fasertypen und Schlichtebestandteile

Nr.	Bezeichnung	Matrix	Haftvermittler	Filmbildner
1.	APS	Epoxidharz	APS	-
2.	APS/EP	Epoxidharz	APS	Epoxidharzdispersion
3.	APS/PU	Epoxidharz	APS	Polyurethandispersion
4.	PVAc	Epoxidharz	-	Polyvinylacetatdispersion
5.	ungeschlichtet	Epoxidharz	-	-

$\gamma$ -APS ( $\gamma$ -Aminopropyltriethoxysilan)

### 3.1.3 Epoxidharz

Als Matrix wurde Epoxidharz bei den Einzelfaser-Modellverbunden in Kombination mit den beschriebenen Verstärkungsfasern und Schlichte verwendet.

In dieser Arbeit wird das Epoxidharz Rütapox L20 (mit Diglycidylverbindung modifiziertes Epoxidharz auf Basis von Bisphenol A und Bisphenol F) unter Zugabe des Härter Rütapox SL (Cycloaliphatisches Polyamid) verwendet. Das Epoxidharz Rütapox L20 ergibt in der Kombination mit den Aminhärttern der SL-Reihe Laminierharzsysteme. Harz und Härter werden jeweils im Mischungsverhältnis 100:34 bei Raumtemperatur gemischt. Die Aushärtung des Epoxidharzes erfolgt 6 Stunden bei 80 °C. Die mechanischen Eigenschaften des Harzes Rütapox L20 – Härter Rütapox SL – Systems sind in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3: Eigenschaften des Systems L20-SL (Normalklima) [70]

E-Modul	Zugfestigkeit	Querkontraktionszahl	Biegefestigkeit	Dichte bei 20 °C
2,7 GPa	75,8 MPa	0,34	0,55 GPa	1,15±0,01 g/cm <sup>3</sup>

Die Matriceigenschaften des Epoxidharzes wurden anhand eines zyklischen Belastungstests im Zugbereich überprüft. Es wurden Minizugprüfkörper mit den Abmaßen von 20x6x1mm gefertigt. Es wurde eine Einspannlänge von 6 mm gewählt. Die resultierenden Kraft-Dehnungs-Kurven sind in Abbildung 9 dargestellt.

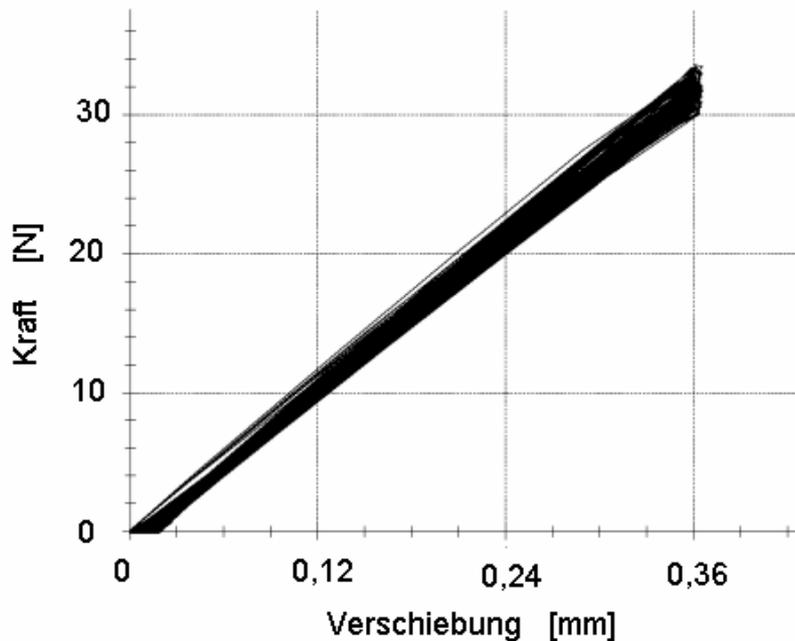


Abb. 9: Kraft-Verschiebungs-Diagramm für Epoxidharz-Proben

Die Prüfkörper wurden 20 Lastwechseln zwischen 0 und 30 N bei einer Zyklusgeschwindigkeit von 500 mm/min unterzogen. Da die Kurven keine Hysterese aufweisen, kann bei diesen verwendeten Belastungen (6%-Dehnung, das entspricht 0,36 mm) von einem ideal elastischen Materialverhalten ausgegangen werden.

### 3.1.4 Herstellung der Einzelfaser-Modellverbunde

Der Einzelfaser-Modellverbund stellt eine Abstraktion von der Komplexität des makroskopischen Verbundes mit vielen Fasern dar, wodurch ein selektiver, lokaler Zugriff auf die mechanischen Eigenschaften der Faser-Matrix-Grenzregion ermöglicht wird. Die Proben werden an einer im IPF Dresden e.V. entwickelten Fasereinbettanlage hergestellt [71]. Die Fasereinbettanlage ermöglicht das Aufschmelzen des Matrixmaterials, die genaue Positionierung der Einzelfaser über der Matrix sowohl in XY-Richtung als auch in Z-Richtung, den eigentlichen

Einbettvorgang, wobei die Einbettlänge voreingestellt werden kann und das anschließende Abkühlen nach einem vorgegebenen Temperaturregime erfolgt (Tabelle 4).

Tabelle 4: Temperaturregime für Einzelfaser-Modellverbunde mit Epoxidharz

Matrixmaterial	Schmelztemperatur $T_m$	Verweilzeit bei $T_m$	Atmosphäre	Einbettlänge
Epoxidharz	85 °C	6 Std.	Luft	120 - 180 $\mu\text{m}$

Abbildung 10 zeigt den an der Fasereinbettanlage hergestellten Einzelfaser-Modellverbund mit einer am Faserende eingebetteten Glasfaser.

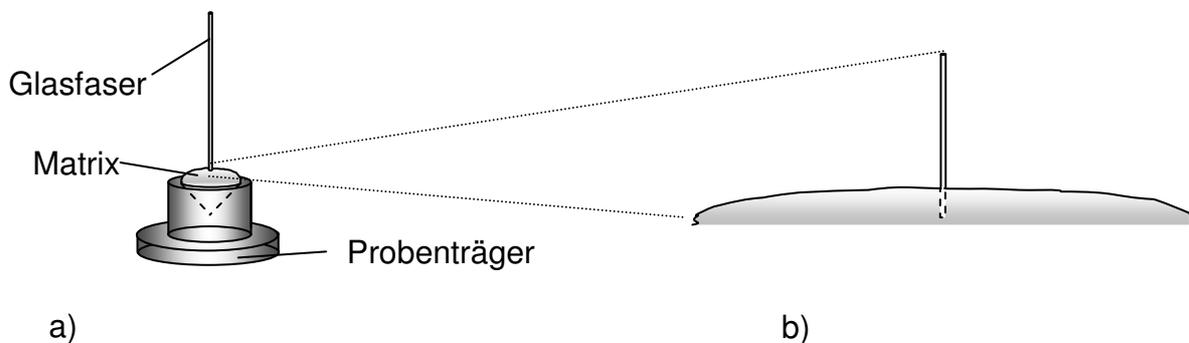


Abb. 10: a) Einzelfaser-Modellverbund für die Hysteresemessung, b) Konfiguration der Faser in der Matrix beim Einzelfaser-Modellverbund

Bei den Einzelfaser-Modellverbunden müssen bei niedrig-viskosen Epoxidharzen topfförmige Probenträger verwendet werden. Solche Probenkonfigurationen haben den Vorteil, dass beim Faserauszugstest (Hysteresemessung) keine zusätzliche seitliche Klemmkraft auf die Matrix übertragen wird, d.h. keine zusätzlichen radialwirkenden Spannungen. Der mit der Härtung verbundene chemische Reaktionsschwund und die thermische Schwindung beim Abkühlen bei einem Standard-Epoxidharz führen zu einer Volumenschwindung von 2 bis 3%. Somit entsteht eine härtungsbedingte Schrumpfung, die in den Einzelfaser-Modellverbunden Eigenspannungen verursachen kann (dadurch mögliche Schrumpfrisse). Diese Schrumpfung ist geometrisch begrenzt. Auf Grund dessen können Messwerte verfälscht werden.

Auf dem dargestellten Einzelfaser-Modellverbund (Abb. 10) ist der Durchmesser des Probenträgers hinreichend groß. Somit sollte der Einfluss der härtungsbedingten

Schrumpfprozesse relativ klein sein. Die Versuchskonfiguration der Probe ist durch die Partialkugel-Gestalt der Matrix gekennzeichnet. Die gekrümmte Oberfläche der Matrix bei dem Einzelfaser-Modellverbund bietet dem Polymeren ein Maximum an Freiheitsgraden, Volumenänderungen zu vollziehen. So wird der Einfluss der durch die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten bewirkten Radial- und Schubspannungen auf die Faser sich nur gering auf die Auszugskraft auswirken.

Die Qualität der erzielten Ergebnisse hängt auch im wesentlichen von der Probenpräparation ab. Dazu gehört die senkrechte Ausrichtung der Faser in dem Matrixtropfen, so dass sie ausschließlich in Längsrichtung beansprucht wird.

## **3.2 Hysterese-messverfahren**

### **3.2.1 Einleitung**

Bei mikromechanischen Messmethoden mit zyklischer Beanspruchung können bisher keine gesicherten Aussagen über die zur Ermüdung führenden Vorgänge im Grenzschichtbereich getroffen werden, da bislang nur wenige Untersuchungen zur Bewertung der Eigenschaften bei Einzelfaser-Modellverbunden bei einer zyklischen Beanspruchung durchgeführt wurden.

Für die mechanischen Eigenschaften des Gesamtverbundes bei Faserverbundwerkstoffen ist der Grenzschichtbereich zwischen Faser und Matrix entscheidend, da in ihm die größten Spannungen (wird am meisten beansprucht) auftreten. Es liegt daher nahe, zur Erweiterung des Verständnisses über die Grenzschichteigenschaften und das zeitabhängige Grenzschichtverhalten, das durch die unterschiedliche Oberflächenmodifizierung stark verändert sein wird, mikromechanische Messungen unter zyklischer Beanspruchung durchzuführen. Bei der dynamischen Messmethode wird im Gegensatz zu den statischen Messverfahren von nichtlinear-viskoelastischem Grenzschichtverhalten ausgegangen. Somit kommt man einen Schritt zu dem realen Verhalten der Grenzschicht näher. Die dynamischen Versuche sollten im Bereich der zerstörungsfreien Belastung bis hin zur zerstörenden Untersuchung stattfinden. Auf Basis der Charakterisierung der lokalen Grenzschichteigenschaften sollte ein Instrument (Messmethode) zur aussagekräftigen Bewertung der Struktur-Eigenschafts-Beziehung weiterentwickelt

werden. Diese sollte in der Zukunft zur Entwicklung und Vorhersage von Werkstoffeigenschaften bei einer Ermüdungsbelastung dienlich sein.

### 3.2.2 Versuchsanordnung des Hysteresemessplatzes

Um Aussagen über Eigenschaften im Grenzschichtbereich sowie das Alterungsverhalten von Einzelfaser-Modellverbunden zu erhalten und einen direkten Vergleich zu makroskopischen Messverfahren zu ermöglichen, wurde ein neuer Messplatz konzipiert und aufgebaut, der an die konkreten Anforderungen sowohl bezüglich der Auswahl der Sensor- und Aktuatortechnik als auch der Messwerterfassung und -auswertung angepasst ist (Abb.11.)

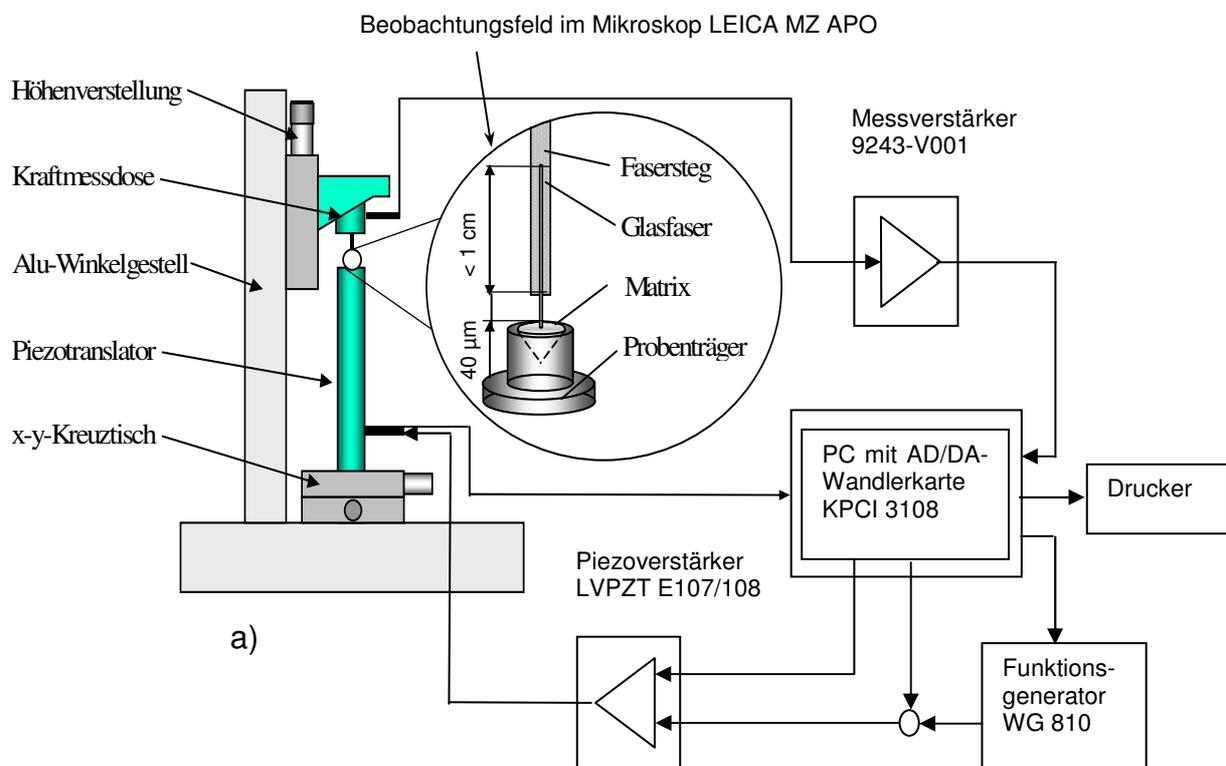


Abb. 11: Gerätetechnischer Aufbau des Hysteresemessplatzes

Das Verfahren der Hysteresemessung wurde ausgehend vom quasistatischen Einzelfaserauszugsversuch und der Methode der dynamischen Einzelfaserbelastung entwickelt [72].

Das Hysteresemessgerät besteht aus einem winkelförmigen Gestell aus Aluprofil, auf dem ein verstellbarer x-y-Kreuztisch angebracht ist. Um eine kleine, aber spielfreie

Auslenkung zu sichern, wird ein Piezotranslator (Typ P 245.77 der Firma PI) benutzt, der auf dem x-y-Kreuztisch befestigt ist. Der Piezotranslator wird mit einem Piezoverstärker LVPZT E 107/108 der gleichen Firma betrieben. Die Steuerspannung für den Piezoverstärker wird für langsame Hysteresemessung von einem DA-Ausgang der Multifunktionskarte KPCI 3108 bzw. für den Dauertest (dynamisch) mit sinusförmiger Anregung von einem Funktionsgenerator WG-810 der Firma W&R Systems bereitgestellt. Der Funktionsgenerator wird über eine serielle Schnittstelle RS 232 vom PC aus gesteuert.

Auf dem Piezotranslator ist eine Aufnahme für das Probengefäß angebracht. Am senkrechten Schenkel des Alugestells ist eine manuell bedienbare Mikrometerschraube montiert, an deren unterem Ende eine piezoresistive Miniatur-Kraftmessdose (Typ 8432 der Firma Burster) befestigt ist. Die Kraftmessdose ist über eine Verstärkereinheit 9243-V001 der gleichen Firma, die eine Abtastrate von 4 kHz ermöglicht, an einen AD-Eingang einer in den PC eingebauten Multifunktionskarte KPCI 3108 der Firma Keithley Instruments angeschlossen. Diese Karte ermöglicht bei einer Summenabtastrate von 100 kHz eine Messwertauflösung von 16 Bit. An der Unterseite der Kraftmessdose ist durch eine Gewindebindung ein Fasersteg aus rostfreiem Stahl befestigt. Der gesamte Messaufbau befindet sich auf einem schwingungsgedämpften Tisch. Die Messwerterfassung und -auswertung sowie die Ansteuerung des Piezotranslators erfolgt PC-gestützt. Auf dem PC ist eine spezielle Multifunktionsmesskarte installiert.

Im Unterschied zum Einzelfaserauszugsversuch wird die Einzelfaser jedoch nicht mit einer kontinuierlich wachsenden Verschiebung bis zum Versagen der Interphase beaufschlagt, sondern es wird eine oszillierende Verschiebung kleiner Amplitude im Bereich von  $\pm 1-4\mu\text{m}$  auf die Faser aufgebracht und der resultierende Kraftverlauf gemessen. Dabei ergibt sich durch die viskoelastischen Eigenschaften im Grenzschichtbereich eine Phasenverschiebung zwischen der aufgetragenen Verschiebung und der resultierenden Kraft. Daraus resultiert bei schwingender Beanspruchung eine Hystereseschleife im Spannungs-Dehnungs-Verlauf (Abb. 12). Durch die kleinen Amplituden der aufgetragenen Verschiebung (linearelastischer Bereich) kann man den Verbund zwischen Faser und Matrix im intakten Zustand untersuchen. Dadurch, dass die eingebrachten Spannungen im Grenzschichtbereich zwischen der Faser und Matrix sehr viel größer als in weiter entfernten

Matrixbereichen sind, sind auch die Verformungen im Grenzschichtbereich am stärksten. Die Information, die aus den Versuchen gewonnen werden kann, stammt folglich vorwiegend aus dem Grenzschichtbereich und den fasernahen Bereichen der Matrix.

Die Besonderheit des Messplatzes besteht in der Realisierung einer spielfreien transversalen Auslenkung und einer drifffreien und langzeitstabilen Kraftmessung. Für die mechanische Anregung wurde ein Piezotranslator und für die Kraftmessung eine piezoresistive Kraftmessdose eingesetzt. Mit diesem Messplatz können langsame Hystereseuntersuchungen im Frequenzbereich 0,01 – 0,1 Hz und Dauerbelastungs- und Ermüdungstest im Frequenzbereich von 1 – 20 Hz (dynamische Messung) durchgeführt werden. Bei der langsamen Versuchsvariante wird der Einzelfaser-Modellverbund durch dreieckförmige und beim Ermüdungstest (dynamische Belastung) durch sinusförmige Auslenkungs- oder Kraftanregung in Faserrichtung auf Zug und Druck beansprucht. Dementsprechend werden die Auswertegrößen in Kennwerte unterteilt, die aus der langsamen Hysterese-messung gewonnen werden und Kennwerte, die bei dem Ermüdungstest ermittelt werden.

Zum Einbau der Probe in die Apparatur steht ein Stereomikroskop der Firma Leica zur Verfügung. Nachdem das Probengefäß in die untere Klemme eingesetzt und befestigt ist, wird die Glasfaser mittels x-y-Kreuztisch und z-Trieb so an den Fasersteg positioniert, dass sie ohne Biegespannungen und mit einer sehr geringen freien Faserlänge am Fasersteg mit einem Cyanacrylat-Sekundenkleber fixiert werden kann.

### **3.2.2.1 Langsame Hysterese-messung**

Bei der langsamen Hysterese-messung (lineare Be- und Entlastung) werden als eigentliche Messgrößen nur zwei Größen in Form von Spannungssignalen aufgenommen, die zeitabhängige Verschiebung und die zeitabhängige Kraft.

Bei nichtlinearem Materialverhalten bei dreieckförmiger Erregung besteht keine eindeutige Phasenbeziehung zwischen dem Kraft- und dem Wegsignal (Verschiebung) eines Materials. Ein Vorschlag, wie auch bei nichtlinearem Materialverhalten, bzw. bei einer beliebig geformten Hystereseschleife, eine sinnvolle Auswertung durchgeführt werden kann, geht auf LAZAN zurück [73]. Dies bildet die

Grundlage für das in dieser Arbeit benutzte langsame „quasi-statische“ Hystereseemessverfahren. bzw. bei einer beliebig geformten Hysterese Schleife.

Die Messwerte für die Kraft und die Verschiebung werden in ein Kraft-Verschiebungs-Diagramm eingetragen. Somit ergibt sich eine Hysterese Schleife. Aus der zeitlichen Änderung der Hysterese Schleife wird der Zustand des Materials, wie z.B. das Auftreten von Rissen oder plastischen Verformungen charakterisiert (Abb. 12). Die Veränderung der Hysterese Schleife mit fortschreitender Grenzschichtermüdung ist Gegenstand der Hysterese messung. Diese Ermüdung lässt sich anhand einer Vielzahl von Kennwerten beschreiben. Hier wird zur Bestimmung der Materialdämpfung das Verhältnis von Verlustarbeit zu Speicherarbeit für ein Schwingenspiel bestimmt.

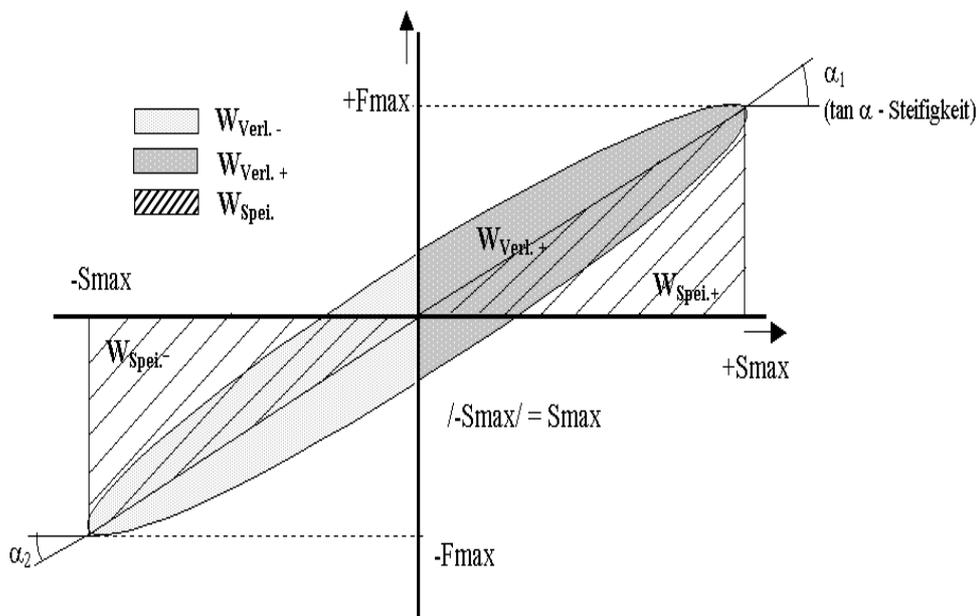


Abb. 12: Darstellung und Kennwertermittlung aus einer Hysterese Schleife.

#### Verlustarbeit:

Die Verlustarbeit entspricht der während eines Schwingenspiels von der Hysterese Schleife umschlossenen Fläche. Diese Verlustarbeit entsteht durch irreversible Energiedissipation z.B. aufgrund von Reibungswärme, Deformation, Rissbildung etc. Sie wird berechnet aus der Gleichung:

$$W_V = \int_0^{S_{max}} (F \uparrow - F \downarrow) dS + \int_{-S_{max}}^0 (F \downarrow - F \uparrow) dS \quad , \quad (1)$$

*Speicherarbeit:*

Die Speicherarbeit ist eine volumenbezogene Arbeit, die in der Verformung der Grenzschicht bei der maximalen Verschiebung während eines Schwingenspieles gespeichert ist. Zur Bestimmung dieser Arbeit wird in die gemessene Hystereseschleife eine Mittenkurve hineingelegt, welche die Extremwerte der Hystereseschleife verbindet. Die Fläche zwischen der Mittenkurve und der Abszisse vom Minimum bis Maximum der Verschiebung ermöglicht die mathematische Berechnung der Speicherarbeit.

$$W_S = \int_0^{S_{\max}} \frac{1}{2} (F \uparrow + F \downarrow) dS + \int_{-S_{\max}}^0 \frac{1}{2} (F \downarrow + F \uparrow) dS \quad , \quad (2)$$

*Grenzschichtdämpfung:*

Zur Bestimmung der Grenzschichtdämpfung wird das Verhältnis von Verlustarbeit und Speicherarbeit für ein Schwingenspiel bestimmt.

$$\Lambda = \frac{W_V}{W_S} \quad (3)$$

*Steifigkeit:*

Die Steigung der Mittenkurve erlaubt es, Aussagen über die lasthöhenabhängige Steifigkeit der Grenzschicht in verschiedenen Phasen (Zug oder Druckphase) zu treffen. Die Änderung der Steifigkeit mit der Belastungsdauer ist ein Maß für die während der Ermüdungsbelastung aufgetretene Schädigung [5].

$$\tan \alpha = (F_{\max} - (-F_{\max})) / 2 S_{\max} \quad , \quad (4)$$

*Scheinbare Scherfestigkeit:*

Die scheinbare Scherfestigkeit wird aus der maximal erreichten Kraft  $F_{\max}$  dividiert durch die Mantelfläche der Glasfaser berechnet:

$$\tau_i = \frac{F_{\max}}{\pi d_f l_e} \quad , \quad (5)$$

wobei  $l_e$  die Einbettlänge und  $r_f$  der Faserdurchmesser ist.

*E-Modul:*

Der E-Modul wird aus dem Verhältnis zwischen der maximal erreichten scheinbaren Scherfestigkeit bei einer definierten Verschiebung der Faser  $\Delta S$  gegenüber der Matrix bei einem Schwingenspiel berechnet:

$$E = \frac{\tau_i}{\varepsilon} = \frac{\frac{F_{\max}}{\pi d_f l_e}}{\frac{\Delta S}{l_e}} \quad , \quad (6)$$

### 3.2.2.2 Dynamische Hysteresemessung, Dauerbelastungstest

Auch bei dynamischer (sinusförmiger) Anregung sind die eigentlichen Messgrößen die zeitabhängige Verschiebung und Kraft (Abb. 13). Alle anderen Auswerte- und Kenngrößen werden aus diesen Messwerten anhand von zwei unterschiedlichen Berechnungsmethoden ermittelt. Die erste wird in Anlehnung an EN ISO 6721-1 [74] berechnet und die zweite geht auf LAZAN zurück [73]. Um vergleichbare Kennwerte zu erreichen, wurde bei der Auswertung der gleiche Berechnungsweg benutzt.

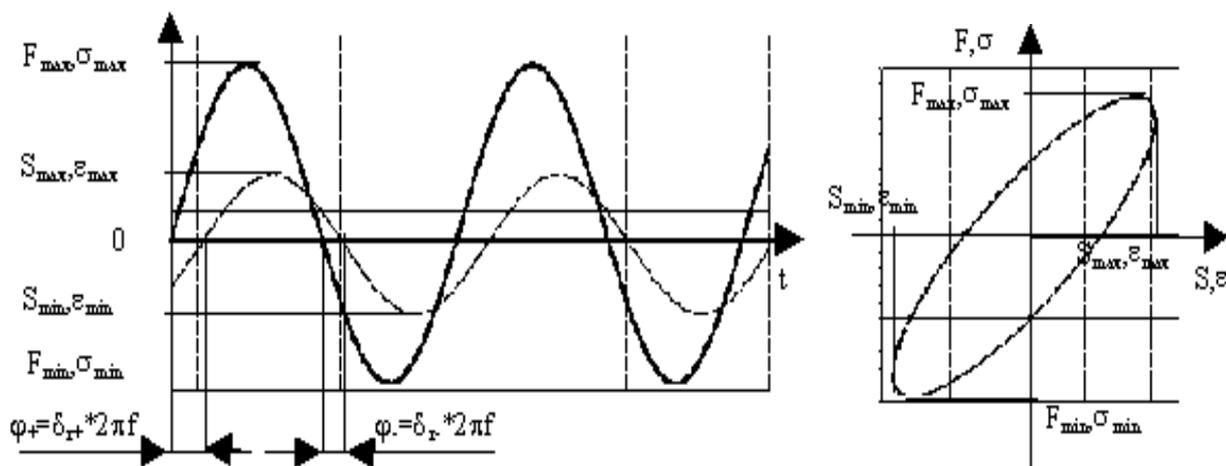


Abb. 13: Sinusförmige Beanspruchung bei dem Dauerbelastungstest (dynamische Messung) und daraus resultierende Hystereseschleife (rechts)

Bei dem Dauerbelastungstest erfolgt die Ansteuerung des Piezotranslators mittels eines Funktionsgenerators. Bei dieser Versuchsanordnung kann die vom Funktionsgenerator erzeugte Sinusschwingung bezüglich ihrer Amplitude nicht online durch das gemessene Kraftsignal geregelt werden. Aus diesem Grund können die Proben in der gegenwärtigen Messplatzkonfiguration nur mit einer definierten Dehnungsfunktion belastet und die daraus resultierende Kraft gemessen werden.

Aus dem Funktionsverlauf beider Messgrößen über mehrere Vollschnwingungen werden jeweils neben der Kraft- und Auslenkungsamplitude und dem Phasenwinkel  $\delta$  zwischen Kraft- und Auslenkungsverlauf unter Einbeziehung der geometrischen Parameter des Messobjekts (Faserdurchmesser und Einbettlänge) die Scherspannung  $\sigma$  und die Scherdehnung  $\varepsilon$  berechnet. Dabei werden in der Faser und in der Matrix auftretende Normalspannungen und Normaldehnungen vernachlässigt.

Eine aufgebrachte mechanische Beanspruchung, d.h. Spannung oder Deformation hat ein entsprechendes Antwortsignal, Deformation bzw. Spannung, zur Folge, das hinsichtlich Amplitude und Phasenverschiebung ausgewertet wird (Abb. 13).

Auf Grund der großen Datenmenge erfolgt die Erfassung des Kraft- und des Auslenkungsverlaufes am Messobjekt beim Dauerbelastungstest diskontinuierlich. Die Auswertung erfolgte am Anfang der Messung bis 1000 nach jeweils 100 Schwingungszahlen, dann jeweils in tausender Schritten bis 10 000 Schwingungszahlen und nachfolgend in zehntausender Schritten bis zu 100 000 Schwingungen. Dabei wurden jeweils fünf Schwingungen gemessen und ausgewertet. Bei 100 000 Schwingungen wurde die Messung beendet.

#### *Komplexer Modul $E^*$ :*

Der komplexe Modul ist das Verhältnis aus dynamischer Spannung, gegeben durch  $\sigma(t) = \sigma_{\max} \exp(i2\pi ft)$ , und dynamischer Verformung, gegeben durch  $\varepsilon(t) = \varepsilon_{\max} \exp[i(2\pi ft - \delta)]$ , eines viskoelastischen Materials, das einer sinusförmigen Schwingung ausgesetzt ist, wobei  $\sigma_{\max}$  und  $\varepsilon_{\max}$  die Spannungs- und Dehnungsamplituden sind,  $f$  die Frequenz,  $\delta$  der Phasenwinkel zwischen Spannung und Dehnung (siehe

Abbildung 13) und  $t$  die Zeit ist. Der komplexe Modul  $E^*$  wird in den Speichermodul  $E'$  (Realteil) und den Verlustmodul  $E''$  (Imaginärteil) aufgeteilt.

$$E^* = M' + iM'' \quad , \quad (7)$$

Dabei handelt es sich um dynamischelastische Kenngrößen und es sind werkstoffspezifische Eigenschaften, die neben den Messbedingungen und der Vorgeschichte vor allem von der Frequenz abhängen. Der Realteil des Moduls kann zur Beurteilung der elastischen Eigenschaften herangezogen werden, der Imaginärteil spiegelt die viskosen Eigenschaften wieder.

*Speichermodul  $M'$ :*

Der Speichermodul ist proportional zur maximal während einer Belastungsperiode gespeicherten Arbeit und stellt die Steifigkeit eines viskoelastischen Werkstoffes dar.

*Verlustmodul  $M''$ :*

Der Verlustmodul ist proportional zur Arbeit, die während einer Belastungsperiode dissipiert (plastische Verformung) wird.

*Betrag des komplexen Moduls  $|E|$  (Abb. 14):*

Der Betrag des komplexen Moduls ist das quadratische Mittel aus Speicher- und Verlustmodul nach der Gleichung:

$$|E|^2 = (M')^2 + (M'')^2 = (\sigma_{\max} / \epsilon_{\max})^2 \quad , \quad (8)$$

wobei  $\sigma_{\max}$  bzw.  $\epsilon_{\max}$  die maximalen Amplituden der Spannung sowie Dehnung sind.

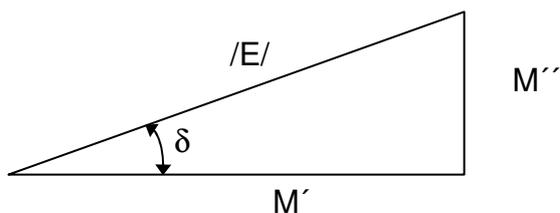


Abb. 14: Beziehung zwischen dem Speichermodul  $M'$ , dem Verlustmodul  $M''$ , dem Phasenwinkel  $\delta$  und dem Betrag des komplexen Moduls  $|E|$

### *Der Phasenwinkel $\delta$ :*

Der Phasenwinkel  $\delta$  kennzeichnet die Phasenverschiebung zwischen der dynamischen Spannung und der dynamischen Verformung eines viskoelastischen Materials, das einer sinusförmigen Schwingung ausgesetzt ist.

### *Verlustfaktor $\tan \delta$ :*

Aus dem Verhältnis zwischen Verlust- und Speichermodul wird der Verlustfaktor  $\tan \delta$  berechnet. Dieser wird üblicherweise als ein Maß für die Energieverluste bei einer Schwingung, bezogen auf die wiedergewinnbare Energie, benutzt. Er kennzeichnet die mechanische Dämpfung oder innere Reibung eines viskoelastischen Systems.

$$\tan \delta = M'' / M' \quad , \quad (9)$$

Ein hoher  $\tan \delta$ - Wert kennzeichnet ein Material mit hohem nichtelastischen Verformungsanteil (viskoses Verhalten), ein niedriger Wert ein eher elastisches Material.

Anhand dieses Messverfahrens können das Zeitverhalten sowie die Energiedissipationsmechanismen im Grenzschichtbereich bei den Einzelfaser-Modellverbunden in Bezug auf die Veränderungen der mechanischen Eigenschaften untersucht werden. Die Lebensdauer und der Verlauf der Veränderung der Eigenschaften hängt wesentlich von der Fähigkeit der Grenzschichtbereiche ab, den Rissfortschritt durch Initiierung energiedissipativer Prozesse zu behindern.

### **3.2.3 Steifigkeitsveränderung**

Während einer Wechselbeanspruchung ist eine Verschiebung der Lage der Hystereseschleife zu erwarten. Bei Erhöhung der Belastung kommt es zum Steifigkeitsabfall. Dies ist exemplarisch in Abbildung 15 für eine ungeschlichtete Glasfaser in Epoxidharzmatrix dargestellt. Der Anstieg der Hysteresekurve verringert sich mit steigender Lastwechselzahl. Daraus folgt eine Verringerung von  $\tan \delta$ . Des Weiteren nimmt die Fläche in der Hysteresekurve zu, was auf eine Erhöhung der Verlustarbeit hindeutet. Diese Erhöhung wird durch eine irreversible Schädigung des

Materials verursacht.

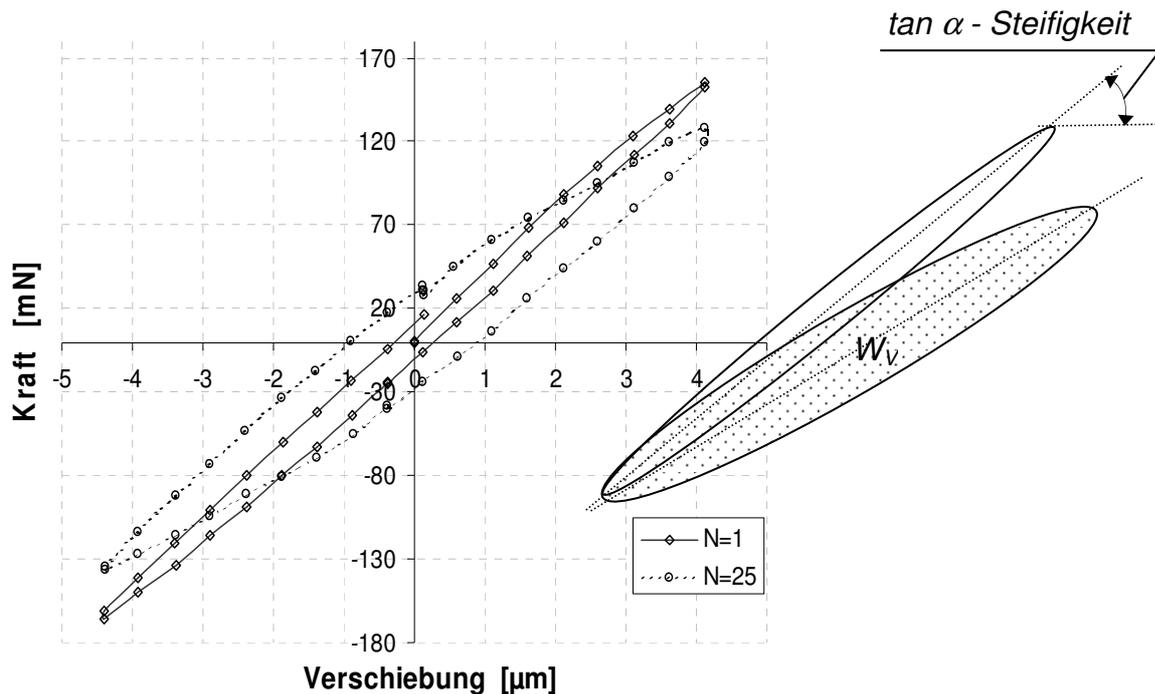


Abb. 15: Veränderung der Hystereseschleife eines Verbundes aus PVAc-geschichteter Glasfaser und Epoxidharzmatrix bei einer zyklischen Belastung nach 100 Schwingspielen

### 3.2.5 Ausgewählte Belastungsverläufe beim HystereseMessverfahren

#### 3.2.4.1 Einstufenversuch

1. Bei dem Einstufenversuch (Abb. 16) mit konstanter, symmetrischer Beanspruchung kann die Kennwertänderung (Schädigungsfortschritt) in Abhängigkeit von der Beanspruchungsdauer bis zum Bruch erfasst werden. Gleichzeitig kann untersucht werden, wo die Schädigungsgrenze liegt. Bei der HystereseMessung wurde der Einstufen-Wöhlerversuch sowohl für die statische Beanspruchung mit der Verschiebung von  $\pm 4 \mu\text{m}$  für 100 Schwingspiele, als auch für die dynamische Anregung mit der Verschiebung von  $\pm 3 \mu\text{m}$  für 100 000 Schwingspiele gewählt.

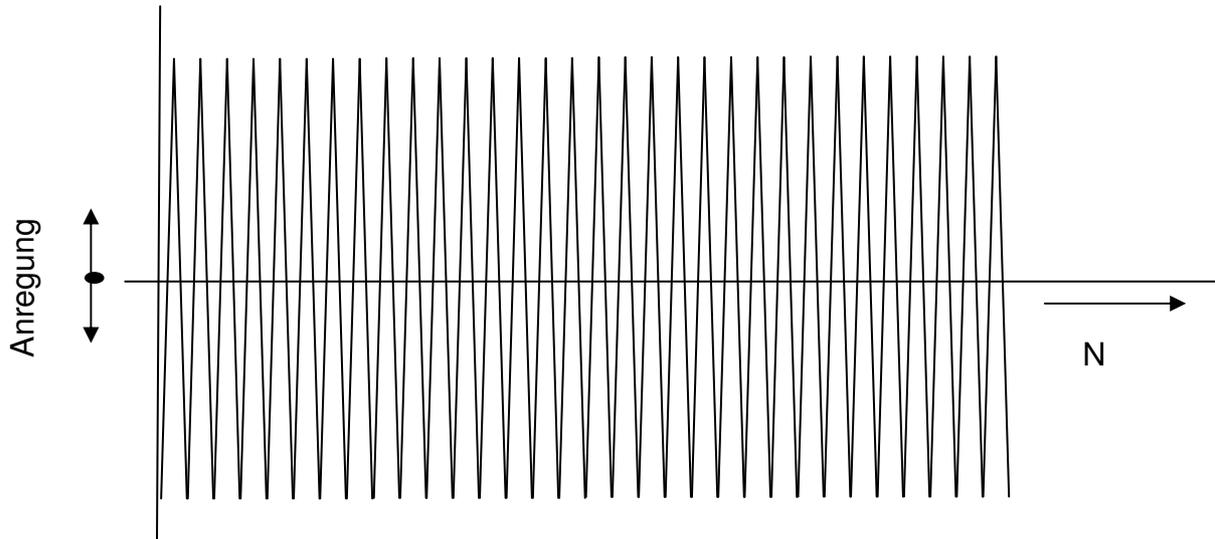


Abb.16: Einstufen-(Wöhler)versuch

### 3.2.4.2 Laststeigerungsversuch

Dieser Versuch kann wertvolle Informationen über die eingebrachte Schädigung, die von dem vorangehenden Lastniveau abhängig ist, geben. Eigenschaften des Einzelfaser-Modellverbundes im Grenzschichtbereich (Steifigkeit, E-Modul etc.) bei linear-elastischem Materialverhalten sind von der Belastungshöhe unabhängig. Dementsprechend kann beispielsweise bei einer Veränderung der Eigenschaften (z.B. E-Modul) zwischen elastischem und plastischem Materialverhalten im Grenzschichtbereich auf verschiedenen Lastniveaus differenziert werden. Es wird die Art und die Geschwindigkeit der Veränderung der HystereseKennwerte unterhalb des Schädigungsbereichs untersucht.

Für die Auswahl der Lastniveaus müssen Grenzen sinnvoll gewählt werden. Diese können anhand der Ergebnisse der langsamen mikromechanischen Untersuchung, bevor der Bruch eintritt, bestimmt werden.

Beim Laststeigerungsversuch (Abb. 17) wurde nach einer Anfangsverschiebung von  $2\ \mu\text{m}$  nach jeder schrittweise erhöhten Verschiebung im Zugbereich von  $0,5\ \mu\text{m}$  (jeweils 20 Schwingspielzahlen) eine Entlastung auf ein quasi-schädigungsfreies Lastniveau bei einer Verschiebung von  $2\ \mu\text{m}$  (jeweils 5 Schwingspielzahlen) vorgenommen. Die Geschwindigkeit bei dem Laststeigerungsversuch beträgt wie bei dem Einstufenversuch  $0,5\ \mu\text{m/s}$  ( $\sim 0,03\text{Hz}$ ). Die Messwerte werden sowohl aus dem quasi schädigungsfreiem Lastniveau (jeweils fünf Schwingspiele), als auch aus dem

gesamten Messverlauf bei allen Lastniveaus entnommen und ausgewertet.

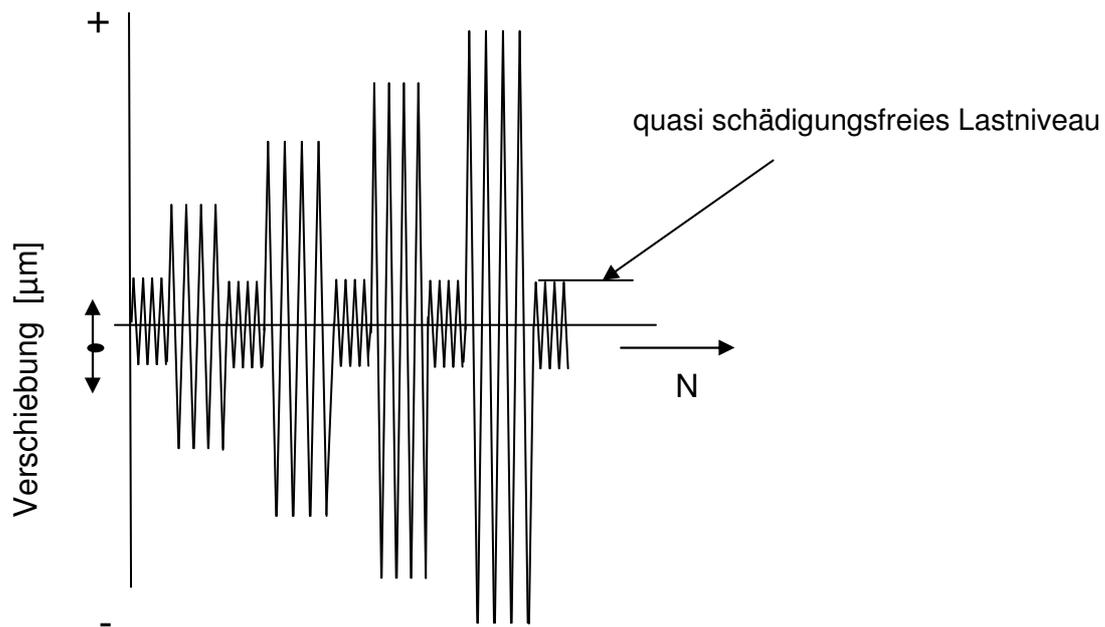


Abb.17: Laststeigerungsversuch

Bei dieser Versuchsanordnung wird ein schlagartiges Versagen der gesamten Grenzschicht verhindert. Damit werden die Messungen im Bereich vor dem Bruch durchgeführt.

### 3.3 Messwerterfassung und Fehlerbetrachtung

Die zu untersuchenden Einzelfaser-Modellverbunde werden in einer dehnungsgesteuerten Hysteresemessanlage einer sinusförmigen Schwingungsbelastung ausgesetzt. Es werden als eigentliche Messgrößen in Form von Spannungssignalen die zeitabhängige Verschiebung und die einwirkende zeitabhängige Kraft aufgenommen. Mittels linearer Übertragungsfunktionen werden aus diesen Spannungswerten die Verschiebung und die Kräfte berechnet.

Die erzielbare Messgenauigkeit ist einerseits von der Genauigkeit der Kraft- und Dehnungsmessung und andererseits von der elektronischen und numerischen Verarbeitung des Kraft- und Dehnungssignals abhängig. Für eine hohe Messgenauigkeit ist es wichtig, dass die Messunsicherheiten durch die Auflösungsgrenzen und die Fehler der Messapparatur (messapparaturbedingte Phasenverschiebung zwischen dem Kraft- und dem Wegsignal) gegenüber den eigentlichen Messgrößen vernachlässigbar klein sind.

Um dies zu gewährleisten, sind unterschiedliche Anforderungen bezüglich der Kraftmessung und Wegauslenkung zu beachten. Hier ist vor allem eine hohe Steifigkeit und eine kleine aber spielfreie Auslenkung notwendig, die nur mittels eines Piezotranslators und einer piezoresistive Kraftmessdose realisiert werden kann.

Ebenso soll bei der Fixierung des Faserendes an den Fasersteg keine Verschiebung zugelassen werden. Die Verwendung eines Klebstoffes führt jedoch zur Überlagerung der viskoelastischen Eigenschaften des Klebstoffes mit den gemessenen Eigenschaften des Einzelfaser-Modellverbundes, was die resultierende Verschiebung im Verbund verfälscht. Um den Einfluss des Klebstoffes auf die mechanischen Eigenschaften der Grenzschicht einschätzen zu können, wurde eine Evaluierung anhand einer mikroskopischen Messung der Faser-Matrix-Verschiebung durchgeführt.

Der Messverstärker 9243-V001 liefert ein Ausgangssignal von  $\pm 10$  V. Auf diese Spannung wird der Kraftmessbereich der Kraftmessdose von  $\pm 2,5$  N abgebildet, d.h. der Messverstärker liefert ein Ausgangssignal von 4 mV/mN. Die Multifunktionskarte hat eine Auflösung von 16 Bit, d.h. eine Eingangsspannung von  $\pm 10$  V wird auf 0,3 mV aufgelöst. Diese Spannung entspricht einer auflösbaren Kraft von 0,075 mN.

Der Messausgang des Piezoverstärkers bildet die Auslenkung des Piezotranslators von maximal 120  $\mu\text{m}$  auf eine Spannung von 10 V ab, d.h. der Messausgang liefert ein Ausgangssignal von 83,3 mV/ $\mu\text{m}$ . Mit einer auflösbaren Spannung der Multifunktionskarte von 0,3 mV ergibt sich damit eine auflösbare Auslenkung von ungefähr 4nm. Diese Auflösungsgrenze ist identisch mit der Auflösungsgrenze für die Ausgabe des Steuerwertes für den Sollwert des Piezotranslators. Die genannten Größen sind theoretische Auflösungsgrenzen, die maximal erreichbar sind.

Die Steifigkeit des Piezotranslators beträgt 15 N/ $\mu\text{m} \pm 20\%$ . Bei den durchgeführten Messungen im Belastungsbereich von 150 mN ist die Verschiebung des Piezotranslators vernachlässigbar. Eine Fehlerquelle liegt in der geringen Steifigkeit der Kraftmessdose, die mit 25-70  $\mu\text{m}$  bei Nennlast (2,5 N) angegeben wird. Diese entspricht einer Längenänderung der Kraftmessdose von 1-3  $\mu\text{m}$  bei üblichen auftretenden Messkräften von 100 mN. Da diese Längenänderung konstruktiv bedingt ist und relativ linear von der aufgeprägten Kraft abhängt, kann sie gemessen und unter der Annahme, dass sie stabil ist, softwaremäßig korrigiert werden. Der Phasenwinkel kann theoretisch bis auf  $0,5^\circ$  aufgelöst werden, da pro Schwingung 720 Abtastwerte genommen werden.

### 3.4 Temperatureinfluss

Ein weiterer nicht zu vernachlässigender Einfluss auf die Messgenauigkeit ist die Umgebungstemperatur. Temperaturveränderungen bewirken Kraftschwankungen, die die Messergebnisse verfälschen. Der Kraftsensor besitzt einen Temperaturfehler von 0,3‰ vom Endwert/K für den Nullpunkt und für den Endwert, d.h. 0,75 mN/K Nullpunktfehler und 0,03 mN/K Kennwertfehler bei einem Messwert von 100 mN.

Bei der Fehlerabschätzung müssen auch die temperaturabhängigen Materialkennwerte der Messapparatur berücksichtigt werden. Besonders kritisch sind hierbei die unterschiedlichen Längenausdehnungskoeffizienten der Materialien (Tabelle 5). Nachteilig wirkt sich dabei die parallele Anordnung von Aluminiumgestell und Stahlteilen mit dem Piezotranslator aus. (Abb. 18 )

Tabelle: 5 Technische Daten [75]

	Aluminiumgestell	Stahlteile (Edelstahl)	Piezotranslator
Länge [mm]	$L_{AL} = 280,5$	$L_{ST} = 153,8$	$L_{PI} = 126,7$
Ausdehnungskoeffizient [K <sup>-1</sup> ]	$\alpha_{AL} = 24 \times 10^{-6}$	$\alpha_{ST} = 18 \times 10^{-6}$	$\alpha_{PI} = 11 \times 10^{-6}$
Ausdehnungsdifferenz [mmK <sup>-1</sup> ]	$\Delta L_{AL} = 6,732 \cdot 10^{-3}$	$\Delta L_{ST} = 2,7684 \cdot 10^{-3}$	$\Delta L_{PI} = 1,3937 \cdot 10^{-3}$

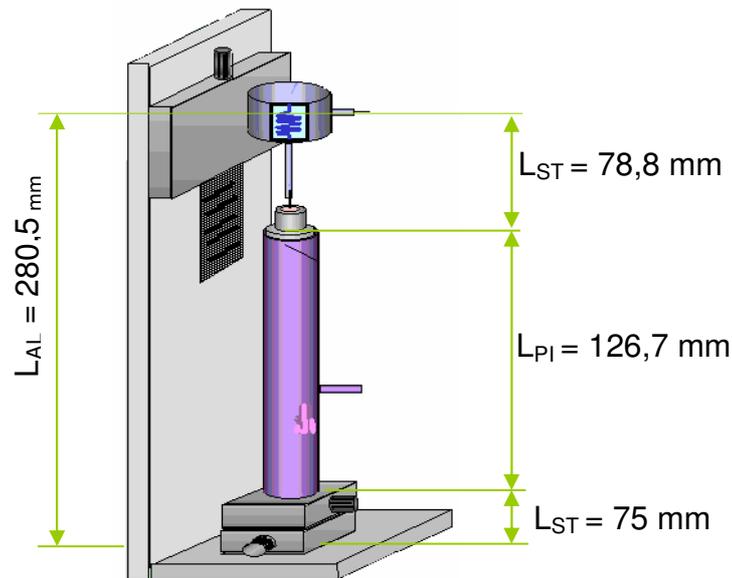


Abb. 18: Darstellung der Abmaße der Bauteile der Messapparatur mit Angabe des Werkstoffes

Nach der Gleichung  $\Delta L = \alpha L_0 \Delta T$  ist die theoretische Ausdehnungs-differenz  $\Delta L$  zwischen dem senkrechten Schenkel des Aluminiumgestells und der Kombination aus Stahlteilen und Piezotranslator  $\Delta L = 2,569 \text{ } \mu\text{m/K}$ .

Die berechnete Abweichung wurde mit einem Experiment (eine symmetrischen Dehnungsbelastung von 10 Hz und einer Anregungsamplitude von  $5 \text{ } \mu\text{m}$  eines Wöhlerversuchs) bestätigt. Die Anfangstemperatur betrug im Mittel  $26,7^\circ \text{ C}$ . (Im unklimateisierten Raum war die Umgebungstemperatur nicht kontrollierbar, so dass ständige kleine Schwankungen unvermeidbar waren. Störungsquellen waren Resonanzquellen anderer Laborgeräte sowie sonstige auftretende Störungen (z.B. Spannungsschwankungen)). Nach einer Absenkung der Temperatur betrug am Ende die Differenz  $\Delta T = 0,7 \text{ K}$ . Hieraus folgt, dass eine Änderung um  $0,5 \text{ K}$  eine Kraft von  $20,26 \text{ mN}$  hervorruft. Dabei entsprach eine Dehnung von  $1 \text{ } \mu\text{m}$  einer Kraft von  $14,18 \text{ mN}$ . Die errechnete theoretische Ausdehnungsdifferenz der Anlage ( $\Delta L = 2,569$

$\mu\text{m}/\text{K}$ ) erzeugte bei einem Temperaturunterschied von 0,5 K eine Kraft von 18,2 mN. Die Abweichung vom Sollwert beruht auf der unzureichenden Genauigkeit der Temperaturmessung. Das beweist, dass eine Temperaturänderung von 0,5 K eine Dehnung von 1,28 ( $\pm 0,15$ )  $\mu\text{m}$  bedingt (theoretisch 1,28  $\mu\text{m}$ , gemessen 1,43  $\mu\text{m}$ ). Zum Schutz vor schlagartigen Temperaturänderungen (Zugluft) wurde das Gerät in ein Gehäuse eingebaut. Während der Messungen muss Temperaturkonstanz gewährleistet werden, um Auslenkungen im Mikrobereich über längere Zeiträume unter definierten Bedingungen nicht durch Temperatureinflüsse zu verfälschen.

### 3.5 Faserfixierung

Da der Klebstoff auch ein Polymer ist und viskoelastische Eigenschaften aufweist, wäre denkbar, dass sich die Eigenschaften des Klebstoffes mit den Eigenschaften des Einzelfaser-Modellverbundes überlagern, oder sogar die Eigenschaften des Klebstoffes die gesamte Messung soweit beeinflussen, dass die gesamte Messung verfälscht wird. Um ausschließlich die Faser-Matrix-Verschiebung und nicht durch das Festkleben der Faser auf den Fasersteg hervorgerufene Überlagerung der Eigenschaften des Klebstoffes mit den Eigenschaften des Einzelfaser-Modellverbundes zu messen wurde eine mechanische Klemme für die Kraftübertragung auf das freie Faserende entwickelt. Diese Klemme besteht aus Edelstahl. Erste Versuche mit einer Blattfeder, die die Klemmkraft erzeugt, erwiesen sich jedoch als nicht sinnvoll, da beim Schließen der Klemme die Blattfeder bewegt werden musste und dadurch die Glasfaser geschädigt wurde.

Mit einer Kombination des Klebstoffes mit der mechanischen Klemme wurde eine Verbesserung der Genauigkeit bezüglich der realen Faser-Matrix-Verschiebung um ca. 10%<sup>4</sup> erreicht. Allerdings würde diese Lösung zu keiner akzeptablen Verbesserung der Messung führen. Aus diesem Grund wurde zusätzlich zu der Hysteresemessanlage eine mikroskopische Einrichtung („Long-Distance-Microscope“) mit einer Hochgeschwindigkeitskamera aufgebaut (Abb.20). Mittels mikroskopischer Messungen („Long-Distance-Microscope“) kann die reale Verschiebung zwischen Faser und Matrix während des statischen Versuchs visualisiert, gemessen und anschließend das Ergebnis korrigiert werden.

---

<sup>4</sup> Dieser Wert bezieht sich auf die anhand der mikroskopischen Untersuchung (Long-Distance-Microscope) erreichte Messergebnisse.

Auch bei zyklischer Beanspruchung werden sich die Eigenschaften des Klebstoffes mit den Eigenschaften des Einzelfaser-Modellverbundes überlagern. Aus diesem Grund wurden Untersuchungen hinsichtlich der Klebstoffeigenschaften sowohl bei einer quasistatischen als auch bei einer dynamischen Belastung in einem Ermüdungstest durchgeführt (Hysteresemessung). Bei diesen Versuchen hat sich herausgestellt, dass der Klebstoff bis zu einer bestimmten Schwingspielzahl keine Veränderungen weder in der Form der Hystereseschleife noch bei dem Verlauf der Steifigkeit, Dämpfung etc. zeigt. Erste Veränderungen sind erst bei ca. 300 000 Zyklen aufgetreten. Dies erlaubt den Schluss, dass die Hysteresemessung sowohl für die quasi-statische als auch für die Dauerversuche bis zu einer bestimmten erlaubten Anzahl von Schwingspielen (dynamisch bis 100000 Zyklen, quasi-statisch bis 100 Zyklen) zur Charakterisierung der Grenzschichteigenschaften ohne Überlagerung der Klebstoffeigenschaften angewendet werden kann.

### 3.6 Nachweis der Sicherheit gegenüber Knickung der freien Glasfaser

Aus der Modelldarstellung der Verbindung zwischen dem Einzelfaser-Modellverbund und dem Fasersteg, an dem die einzelne Faser angeklebt ist, wird ersichtlich, dass auch andere Faktoren, z.B. freie Faserlänge, Klebstoffstelle am Fasersteg, die Messergebnisse beeinflussen können (Abb. 19).

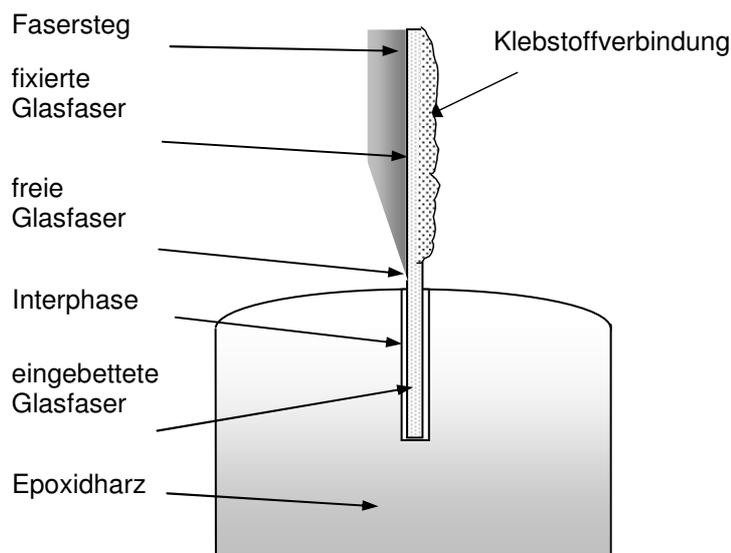


Abb. 19: Modelldarstellung des befestigten Einzelfaser-Modellverbunds

Da bei den mikromechanischen Hysteresemessungen die Belastung sowohl im Zug- als auch im Druckbereich vorgegeben wird, kann bei der Druckbelastung eine Knickkraft entstehen, bei der die freie Glasfaser ausknicken kann. Die Knickkraft wird durch die Form des Prüfkörpers, seine Eigenspannung und seinen Elastizitätsmodul bestimmt. Elastische Knickung:  $F_k/A < \sigma_E$ , wobei die Knickspannung  $F_k/A$  unterhalb der Elastizitätsgrenze  $\sigma_E$  liegt. In diesem Fall kann die Knickkraft nach der Eulerschen Formel berechnet werden:

$$F_k = \pi^2 \frac{E \cdot J}{s^2} \quad , \quad (10)$$

$$J = \frac{\pi d^4}{64} \quad , \quad (11)$$

wobei J das kleinste axiale Trägheitsmoment, E der Elastizitätsmodul der Glasfaser, d der Glasfaserdurchmesser und s Knicklänge ist. Der Berechnung der Knickkraft zufolge bei einer Knicklänge von 20µm wurde festgestellt, dass keine Knickung der Faser bis zu Kräften < 1,881N auftritt. Maximale Kräfte bei der Hysteresemessung liegen bei 0,25 N, so ist bei unseren Versuchen nicht mit Knickung zu rechnen.

### 3.7 Bestimmung der wahren Faser-Matrix-Verschiebung

Um bei der Hysteresemessung die reale Verschiebung zwischen Faser und Matrix im Einzelfaser-Modellverbund ohne Überlagerung der viskoelastischen Eigenschaften des Klebstoffes zu untersuchen, wurde eine mikroskopische Einrichtung (Long Distance Microscope) aufgebaut. (Abb. 20). Anhand der mikroskopischen Untersuchung kann während des Versuchs die Verschiebung des Gesamtsystems visualisiert und anschließend das Ergebnis korrigiert werden.

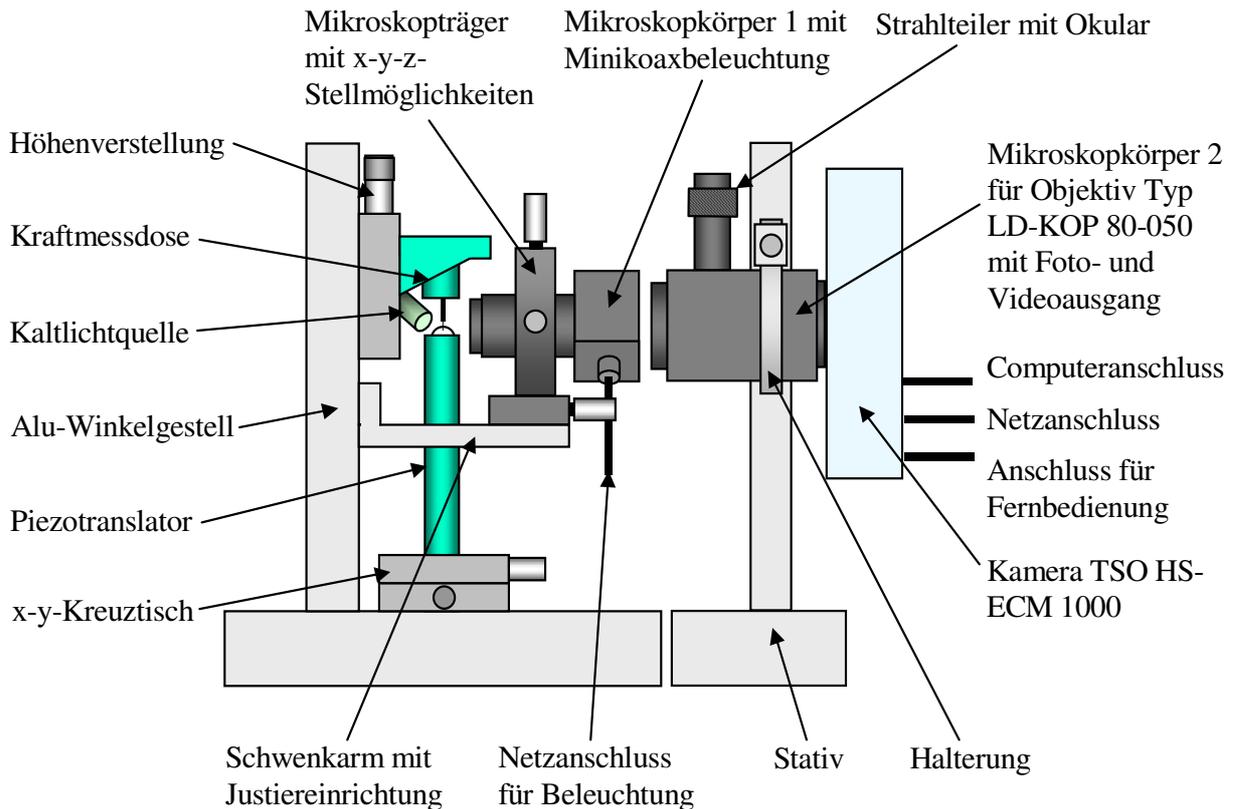


Abb. 20: Gerätetechnischer Aufbau der Hysterese messanlage, gekoppelt mit dem Long-Distance-Microscope

Die Anlage besteht aus einem LD-Koppelmikroskop (Long Distance Microscope) Typ LD-KOP 80-050 und einer Hochgeschwindigkeitskamera TSO HS-ECM 1000. Das LD-Koppelmikroskop ermöglicht bei relativ hohen Arbeitsabständen (bis zu 15mm) eine 500-fache Vergrößerung. Wesentliche Voraussetzung ist, dass diese Apparatur schwingungsentkoppelt arbeiten ermöglicht. Der Mikroskopkörper 1 ist mit einer Grünlicht-Minikoaxbeleuchtung und mit einer präzisen x-y-z-Stellmöglichkeit ausgestattet. Grünlicht besitzt wegen der kürzeren Wellenlänge eine höhere Auflösung. Der Arbeitsabstand des Mikroskopkörpers 1 vom Modellverbund beträgt etwa 15 mm. Der Mikroskopkörper 1 sitzt auf einem Schwenkarm mit einer zusätzlichen Justiereinrichtung in x-y-Richtung. Durch den Schwenkarm sind immer gleiche Einstellungen und damit die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse gewährleistet. Eine zusätzliche Kaltlichtquelle liefert für die Aufnahmen mit der Kamera eine bessere Bildqualität und die flexiblen Lichtleiter ermöglichen ein feinfühliges Justieren des Lichts. Die entkoppelte Komponente, der Mikroskopkörper 2 ist an einem unabhängigen Stativ angebracht und hat einen Foto-, bzw.

Videoausgang, einen Okulareinblick und Fadenkreuz sowie ein Irismodul zur Regulierung der Tiefenschärfe. Das Objektiv besitzt ein Kameraobjektfeld von etwa 50  $\mu\text{m}$ , was in Abstimmung mit der Kamera gewählt wurde.

Die Hochgeschwindigkeitskamera kann schnell ablaufende Bewegungsprozesse mit Bildraten von 50 bis 1000 Bildern pro Sekunde aufzeichnen, d.h. 50  $\mu\text{s}$  ist die kürzeste Verschlusszeit. Mit dem integrierten 3,5“ Display können die Abläufe vor Ort analysiert werden. Einzelbildbetrachtungen oder Videosequenzen ermöglichen eine den Bedürfnissen angepasste Auswertung. Benötigte Daten, wie z. B. Aufnahmezeit, Verschlusszeit, Anzahl der Aufnahmen, Bildnummerierung, Bilder pro Sekunde, Zeit sind im Display darstellbar. Über einen Videoausgang RS-170 (NTSC oder PAL) an der Kamera können die Daten an einen PC übertragen und verarbeitet werden. Ein eingebauter digitaler Speicher erlaubt je nach Bildrate die Aufzeichnung unterschiedlich langer Bildsequenzen. Der Aufzeichnungszeitpunkt lässt sich durch einen externen Trigger bestimmen. Bei den hier durchgeführten Versuchen wird mit einer Auflösung von 292 x 220 Pixel gemessen, d. h. bei dem hier angewendeten Kameraobjektfeld von 50  $\mu\text{m}$  entspricht 1 Pixel 171 nm. Zusätzlich muss insbesondere bei extrem kurzen Belichtungszeiten ein hohe Lichtintensität vorhanden sein, um die Objekte kontrastreich darzustellen. Zur Auswertung der Bilddaten steht das Computerprogramm TSO-VID-MESS zur Verfügung (Abb. 21 b)).

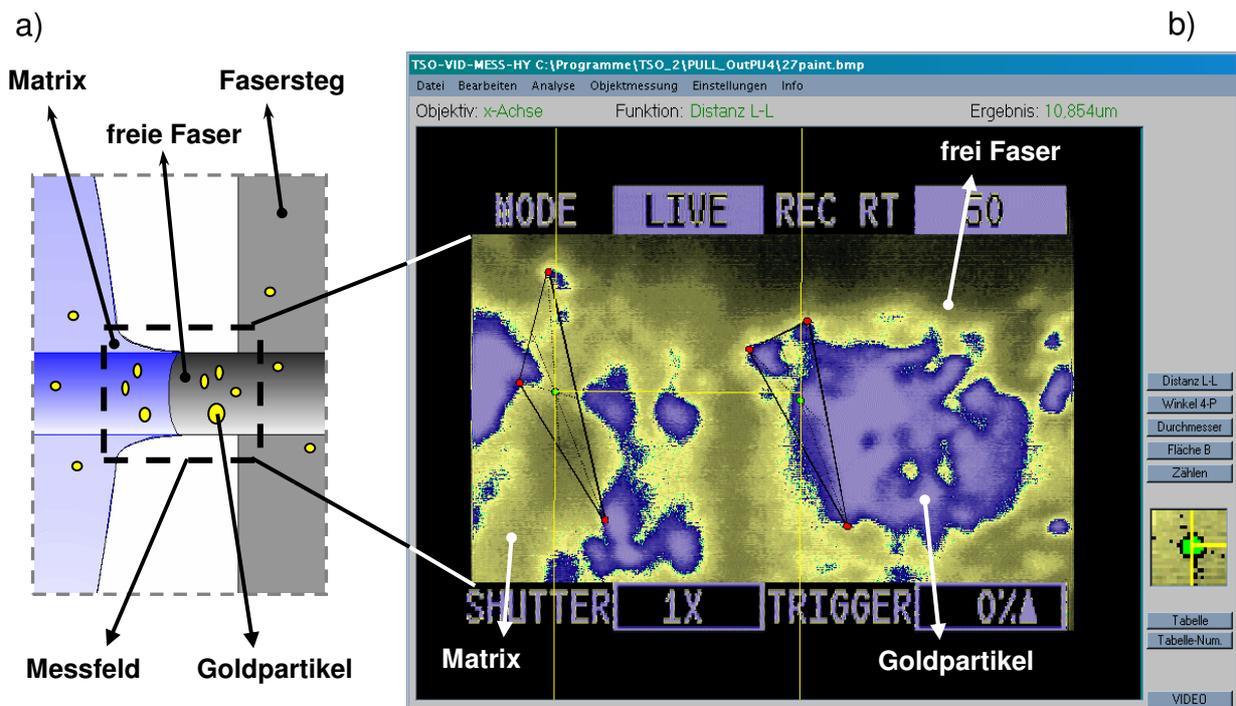


Abb. 21: a) Modelldarstellung des Faser-Matrix-Überganges mit Goldpartikel (gelb), b) Kameraaufnahme des Faser-Matrix-Überganges mit Goldpartikel (blau)

Die Markierung der Fasern erfolgt mittels gut haftender Pigmente. Dazu eignen sich zum Beispiel Goldpartikel (Abb. 21 a) gelb, b) blau), die manuell mit einem Pinsel platziert werden. Diese Markierung ist notwendig, um einen Kontrast auf den glatten konturlosen Oberflächen der Matrix und der Faser zu bilden (Abb. 21 b) gelb). Ohne Pigmente kann man keinen Bezugspunkt im Bildbereich herstellen, da die Reflektionen auf der Matrixoberfläche sich beim Versuch verändern können. Anhand der Pigmente kann grafisch die reale Verschiebung zwischen Marke auf der Faser und Matrix im belasteten und entlasteten Zustand auf 100 nm genau gemessen werden. Dazu wird während der Hysteresemessung nach vorgegebener Zeit (alle 10-30 Sekunden) immer ein Bild fotografiert und gespeichert. Somit kann man den gesamten Verlauf dokumentieren. Aufgrund der feinen Auflösung des Bildbereichs ist eine sehr präzise Einstellung wichtig, um die gewünschten Verschiebung zu betrachten.

### 3.7.1 Vorgehensweise

Abbildung 22 stellt ein Beispiel einer mikroskopischen Untersuchung bei der Anwendung von goldenen Partikeln (blau) dar. Hier wurden nur vier Bilder aus einer Reihe von 30 Bildern ausgewählt, die jeweils nach 10 Sekunden bei einer konstanten Belastungsgeschwindigkeit von  $0,05\mu\text{m/s}$  aufgenommen wurden. Im Bildausschnitt wurden mindestens drei deutlich erkennbare Goldpartikel sowohl an der Matrix als auch an der Faser ausgewählt, aus denen zwei Dreiecke (bzw. Vierecke) gebildet werden können. Zum Ende der Messung muss bestätigt werden, dass die Dreiecke in sich keiner Formveränderung unterzogen sind. Gemessen werden die Abstände vom grafischen Schwerpunkt des „großen“ Dreiecks auf der Matrix zum „kleinen“ Dreieck auf der Faser und der Abstand von den Dreiecken jeweils zum Bildrand. Der Bezugspunkt zum Rand ist möglich, weil die Kamera entkoppelt schwingungsfrei aufgebaut ist und eine Verschiebung zum Objekt nicht stattfindet. Die Gesamtverschiebung kann somit vom Bildrand gemessen werden. Diese muss mit der Verschiebung, die anhand des Piezotranslators gemessen wird, identisch sein (wird als Kontrolle vorgenommen). Die reale Verschiebung zwischen Faser und Matrix resultiert aus der Verschiebung der beiden Dreiecke zueinander. Die ermittelten Messwerte wurden anhand von 6 Messungen bestimmt.

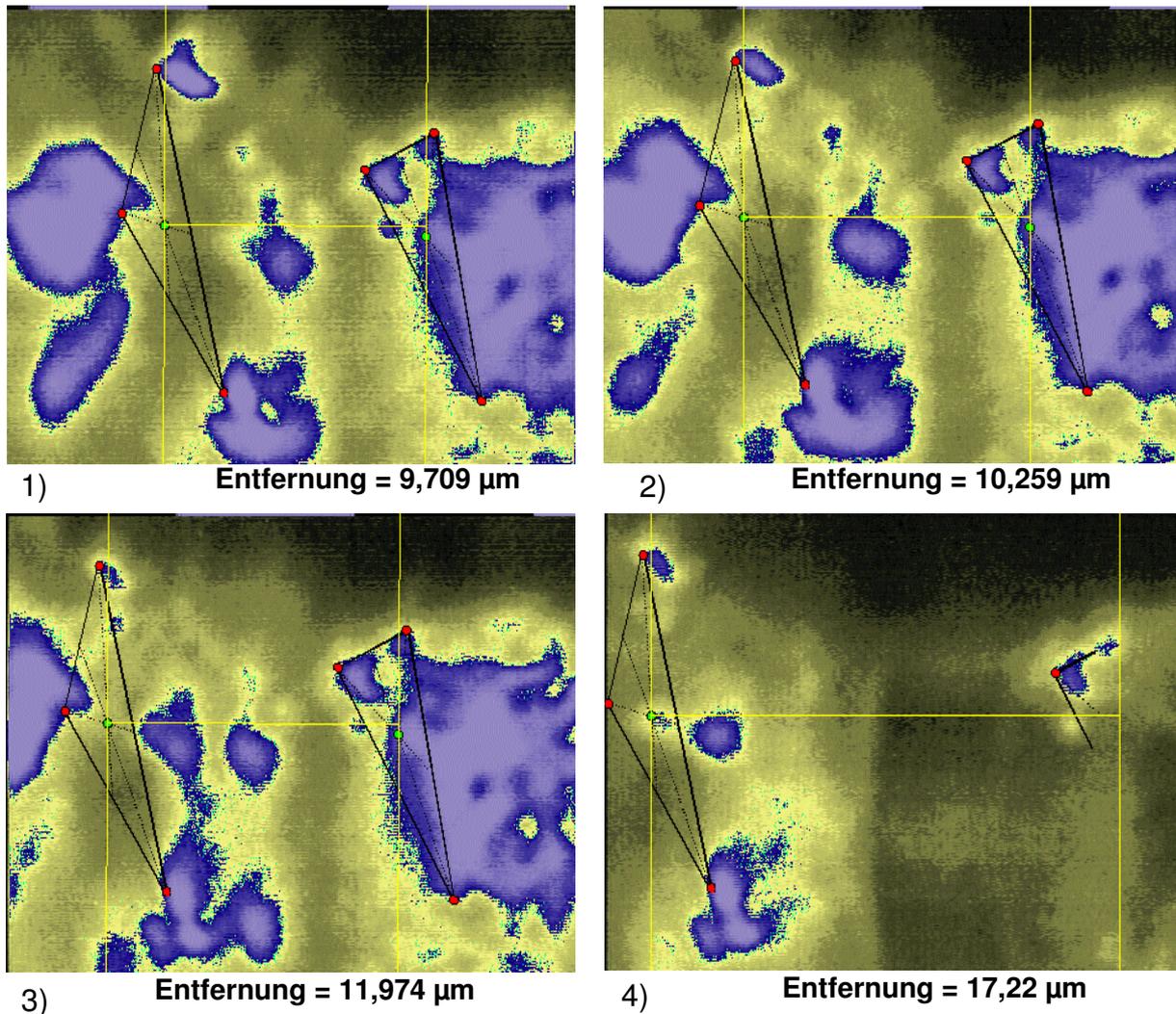


Abb. 22: Darstellung der Verschiebung der Goldpartikel 1) nach einer Verschiebung des Piezotranslators am Anfang der Messung, 2) nach 90 Sekunden (entspricht einer Verschiebung des Piezotranslators von  $4,5\mu\text{m}$  und einer realen Verschiebung von  $0,55\mu\text{m}$ ), 3) nach 180 Sekunden (entspricht einer Verschiebung des Piezotranslators von  $9\mu\text{m}$  und einer realen Verschiebung von  $2,3\mu\text{m}$ ), 4) nach 5 Minuten (herausgezogene Faser aus der Matrix)

Ersichtlich wird die Vergrößerung des Abstandes („Entfernung“) zwischen den Schwerpunkten der Dreiecke. Das vierte Bild zeigt das Mikroskopbild einer versagten Probe. Dieses Bild wurde nach einer zeitlichen Verzögerung von ca. zwei Minuten nach dem Bruch im Grenzschichtbereich (schnelles Absenken der Kraft) aufgenommen, um die Bruchstelle der herausgezogenen Glasfaser aus der Matrix sichtlich zu machen.

Die Eigendehnung der Faser von der freien Faserlänge kann vernachlässigt werden. Sie beträgt bei  $15\mu\text{m}$  freier Faserlänge  $0,375\mu\text{m}$  bei einer Kraft von  $200\text{mN}$ , dem Faserradius  $6\mu\text{m}$  und einem E-Modul der Glasfaser von  $70.000\text{MPa}$  nach  $\epsilon = \sigma / E$ .

Das sind 2,5 %. Dieser Wert wird bei der Messung der Bezugspunkte aufgrund der Geringfügigkeit vernachlässigt.

### 3.7.2 Ergebnisse aus der mikroskopischen Ermittlung der Faser-Matrix-Verschiebung

Am Hysteresemessplatz wurden an einzelnen ausgewählten Einzelfaser-Modellverbunden Faserauszugstests bei einer konstanten quasi-statischen Belastungsgeschwindigkeit von  $0,05 \mu\text{m/s}$  bis zum Versagen der Grenzschicht durchgeführt. Die Messgrößen der Hysteresemessanlage sind die zeitabhängige Verschiebung des Piezotranslators und der Kraft. Zusätzlich wurde mittels einer mikroskopischen Untersuchung (Long-Distance-Microscopes) die reale Verschiebung zwischen der Faser und der Matrix ermittelt. Die Ergebnisse sind in der Abbildung 23 zu sehen. Es wurden nur Messungen an PVAc-, ungeschlichteten und APS/PU-Proben durchgeführt. Grund dafür ist die nicht ausreichende Messfeldgröße, die sichtbar nur im Bereich von  $25 \mu\text{m}$  ist. Bei den APS/EP- und APS-Proben versagt die Probe erst nach der Verschiebung von über  $25 \mu\text{m}$ . Dies würde dazu führen, dass die Messpunkte aus dem Messfeld verschwinden würden.

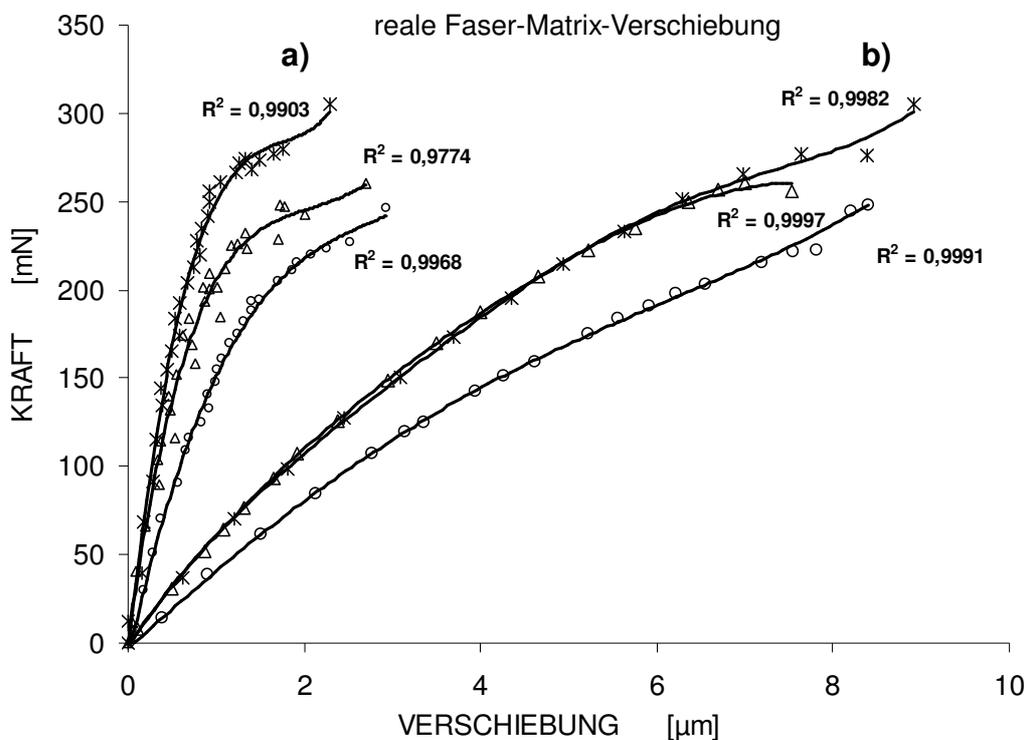


Abb. 23: Kraft-Verschiebungs-Kurven für ausgewählte Einzelfaser-Modellverbunde der realen Faser-Matrix-Verschiebung, ermittelt anhand mikroskopischer Messung a) im Vergleich zur vorgegebenen Verschiebung des Piezotranslators b)

Die maximale Verschiebung des Piezotranslators, bei der das Versagen der Grenzschicht auftritt, beträgt für die PVAc-, die ungeschlichtete und die APS/PU-Probe zwischen 9,8 bis 11,6  $\mu\text{m}$ . Die reale Verschiebung liegt jedoch zwischen 2,3 und 2,9  $\mu\text{m}$  (siehe Abb. 23). Der beobachtete Unterschied resultiert aus dem elastischen Verhalten des Klebstoffes, der mit dem Kraft-Verschiebungs-Verlauf überlagert ist. Der charakteristische qualitative Verlauf der Kraft-Verschiebungs-Kurve bleibt jedoch erhalten. Schlussfolgernd kann man sagen, dass der Klebstoff bis zu einer bestimmter Lasthöhe (experimentell bestimmt unter 350 mN) sich linear-elastisch verhält.

Bei genauem Betrachten des Kraft-Verschiebungs-Verlaufes (Abb. 23) ist ein unterschiedlicher Kurvenverlauf bei den gemessenen Proben zu erkennen. Die ungeschlichtete Probe im Vergleich zu den PVAc- und APS/PU-geschlichteten Proben zeigt sowohl einen unterschiedlichen Anfangsanstieg als auch eine langsamere Veränderung des Anstieges nach Erreichen von ca. 230 mN. Bei der PVAc- und der APS/PU-Probe ist ein deutlicher Übergang zwischen dem elastischen und plastischen Bereich zu erkennen. Der deutliche Übergang deutet bei höheren Belastungen auf ein plastisches Verhalten hin. Bei der ungeschlichteten Proben ist der Übergang nicht so ausgeprägt. Der wenig deutliche Übergang ist nur mit einem kleinen plastischen Anteil bei der Verformung im Grenzschichtbereich, die versagensrelevant ist, verbunden. Vereinfacht kann man über einem „duktilen“ Charakter beim Versagen der PVAc-, APS/PU-Proben und einem „spröden“ Charakter beim Versagen der ungeschlichteten Proben sprechen.

### **3.8 Reibungseinfluss**

Aus den Pull-out Untersuchungen ist ersichtlich, dass die Gleitreibung nach dem Erreichen der maximalen Kraft bei den PVAc-geschlichteten Proben im Vergleich zu den anderen Glasfaser-Matrix-Systemen (Einzelfaser-Modellverbunde) die höchsten Werte erreicht (Abb. 24) [76]. Dank dieser Gleitreibungseffekte entstehen nach der Zerstörung der Grenzschichtregion Kräfte, die anhand der Hysteresemessung bei zyklischer Beanspruchung noch messbar sind (Abb. 25, 26). Diese können allerdings nur dann gemessen werden, wenn sie groß genug sind (ca. 30 mN).

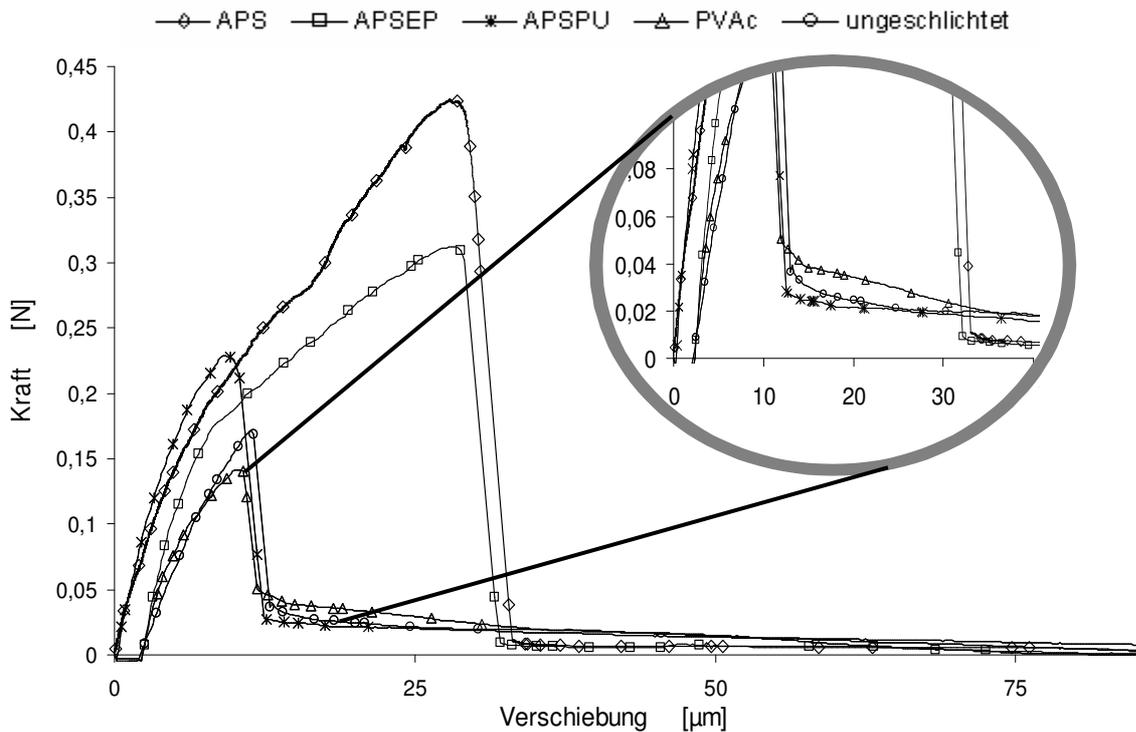


Abb. 24: Ergebnisse aus der Pull-out Messung für untersuchte Einzelfaser-Modellverbunde [76].

Bei einer der Kurvenverläufe für PVAc-Proben ist eine komplette Schädigung der Grenzschicht beobachtbar (Abb. 25). Die anfänglich noch intakte Grenzschicht zeigt eine langsame Rissentstehung und Rissentwicklung, die nach Erreichen einer bestimmten Anzahl von Schwingspielen (beim dargestellten Beispiel: 20 Schwingspiele) zum totalen Versagen der Grenzschicht führt. Die mit der Erhöhung der Schwingspielzahl zusammenhängende Zunahme der Dämpfung im Grenzschichtbereich (größer werdende Fläche der Hystereseschleife) ist auf eine zunehmende Energiedissipation (Kriech- und Reibungsvorgänge) zurückzuführen.

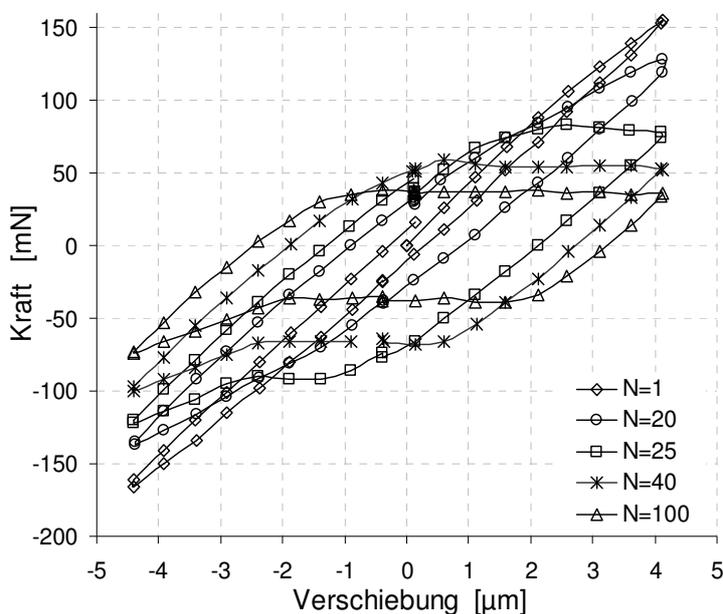


Abb. 25: Reibungseffekt und Gleitreibungskräfte bei PVAc-Probe

Beim Erhöhen der Verschiebung bleiben die auftretenden Kräfte im Zugbereich bei der zerstörten Grenzschicht annähernd konstant (Abb. 26).

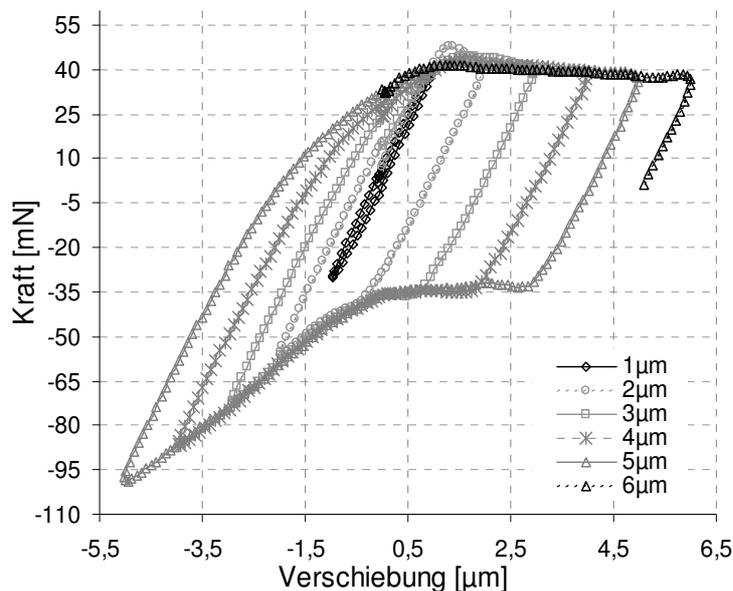


Abb. 26: Haft- und Gleitreibungskräfte bei PVAc-Probe

Es handelt sich hierbei um die Gleitreibungskraft zwischen der abgelösten Faser und dem Matrixkanal. Bei sehr kleiner Amplitude ergibt sich eine Hysteresekurve wie bei einer intakten Probe (bei einer Verschiebung von  $1\ \mu\text{m}$ ). Die auftretenden Kräfte sind nicht groß genug, um von der Haftreibung auf die Gleitreibung überzugehen. Beim Erhöhen der Wegamplitude, geht die Kraft, nach Überschreiten eines Maximums, in einen Bereich über, in dem die Kraft konstant bleibt und es ergibt sich eine Hysteresekurve mit deutlich ausgeprägter Fläche. Es handelt sich jedoch nicht um eine echte Ellipse, wie es beim viskoelastischen Verhalten zu erwarten wäre, sondern um eine durch Reibungseffekte erzeugte Hysterese mit spitzen Enden. Dies ist eine Überlagerung von Haft- und Gleitreibung. Nach Erniedrigung der Wegamplitude wird wieder ein elastisches Verhalten beobachtet (Verschiebung von  $1\ \mu\text{m}$ ), d.h. bei kleinen Verformungen wird die Faser durch die Haftreibung vollständig festgehalten. Hierbei wird deutlich, dass auch die Bereiche, in denen die Faser bereits von der Matrix abgelöst ist, einen nicht zu vernachlässigenden Teil zur Festigkeit des Verbundes beitragen können. Das kann für einen realen Verbund bedeuten, dass auch bei Ablösung von Fasern aus der Matrix diese weiterhin einen gewissen Anteil zur Festigkeit des Verbundes beitragen.

Erhöhung der Kraft auf der linken Seite der Hystereseschleife (Abb. 26, Druckbereich) wird dadurch verursacht, dass die Faser auf das Ende des „Kanals“ in der Polymermatrix trifft. Auf dem Rückweg nimmt die Kraft deutlich schneller wieder

ab, bis zu dem Punkt, an dem die Faser nicht mehr gegen das Ende des Kanals drückt. Beim weiteren Herausziehen der Faser aus der Polymermatrix bleibt die auftretende Kraft annähernd konstant.

In der Abbildung 27 ist ein unterschiedlicher Verlauf der Hystereseschleife im Zug- und Druckbereich beim dynamischen Einstufenversuch für einen Einzelfaser-Modellverbund mit PVAc-geschichteter Glasfaser in Epoxidharzmatrix zu sehen. Dieser Unterschied resultiert aus unterschiedlichem Spannungsmuster bei einer Druck- bzw. Zugbelastung (vgl. Kapitel 2.2.3). Beim Herausziehen der Faser wird die Faser auf Zug belastet. Dies ruft eine Kontraktion der Faser in der Matrix hervor, wodurch in der Matrix überwiegend Zugspannung entsteht. Beim Hineindrücken der Faser wird die Faser auf Druck beansprucht. Auf Grund der in der Faser erzeugten Druckspannung wird die Matrix auf Kompression belastet. Beim Druck und Zug wirken zusätzlich noch Reib- und Scherkräfte. Wegen des unterschiedlichen Spannungsmusters dieser zwei Messverfahren kann der Versagensmechanismus und auch das Eigenschaftsbild verschieden sein. Größere Werte für die Scherspannung bei APS-geschichteten Glasfasern für Epoxidharz-Proben beim „Pull-out“ Test (im Vergleich mit „Push-out“ Test) wurden auf das unterschiedliche Spannungsmuster bei diesen zwei Messverfahren zurückgeführt [42].

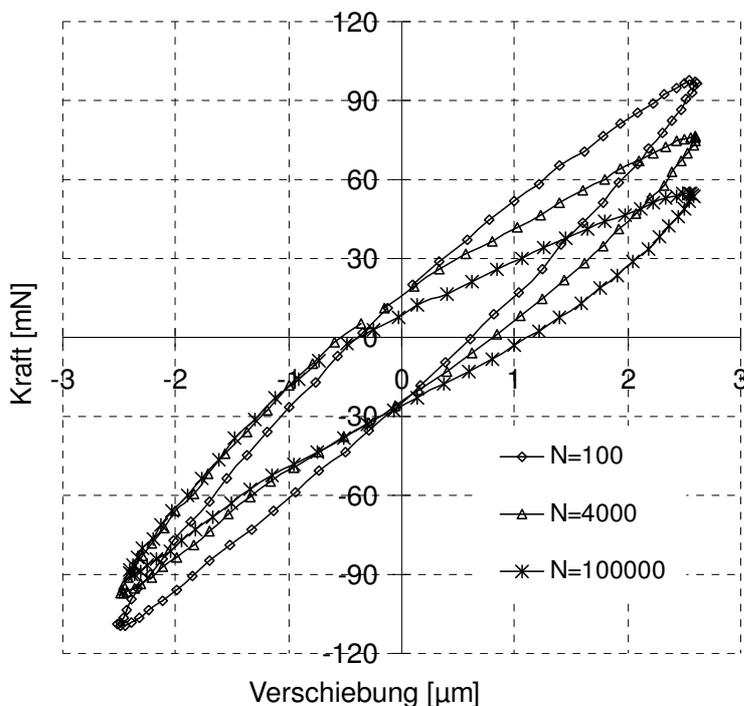


Abb. 27: Veränderung der Hystereseschleife im dynamischen Einstufenversuch für Einzelfaser-Modellverbund mit PVAc-geschichteter Glasfaser in Epoxidharzmatrix

### 3.9 Mikroskopische Untersuchung

#### 3.9.1 Auflichtmikroskopie

Begleitend zu den mikro- und makromechanischen Untersuchungen wurde mikroskopisch der Durchmesser und die Einbettlänge der in der Matrix eingebetteten Glasfaser ermittelt. Die Messung des Durchmessers und der Einbettlänge der Glasfaser erfolgt dabei nach dem Herausziehen der Faser aus der Matrix (Abb. 28). Diese Messung ist erforderlich, da der Elementarfaserdurchmesser und die Einbettlänge als Parameter bei der mathematischen Berechnung der „Scheinbaren Scherfestigkeit“ eingehen.

Hier wird ein Auflichtmikroskop angewendet. Die 500-fache Vergrößerung ermöglicht eine Messung mit einer Genauigkeit von  $0,5 \mu\text{m}$ . Das von der Firma TSO (Thalheim-Spezial-Optik) gelieferte Adaptersystem ermöglicht es, die digitale Fotokamera Color View 8 für mikroskopische Anwendungen zu nutzen. Zur Auswertung der digitalen Bilder wird das Program analySIS 3.1 (Image analySIS software for 1-D, 2-D and 3-D image analyzing) angewendet.

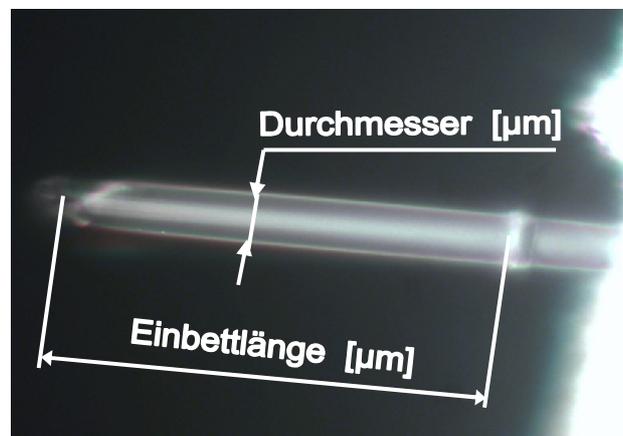


Abb. 28: Messung des Durchmessers und der Einbettlänge der Glasfaser nach dem Herausziehen der Faser aus der Matrix

#### 3.9.2 Oberflächencharakterisierung mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Die Untersuchung der Oberfläche der Glasfasern erfolgte anhand der Rasterkraftmikroskopie (Abk. SFM, engl. Scanning Force Microscope). Das Prinzip besteht in einer Rasterung der zu untersuchenden Probe, die auf einem

Positioniertisch befestigt ist. Hier wird ein Scanner benutzt, der aus einer piezoelektrischen Röhre aus Bleizirkoniumtitanat besteht. Der Scanner wird über einen viergeteilten Piezokristall in x-y- Richtung bewegt. Die Rasterung der Probe erfolgt anhand einer tetraederförmigen Tastspitze aus Siliziumnitrid oder Silizium, die an einem Cantilever (Federbalken) mit bekannter Federkonstante angebracht ist. Die Detektion der vertikalen Auslenkung des Cantilevers erfolgt durch einen fokussierten Laserstrahl, der auf die verspiegelte Oberseite des Siliziumbalkens gerichtet und von dort auf ein viergeteilte Photodiode reflektiert wird. Die Messgröße sind die Differenzen der Spannungen der einzelnen Bereiche der Photodiode zueinander infolge der Bewegung des reflektierenden Laserstrahls auf deren Oberfläche. Der Scanner ist durch einen Spannungsregelkreis in der Lage, nanometergenaue Bewegungen in den drei Raumrichtungen auszuführen. Mit diesem Verfahren ist die Erfassung von Oberflächen bis in den atomaren Bereich möglich (Abb. 29).

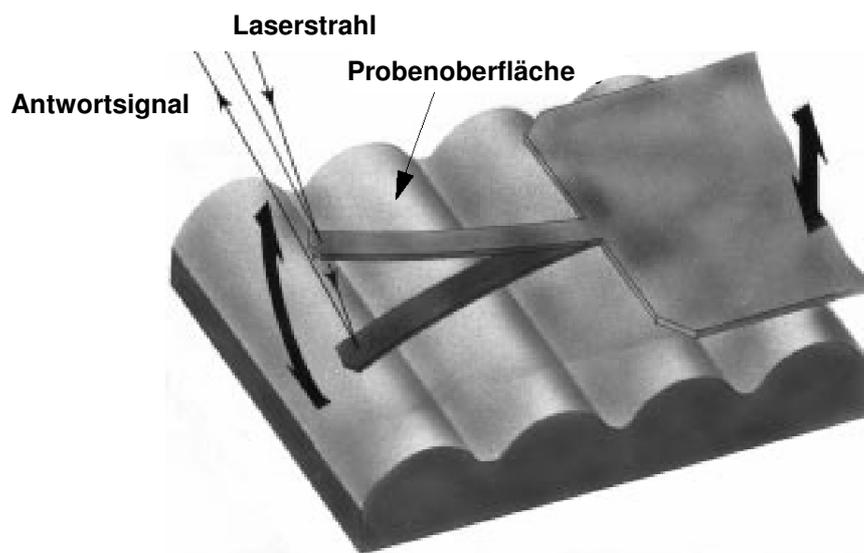


Abbildung 29: Prinzip der Detektion der Auslenkung des Cantilevers

Das Rastermikroskop kann je nach Anwendungsfall in verschiedenen Modi betrieben werden [77]. Die Abbildung der Glasfaseroberfläche für die in dieser Arbeit verwendete Auswertung erfolgt im Tapping Mode bei konstanter Auflagekraft. Hierbei wird das Rasterkraftmikroskop Dimension TM 3100 der Firma Digital Instruments eingesetzt.

Bei dem Tapping Mode ist die Cantileverspitze nicht ständig im Kontakt mit der Oberfläche, sondern schwingt zyklisch mit einer Frequenz nahe der Eigenfrequenz

des Siliziumbalkens des Cantilevers (65,57 kHz). Der Cantilever (Ultrasharp NSC 16/50, MikroMasch) besitzt dabei eine Federkonstante von 35 N/m und die Spitze einen Öffnungswinkel von  $20^\circ$  mit einem Radius von 5-10 nm. Die so hergestellten Aufnahmen haben eine Größe von 512 x 512 Pixel bei einer Abtastfrequenz von 1,65 Hz. Wegen der einheitlichen Bedingungen wurde für die Messung einer Probenreihe die gleiche Siliziumtastspitze benutzt.

## 4 Auswertung der Ergebnisse der zyklischen mikromechanischen Untersuchungen

### 4.1 Ergebnisse aus dem Hysteresemessverfahren

#### 4.1.1 Langsamer Einstufenversuch

Die Ergebnisse der an Einzelfaser-Modellverbunden durchgeführten langsamen Einstufenversuche bei einer konstanten, symmetrischen Beanspruchung von  $\pm 4\mu\text{m}$  und einer Belastungsgeschwindigkeit von  $0,5\ \mu\text{m/s}$  (das entspricht  $\sim 0,03\text{Hz}$ ) sind in Abbildung 30 anhand der Hystereseschleifen bis 100 Schwingspiele dargestellt. Die Abbildung zeigt repräsentative Kraft-Verschiebungs-Diagramme.

Für die jeweiligen Einzelfaser-Modellverbunde weisen die resultierenden Kraft-Verschiebungs-Diagramme einen unterschiedlichen Kurvenverlauf auf. Einzelfaser-Modellverbunde mit ungeschlichteten Glasfasern (Abb. 30 a)) zeigen durch zyklische Beanspruchung schon nach wenigen Schwingspielen (etwa 10) mit der Verschiebungsamplitude bis zu  $\pm 4\mu\text{m}$  eine deutliche Veränderung der Form und Gestalt der Hystereseschleife. Eine deutliche Veränderung der Hystereseschleife ist ebenfalls bei den PVAc geschlichteten Glasfasern zu beobachten (Abb. 30 b)). Die Veränderung und das Wegknicken (Veränderung des Anstiegs) der Kraft-Verschiebungs-Kurve deutet auf eine „irreversible“ Schädigung (z.B. Rissentstehungsprozess) im Grenzschichtbereich.

Da bei diesen Proben kein Haftvermittler vorhanden ist, fehlt die chemische Anbindung zwischen Faser und Matrix und somit kann keine gute Haftung für eine effektive Lastübertragung zwischen diesen zwei Komponenten gewährleistet werden.

In den Diagrammen für die Veränderung der Steifigkeit und der scheinbaren Scherfestigkeit (Abb. 31, 32) ist die Abnahme der Steifigkeit und der scheinbaren Scherfestigkeit für ungeschlichtete Glasfaser am größten. Dies ist ein Hinweis auf schlechte Ermüdungseigenschaften (schnelle Eigenschaftsveränderung unter zyklischer Belastung), was mit einem Rissvorgang verbunden ist. Die Kurven fallen kontinuierlich ab. Dieser Kurvenverlauf beim langsamen Einstufenversuch deutet auf eine allmähliche Rissfortpflanzung hin.

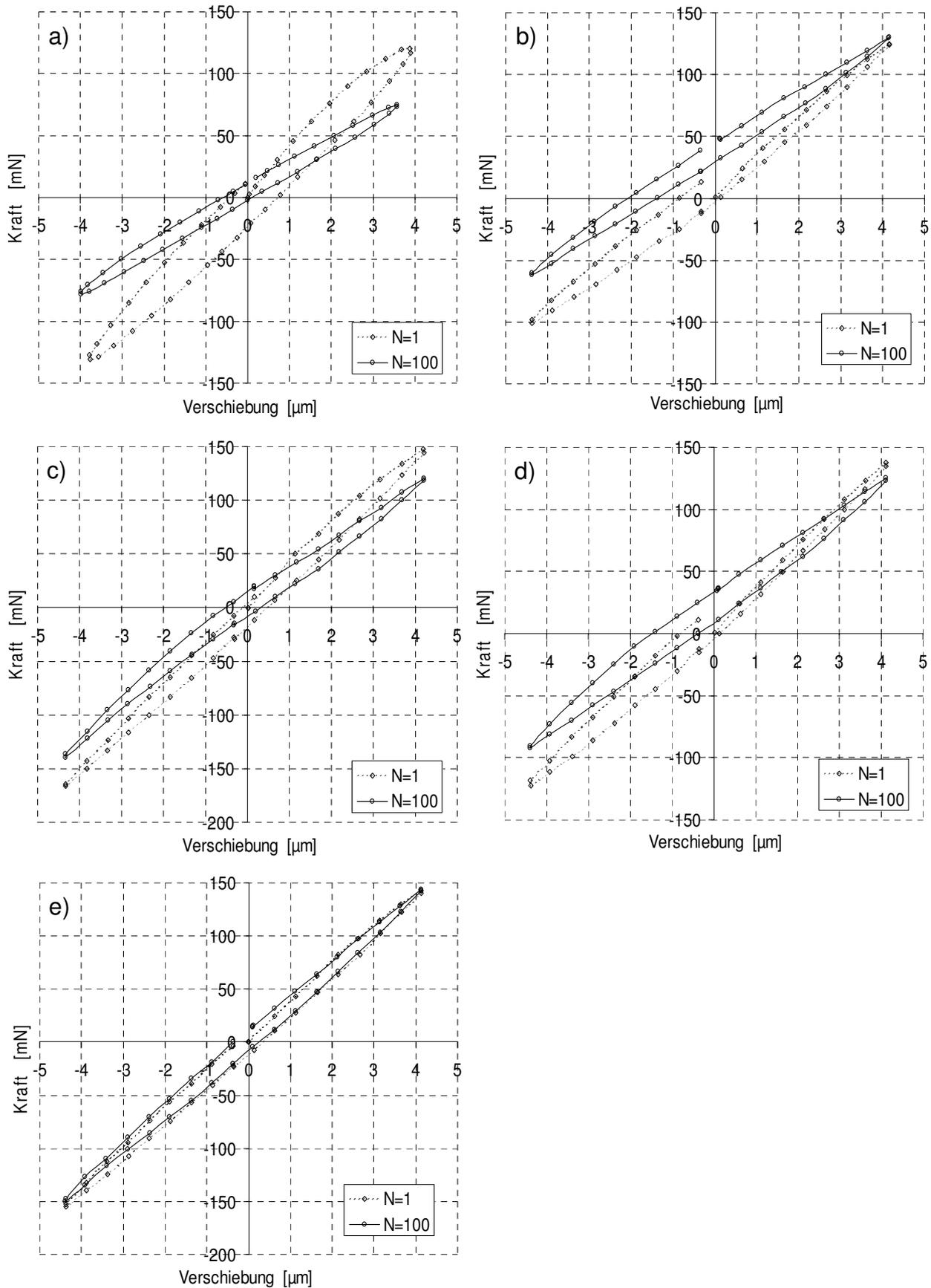


Abb. 30: Veränderung der Hystereseschleife im langsamen Einstufenversuch für Einzelfaser-Modellverbunde mit a) ungeschichteten, b) PVAc-, c) APSEP-, d) APSPU- e) APS-geschichteten Glasfasern in Epoxidharzmatrix

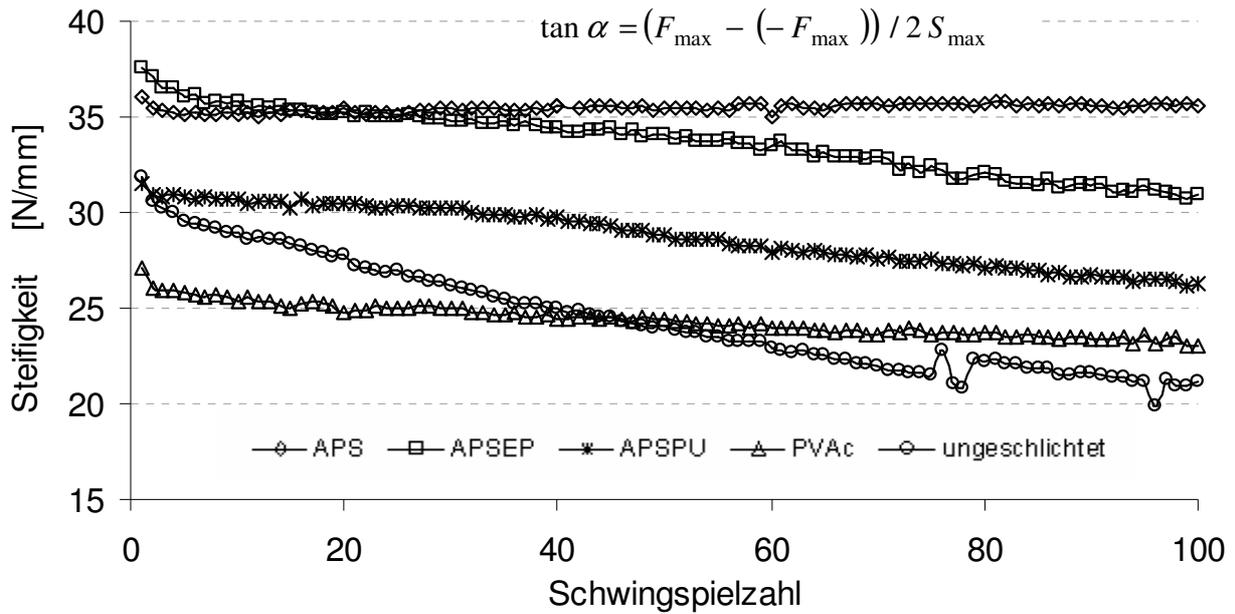


Abb. 31: Verlauf der Steifigkeit bei der quasi-statischen Hysteresemessung im Einstufen-(Wöhler)versuch

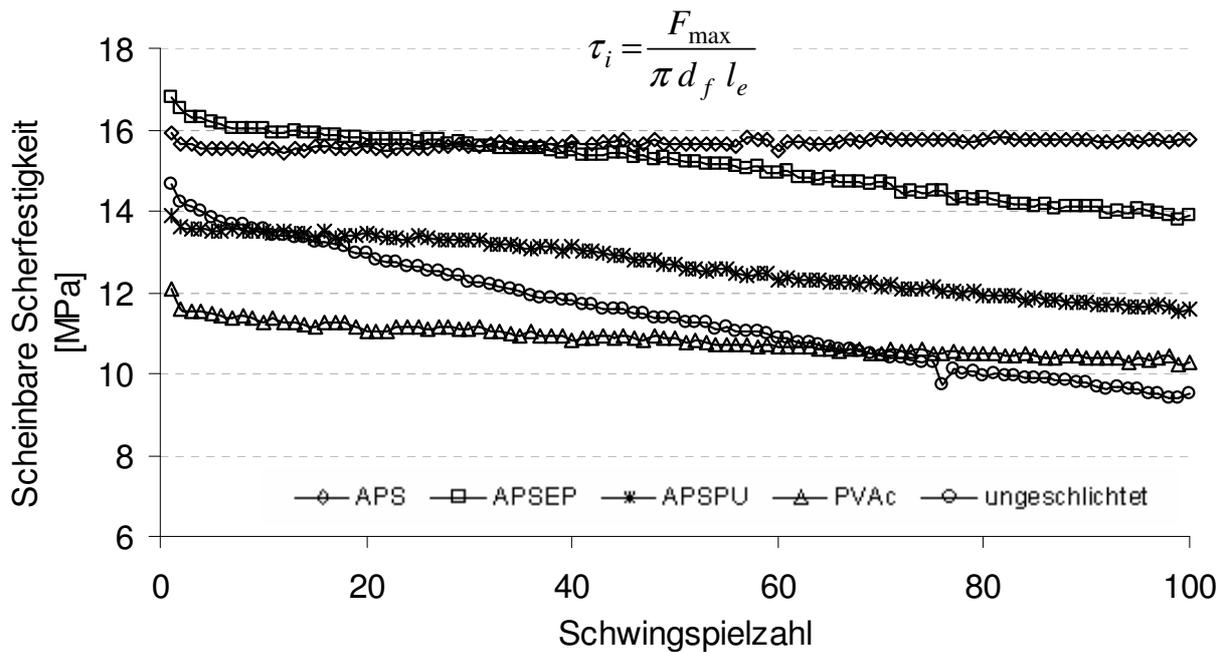


Abb. 32: Verlauf der scheinbaren Scherfestigkeit bei der quasi-statischen Hysteresemessung im Einstufen-(Wöhler)versuch

APS/PU- und APS/EP-Modifikationen zeigen nur geringfügige Veränderungen der Form und kleine Winkeländerungen (Veränderung des Anstiegs) der Kraft-Verschiebungs-Kurve (Abb. 30 c), d)). Die allmähliche Winkeländerung wird im geringen Steifigkeitsabfall deutlich (Abb. 31). Einen äquivalenten Verlauf hat auch die

scheinbare Scherfestigkeit, die einen kontinuierlich abfallenden Charakter und nur eine kleine Senkung der Werte zeigt (Abb. 32). Das Ermüdungsverhalten dieser zwei Modifikationen bei der langsamen Hysteresemessung zeigt einen ähnlichen Charakter. In diesen Fällen lässt die Verbesserung der Ermüdungseigenschaften gegenüber der ungeschichteten und mit PVAc geschichteten Glasfaser einen Rückschluss auf eine bessere Faser-Matrix-Haftung zu.

Bei der APS-geschichteten Glasfaser ist die Haftung zwischen Faser und Matrix so stark, dass während der ganzen Belastungsdauer keine Veränderung im Verlauf der Kraft-Verschiebungs-Kurve auftritt. Der Verlauf der Kenngrößen für Steifigkeit, scheinbare Scherfestigkeit und Dämpfung zeigt keine signifikante Veränderung. Grund dafür ist die durch die Beschichtung der Faser mit APS hervorgerufene sehr gute Faser-Matrix-Haftung.

Beim Vergleich der Kurven der ungeschichteten und APS-geschichteten Proben (Abb. 33) ist schon in der ersten Schleife ein Unterschied zu beobachten. Bei der ungeschichteten Probe ist bei höheren Lasten von 100 ca. mN eine Abweichung vom linearen Verlauf zu sehen, was ein Zeichen für einen Steifigkeitsabfall ist. Die geringe Haftung der Glasfaser mit der Epoxidmatrix lässt die Entstehung erster Risse zu, die bei wiederholter zyklischer Belastung zum totalen Versagen der Grenzschicht führen. Eine anschließende langsame Entlastung ist mit einer ausgeprägten Schädigungshysterese verbunden. Diese großflächige Hystereseschleife ist typisch für eine geschädigte Probe.

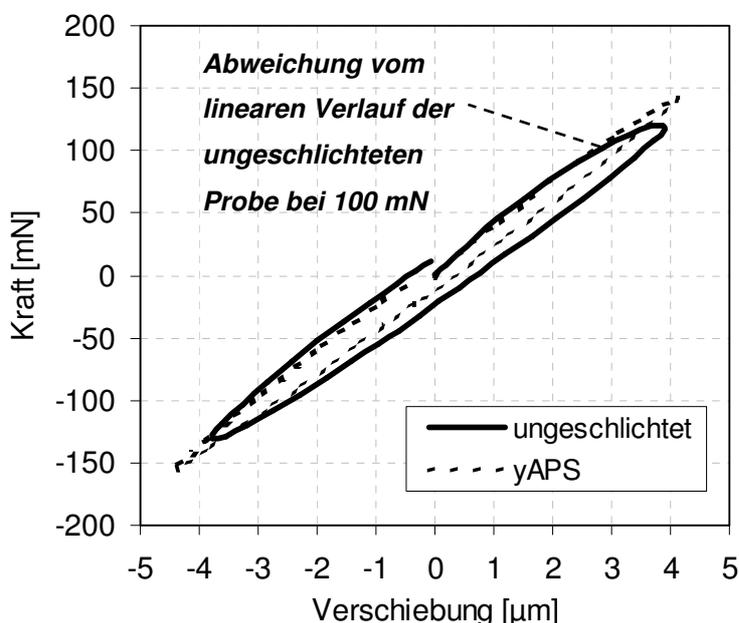


Abb. 33: Vergleich der Kraft-Verschiebungs-Kurven für ungeschichtete und  $\gamma$ APS-geschichtete Probe

Die Folge sind auch höhere Dämpfungswerte bei der ungeschlichteten Glasfaser (Abb. 34). Diese betragen am Anfang Werte von 1,09. Die Dämpfungswerte für geschlichtete Proben sind kleiner und bewegen sich in der gleichen Größenordnung. Hier erreichten die Dämpfungen während der gesamten Belastungsdauer Werte zwischen 0,22 und 0,37, ohne dass Veränderungen auftreten. Der Unterschied innerhalb dieser Proben ist gering. Bei der ungeschlichteten Probe ist während des ganzen Belastungszyklusses auch keine deutliche Veränderung der Dämpfung feststellbar, wobei die Form- und Winkeländerung in der Hystereseschleife (Anstieg der Schleife) deutlich zu sehen sind (Abb. 30 a)). Das heißt, das Verhältnis zwischen Verlust- und Speicherarbeit bleibt gleich.

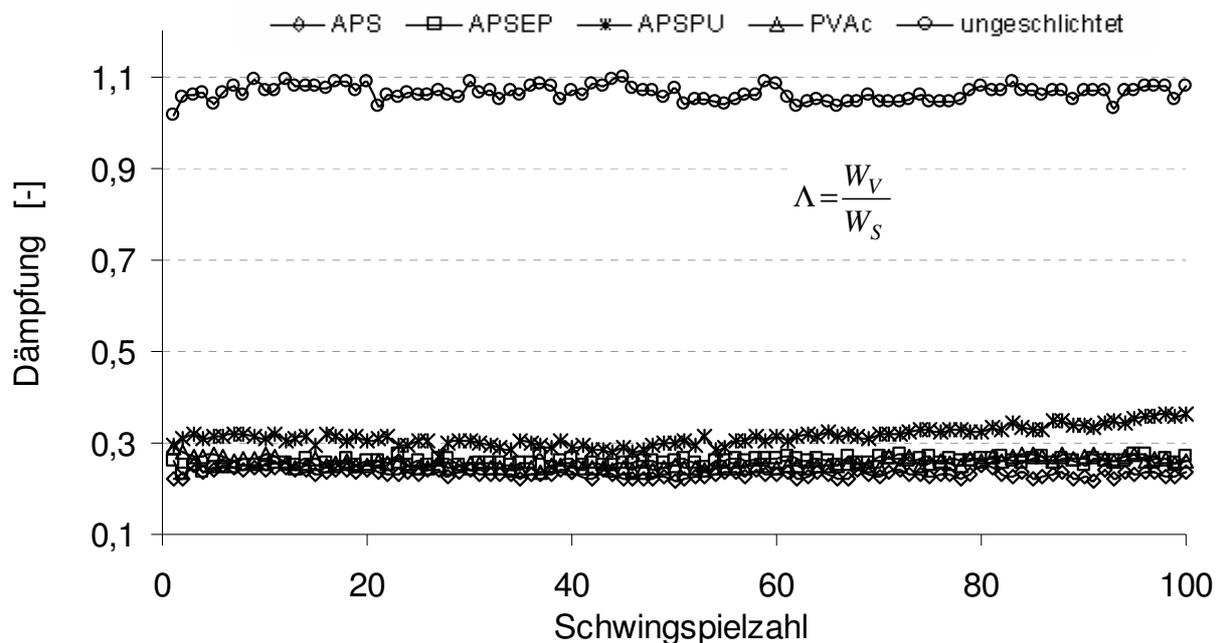


Abb. 34: Verlauf der Dämpfung, ermittelt aus der langsamen Hysteresemessung beim Einstufenversuch

Mit zunehmender Anzahl von Schwingspielen nimmt bei der ungeschlichteten Probe sowohl die Speicherarbeit als auch die Verlustarbeit kontinuierlich ab (Abb. 35, 36). Somit wird auch die von der Hystereseschleife umschlossene Fläche kleiner (Abb. 30). Es ist ein Hinweis dafür, dass die Grenzschicht noch nicht vollkommen zerstört ist und bei Verminderung der Krafteinwirkung (Abnahme der Kraft bei konstanter Verschiebung) sich die Mikrorisse nicht so stark weiter verbreiten.

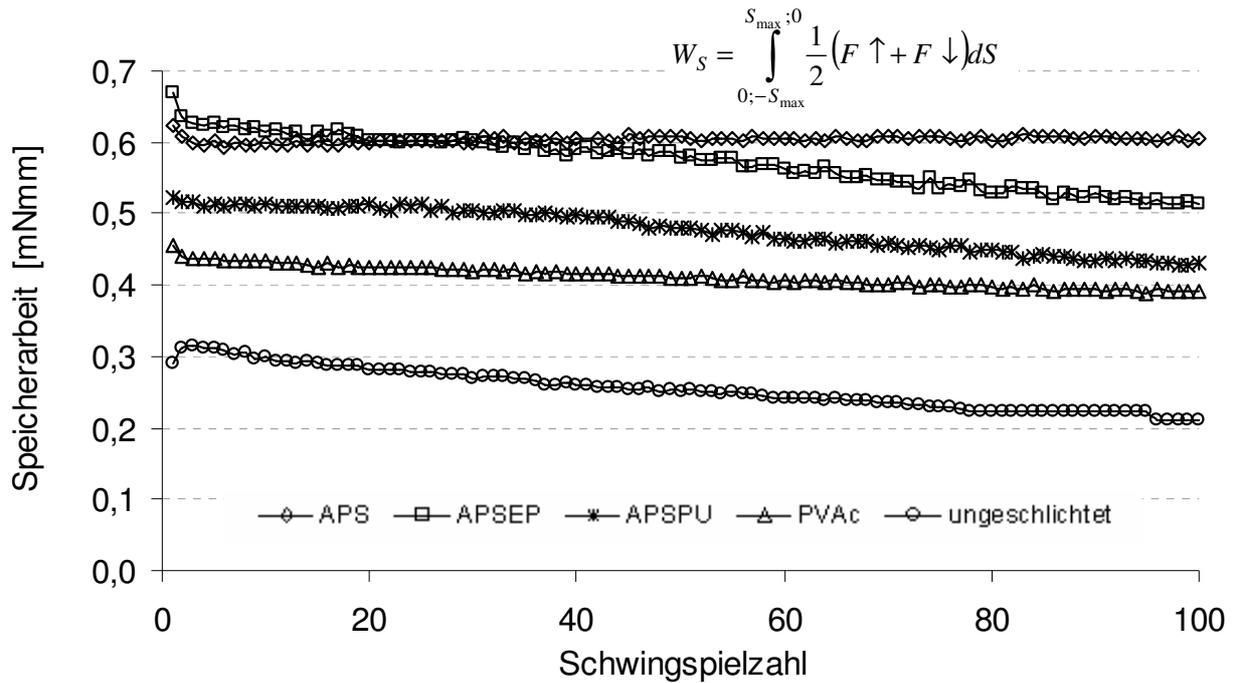


Abb. 35: Verlauf der Speicherarbeit aus dem quasi-statischen Hysteresemessverfahren beim Einstufen-(Wöhler)versuch

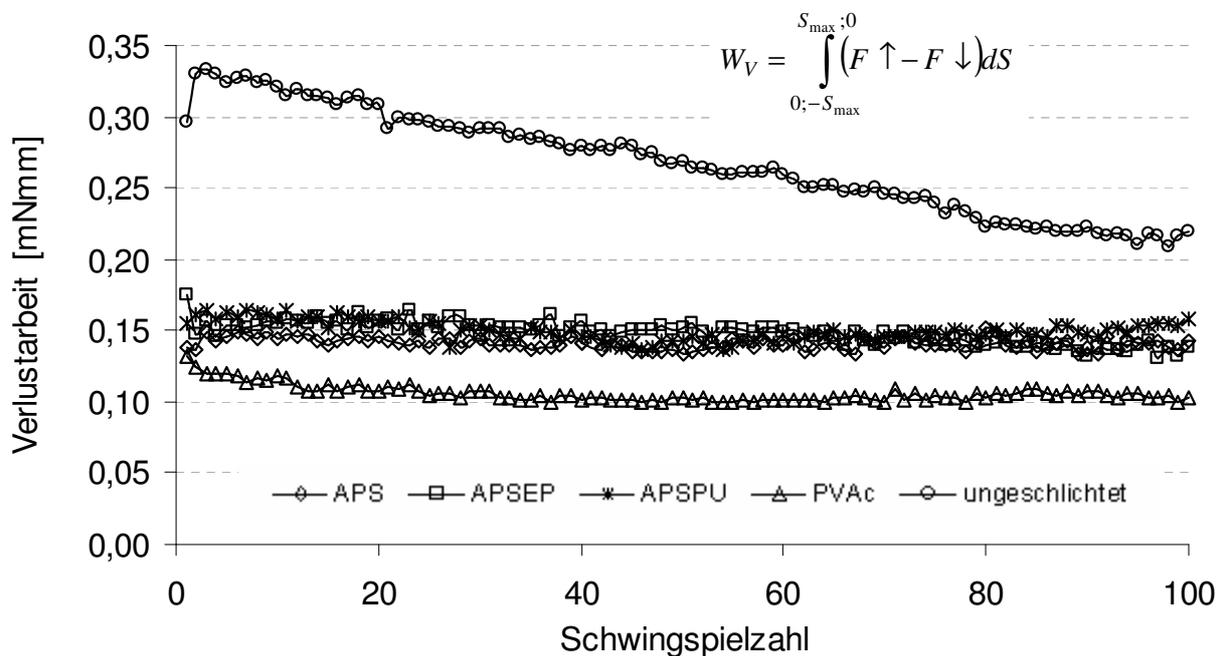


Abb. 36: Verlauf der Verlustrarbeit aus dem quasi-statischen Hysteresemessverfahren beim Einstufen-(Wöhler)versuch

Aus diesen Ergebnissen kann gefolgert werden, dass die Verwendung verschiedener Schichten nicht nur starken Einfluss auf die maximal erreichbaren Werte hat,

sondern auch auf den Ermüdungsverlauf. Mit Hilfe langsamer Hysteresemessungen können anhand der Form der Hystereseschleife und des Verlaufs der Steifigkeit und Dämpfung Rückschlüsse auf die Ermüdungseigenschaften gezogen werden.

#### **4.1.2 Dynamischer Einstufenversuch**

Bei den dynamischen Einstufenversuchen wurden mit den quasi-statischen (langsamen) Versuchen bei zyklischer Belastung vergleichbare Ergebnisse ermittelt. Hierbei (dynamisch) wurden in der mikromechanischen HystereseMessung eine Belastungsamplitude von  $\pm 3\mu\text{m}$  auf den Einzelfaser-Modellverbund aufgebracht und eine symmetrische Sinusauslenkung mit einer Belastungsgeschwindigkeit von 10Hz erzeugt.

Bei der dynamischen HystereseMessung wurde die Verschiebungsamplitude von  $3\mu\text{m}$  so ausgewählt, dass einerseits bei der Messung der Ermüdungseigenschaften der unterschiedlichen Einzelfaser-Modellverbunde Eigenschaftsveränderungen auftreten sollen und andererseits die minimale Verschiebung auftritt, damit der lineare Bereich, ermittelt aus der Pull-Out Messung, nicht überschritten wird.

##### **4.1.2.1 Bewertung der Ergebnisse, ermittelt aus dem dynamischen Einstufenversuch**

Abbildung 37 zeigt die Veränderung des E-Moduls, der Steifigkeit und der scheinbaren Scherfestigkeit zwischen dem hundertsten und dem hunderttausendsten Schwingenspiel.

Der Verlauf der scheinbaren Scherfestigkeit bei Einzelfaser-Modellverbunden mit ungeschichteten Glasfasern zeigt nur einen kleinen Bereich, wo keine signifikante Veränderung der scheinbaren Scherfestigkeit auftritt, da bereits beim Erreichen von wenigen Schwingenspielen (max. bis 10000 Schwingenspielen (Anfangsbereich)) ein sichtbarer Abfall der Werte zu verzeichnen ist. Ebenso ändern sich die Kennwerte für E-Modul und Steifigkeit nicht mehr linear, sondern spontan, was auf eine verstärkte Energiedissipation und damit verbundene Zerstörung im fasernahen Bereichen hinweist. Es ist sehr wahrscheinlich, dass im Anfangsbereich ein sprödes Versagen im Grenzschichtbereich verursacht wurde.

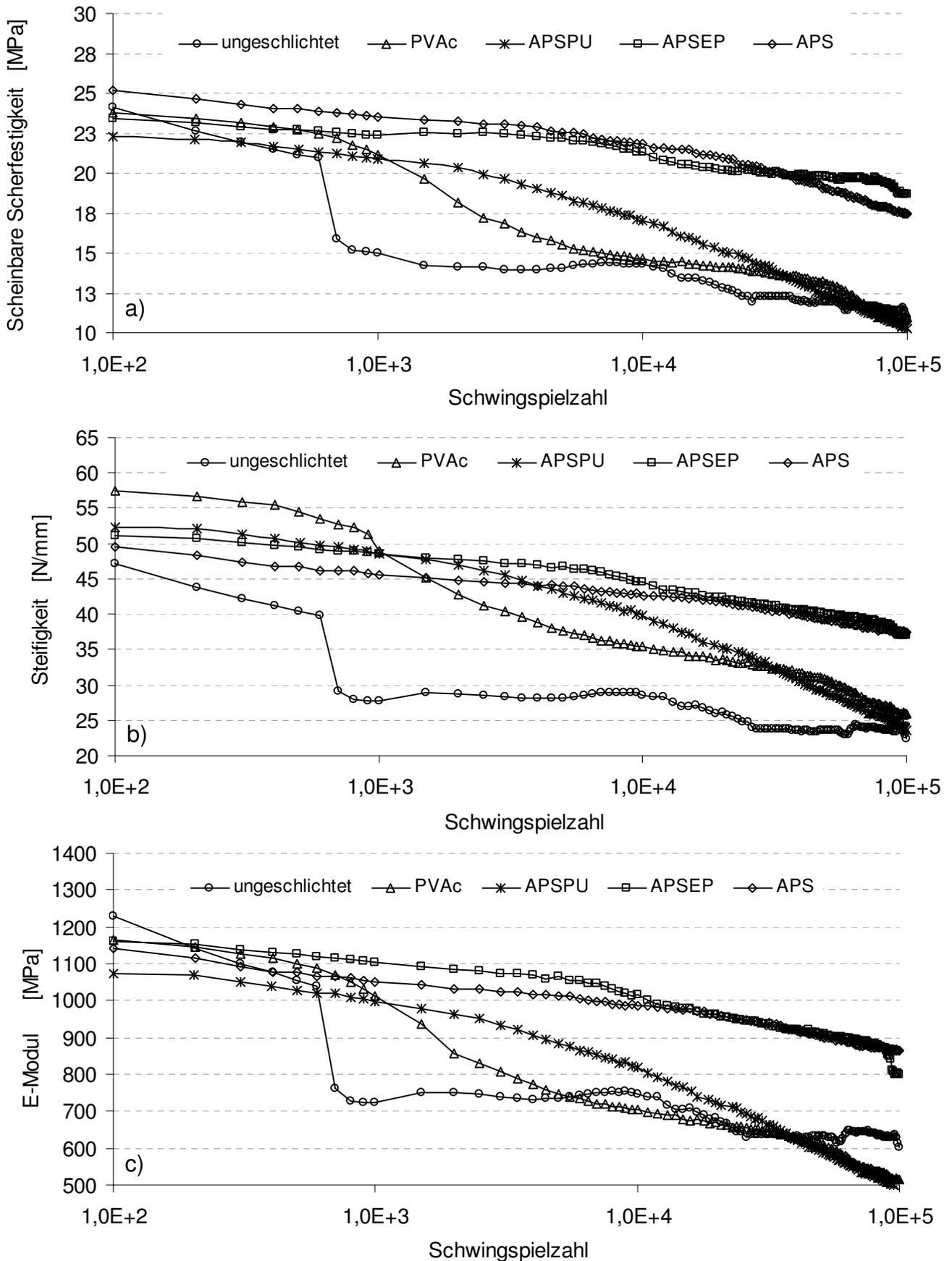


Abb. 37: Zeitliche Veränderung der a) scheinbaren Scherfestigkeit, b) des E-Moduls und c) der Steifigkeit für ausgewählte Einzelfaser-Modellverbunde, ermittelt anhand des dynamischem Hysteresemessverfahrens

Die Ursache dafür kann die bevorzugte Adsorption des aminischen Härters an der Glasfaseroberfläche und folglich eine lokale Abweichung der Polymerzusammensetzung von dem stöchiometrischen Verhältnis sein [78]. Auch die Arbeiten von Mai et al. zeigen einen spröden Charakter des fasernahen Bereichs bei ungeschichteten Glasfasern [79].

Die plötzlich ansteigenden Werte für die Verlustarbeit der ungeschichteten Proben bei ca. 600 Schwingspielen sind ein Beleg für ein sprödes Versagen des Einzelfaser-Modellverbundes im Grenzschichtbereich (Abb. 38).

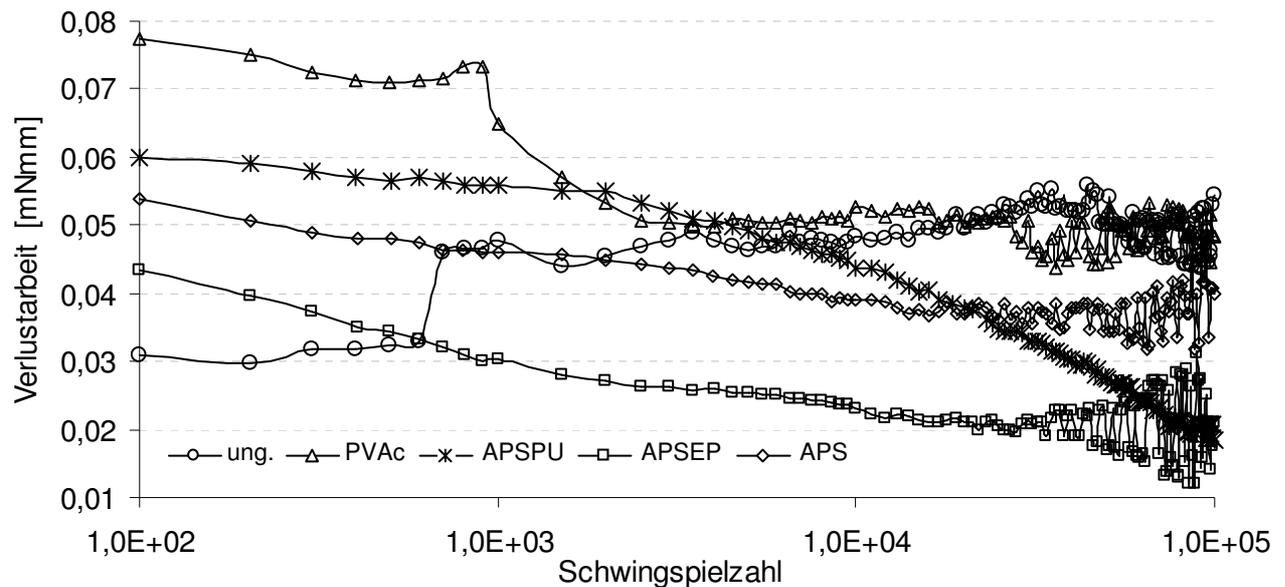


Abb. 38: Zeitliche Veränderung der Verlustarbeit aus dem dynamischen Hysteresemessverfahren (repräsentative Proben)

Im weiteren Verlauf verändern sich die Werte für die Verlustarbeit nicht mehr. Sie gehen nicht auf Null zurück. Dies ist mit einer Gleitreibungskraft zwischen Faser und Matrix nach dem Versagen des Einzelfaser-Modellverbundes im Grenzschichtbereich verbunden. Die Abbildung 38 gibt den Kurvenverlauf nur qualitativ wieder. Erzielte Verlustarbeiten erreichen nur sehr kleine Werte, die keinen quantitativen Vergleich zulassen.

Einen ähnlich abfallenden Verlauf der Werte für E-Modul, scheinbare Scherfestigkeit sowie Steifigkeit zeigen auch die mit PVAc geschichteten Glasfasern (Abb. 37). In beiden Fällen (ungeschichtet und PVAc) tritt die irreversible Schädigung der Grenzschicht schon am Anfang der Messung auf, was die schnelle Veränderung der Form und Lage der Hystereseschleife (Abb. 39 a), b)) und den damit verbundenen Abfall der Werte für E-Modul, Steifigkeit und scheinbare Scherfestigkeit veranschaulichen (Abb. 37).

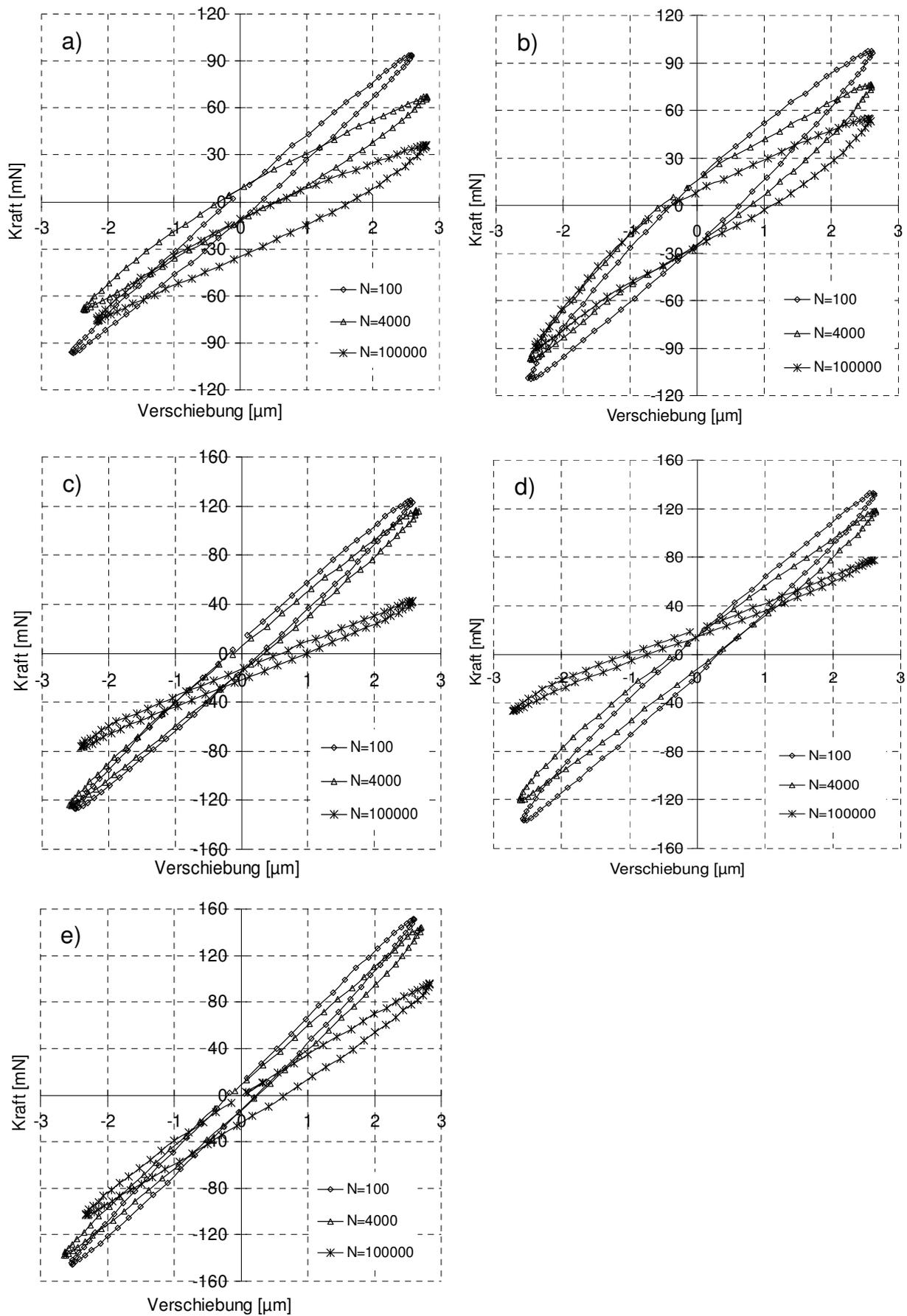


Abb. 39: Veränderung der Hystereseschleifen im dynamischen Einstufenversuch für Einzelfaser-Modellverbunde mit a) ungeschichteten, b) PVAc-, c) APSEP-, d) APSPU- e) APS-geschichteten Glasfasern in Epoxidharzmatrix

Bei der Probe mit PVAc-geschlichteter Glasfaser entstehen die ersten zum Versagen führenden Risse zwischen 900 und 12 000 Schwingspielen. Die weitere Rissfortpflanzung verläuft langsamer als bei der ungeschlichteten Probe (vgl. Abb. 37).

Der gesamte Verlauf lässt sich in drei Phasen unterteilen. Die erste Phase ist von einer geringen Änderung der Steifigkeit und des E-Moduls begleitet, die durch viskoelastisches Materialverhalten gekennzeichnet ist. In der zweiten Phase, nach Erreichen einer kritischen Schwingspielzahl, folgt für die PVAc-Proben ein steiler Abfall der ermittelten Werte für Steifigkeit und E-Modul. Dieses irreversible Verhalten im Grenzschichtbereich ist sehr wahrscheinlich mit einer schlagartigen Rissfortpflanzung (ähnlich bei der ungeschlichteten Probe) verbunden. Im Gegensatz zu dem spröden Charakter des Grenzschichtbereichs bei ungeschlichteten Glasfasern bewirkt der plastische Charakter des PVAc-Filmbildners einen im Vergleich langsameren Abfall der Eigenschaften (Verlustarbeit, Steifigkeit und E-Modul). Dies kann auch als duktiler Charakter charakterisiert werden. Die dritte Phase zeigt sowohl eine nahezu stabile als auch, wie in der ersten Phase, langsame Veränderung der Eigenschaften. Dadurch, dass die Messung dehnungsgesteuert durchgeführt wurde, erzeugt nach einer Schädigung die vorgegebene Dehnung eine geringe Kraft. Bei kleiner Kraft ist dann weniger Energie zu dissipieren. Bei den weiteren Werten für E-Modul, Scheinbare Scherfestigkeit, Steifigkeit und Verlustarbeit spielt die Gleitreibung eine signifikante Rolle. Aus den Pull-Out Messungen ist ersichtlich, dass bei PVAc-geschlichteten Proben nach Überschreiten der maximalen Kraft sehr hohe Gleitreibungskräfte gemessen wurden [76]. Somit können die höheren Werte bei schon versagter Grenzschicht bei der PVAc-Probe im Vergleich zu ungeschlichteten Proben erklärt werden (Abb. 37).

Anfänglich höhere Werte der Steifigkeit bei der PVAc-Probe (kleine Werte bei APS/EP-Proben) (Abb. 37 b)) sind allerdings nur mit einer großen (kleinen) Einbettlänge und Durchmesser der Glasfasern verbunden (Tabelle 6). Beim dynamischen Hysteresemessverfahren gehen der Durchmesser und die Einbettlänge bei der Berechnung der Steifigkeit nicht mit ein (vgl. Gleichung 4). Hingegen werden bei der Auswertung der scheinbaren Scherfestigkeit Durchmesser und Einbettlänge und beim E-Modul der Durchmesser berücksichtigt (vgl. Gleichung 5).

Tabelle 6: Übersicht der Mittelwerte für Einbettlänge und Durchmesser bei den verwendeten Glasfasern

Bezeichnung	Mittelwert für Durchmesser [µm]	Mittelwert für Einbettlänge [µm]	Mantelfläche der eingebetteten Glasfaser [µm <sup>2</sup> ]
APS	14,5	127,3	1845,85
APS/EP	12,2	128,3	1565,26
APS/PU	14,2	133,3	1892,86
ungeschlichtet	11,1	121,7	1350,87
PVAc	15,7	131,7	2067,69

Die Oberflächenbehandlung mit  $\gamma$ APS/PU führt beim dynamischen Einstufenversuch zu einem konstant abfallenden Kurvenverlauf (Abb. 37). Es tritt im Vergleich zu ungeschlichteten und PVAc-geschlichteten Proben keine plötzliche Veränderung des Verlaufs für E-Modul und für Scheinbare Scherfestigkeit auf, die das Eigenschaftsprofil qualitativ charakterisieren. Diese Veränderung ist zwar nicht plötzlich, jedoch am größten. Nach ca. 30 000 Zyklen wird der Abfall der Eigenschaften noch steiler. In diesem Bereich verläuft der Rissfortschritt schneller. Der kontinuierliche Verlauf, ohne schlagartige Veränderungen, weist auf eine bessere Haftung als bei ungeschlichteten und PVAc-Proben hin. Der vorhandene APS-Haftvermittler bewirkt eine Haftung zwischen Faser und Matrix, die der Grenzschicht die Fähigkeit verleiht, die Belastung bei höherer Zyklenanzahl zu tragen.

Die Versuche mit der  $\gamma$ APS/EP-geschlichteten Glasfaser zeigen zwischen 1000 und ca. 15 000 Schwingspielen eine Abweichung vom linearen Verhalten, da hier eine Abnahme der scheinbaren Scherfestigkeit und des E-Moduls auftritt (Abb. 37). In diesem Bereich hat offensichtlich eine irreversible Deformation stattgefunden. Daraus folgt eine Abnahme des Kraftsignals, das eine Spannungsreduktion im Grenzbereich zur Folge hat. Diese niedrigere Spannung kann durch die gute haftvermittelnde  $\gamma$ APS/EP-Schichte getragen werden. Dies bewirkt eine Verlangsamung der weiteren Rissausbreitung im Grenzschichtbereich. Verglichen mit  $\gamma$ APS/PU-Schichte kann bei der  $\gamma$ APS/EP-Schichte auf bessere Ermüdungseigenschaften geschlossen werden, da die Veränderung während der gesamten Belastungsdauer deutlich kleiner ist.

Aus Abbildung 37 ist ein geringer Einfluss der Schwingspiele bei der  $\gamma$ APS-Schlichte auf den Verlauf des Elastizitäts-Moduls und der Steifigkeit zu entnehmen. Auch hier zeigt das Aminopropyltriethoxysilan ( $\gamma$ APS) seine günstige Wirkung auf die Haftung zwischen Faser und Matrix, da das Eigenschaftsbild sich nur langsam über die gesamte Messdauer ändert. Hierbei geht die Glasfaser eine chemische Bindung mit dem  $\gamma$ -APS ein, wobei eine Grenzschicht geschaffen wird, die nicht nur die beiden Hauptphasen mechanisch koppelt, sondern die auch Energie absorbieren kann. Im Vergleich zu den anderen Schlichtesystemen verläuft bei den mit  $\gamma$ -APS geschichteten Glasfasern die Veränderung der Steifigkeit und des E-Moduls mit zunehmender Anzahl von Schwingspielen linear abfallend, wobei der Grenzschichtbereich intakt bleibt. Hier kann auf sehr gute Ermüdungseigenschaften der  $\gamma$ APS-Schlichte geschlossen werden. In diesem Fall versagt die Grenzschicht nicht durch einen spröden Grenzflächenriss wie bei der ungeschichteten Glasfaser.

#### **4.1.2.2 Streuung der Kennwerte beim dynamischen Einstufenversuch**

In der Tabelle 7 sind die anhand des dynamischen Einstufenversuches für das hunderste und 100 000-ste Schwingspiel bestimmten Kennwerte mit Angaben der Standardabweichung dargestellt.

Probenbezeichnung	Durchschnittliche Werte bei der 100-sten Schwingspielzahl			Durchschnittliche Werte bei der 10 <sup>5</sup> -sten Schwingspielzahl			Prozentuelle Veränderung zwischen 10 <sup>2</sup> und 10 <sup>5</sup> Schwingspielen		
	E-Modul [MPa]	Schein. Scherfestigkeit [MPa]	Steifigkeit [N/mm]	E-Modul [MPa]	Schein. Scherfestigkeit [MPa]	Steifigkeit [N/mm]	E-Modul [%]	Schein. Scherfestigkeit [%]	Steifigkeit [%]
APS	1230 ± 80	24,6 ± 1,1	56 ± 6	870 ± 22	17,3 ± 0,4	40 ± 2,2	29,3	29,7	28,6
APS/EP	1220 ± 80	24 ± 1,5	47 ± 6,4	720 ± 160	14,6 ± 3,6	28 ± 6,7	40,1	39,2	40,4
APS/PU	1215 ± 125	23,4 ± 2,3	54 ± 2	580 ± 115	11 ± 0,9	26,2 ± 3,7	52,2	53	51,5
PVAc	1210 ± 60	23,5 ± 0,3	58 ± 1,9	600 ± 190	11,5 ± 2,8	30 ± 8	50,5	51	48,3
ung.	1060 ± 180	22 ± 2,6	37 ± 9,8	600 ± 100	12 ± 2,7	20 ± 2,7	43,5	45,5	46,0

Tabelle 7: Ergebnisse der aus dem dynamischen Hysteresemessverfahren für das hunderste und 100 000-ste Schwingspiel bestimmten Kennwerte mit Angabe der Standardabweichung und Darstellung der prozentuellen Eigenschaftsveränderung für E-Modul, Scheinbare Scherfestigkeit und Steifigkeit

Beim dynamischen Einstufenversuch wurden erhebliche Kennwertschwankungen beobachtet. Diese, in einigen Fällen mehr als 10%, lassen sich auf Streuungen in den Eigenschaften der einzelnen Proben zurückführen. Es ist festzustellen, dass die gleichen Modellsysteme trotz großer Schwankungen der Beträge der berechneten Werte in Abhängigkeit von den Schwingspielen den gleichen charakteristischen Kurvenverlauf zeigen (Abb. 40). Anhand dieses Kurvenverlaufs kann das Ermüdungsverhalten im Grenzschichtbereich für verschieden geschichtete Glasfaseroberflächen charakterisiert werden. Beim Vergleichen der PVAc- und ungeschichteten Proben ist die unterschiedlich schnell verlaufende Rissfortpflanzung zu erkennen. Bei den ungeschichteten Proben wird die Grenzschicht plötzlich geschädigt, wobei bei den PVAc Proben die Rissverbreitung über mehrere Schwingspiele verläuft. Geschichtete Proben (APS, APS/EP, APS/PU) zeigen einen unterschiedlich schnell abfallenden Verlauf der Kurven. Somit ist eine gute Analyse der Ermüdungseigenschaften im Grenzschichtbereich realisierbar.

Bei der Steifigkeit sind die Abweichungen am größten (Abb. 37). Wie bereits beschrieben, gehen der Durchmesser und die Einbettlänge bei der Berechnung der Steifigkeit nicht mit ein (vgl. Gleichung 4). Hingegen werden bei der Auswertung der scheinbaren Scherfestigkeit Durchmesser und Einbettlänge und beim E-Modul der Durchmesser berücksichtigt (vgl. Gleichung 5). Die Streuung der Werte für die scheinbare Scherfestigkeit ist auch am kleinsten. Grund der Streuung sind die unterschiedlichen Einbettlängen und Durchmesser der Glasfasern bei den Einzelfaser-Modellverbunden, die anhand der mikroskopischen Untersuchung festgestellt wurden. Bei der Herstellung der Einzelfaser-Modellverbunde kann zwar die Einbettlänge im Programm vorgegeben werden, jedoch waren die erreichten Einbettlängen unterschiedlich. Dies hängt im großen Maße mit der Schrumpfung der Epoxidharzmatrix (von 2 bis 3%) in der Abkühlphase des Herstellungsprozesses zusammen.

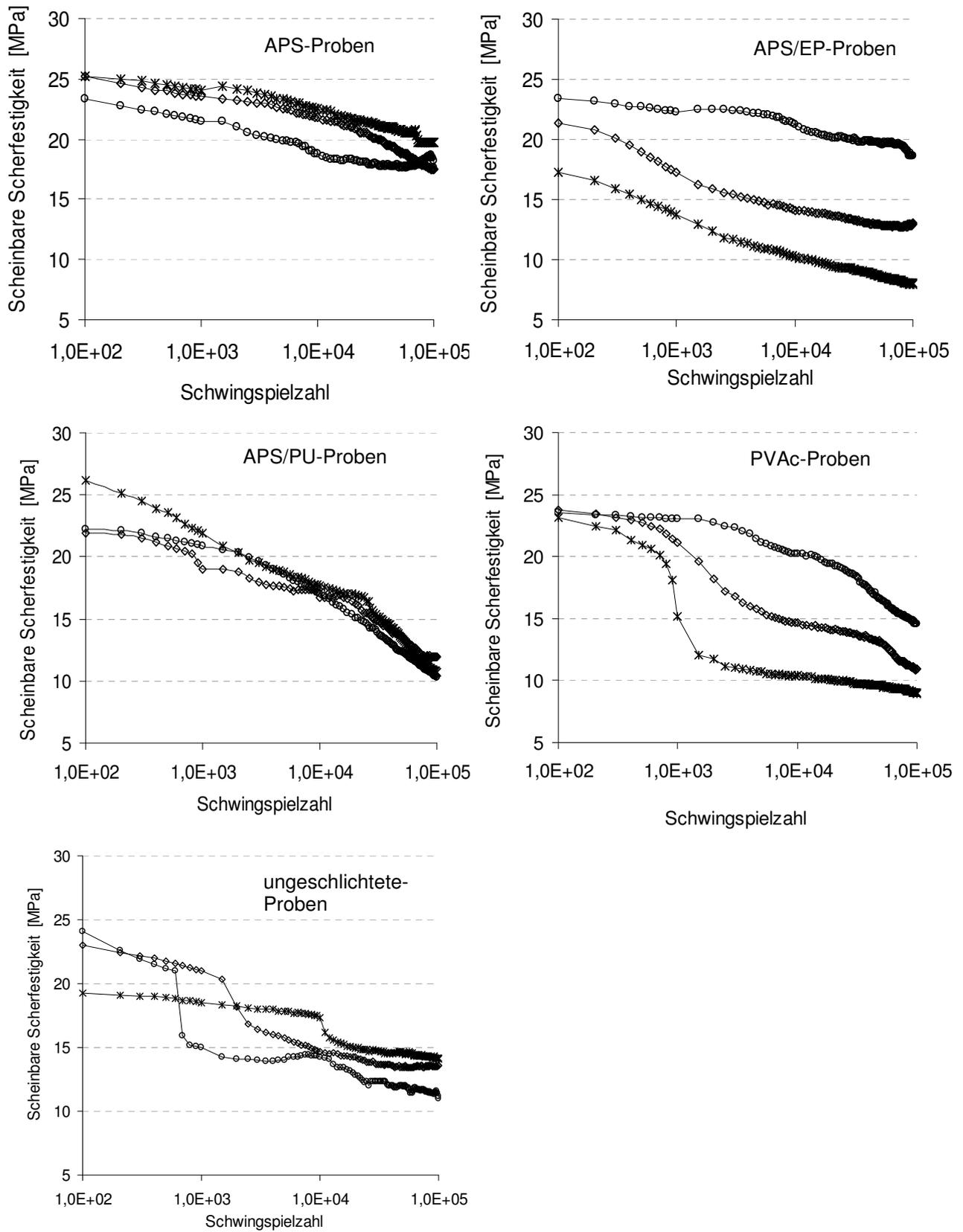


Abb. 40: Darstellung einzelner Versuche für Einzelfaser-Modellverbunde zur Abhängigkeit der scheinbaren Scherfestigkeit von der Schwingspielzahl

Bei der Hystereseemessung sind scheinbare Scherfestigkeiten von  $23,5 \pm 0,95$  MPa (Mittelwert von allen Proben) aufgetreten. Für PVAc-, ungeschlichtete Proben entsprechen diese Werte 46 %, 36,6 % und für APS-Proben 15,3 % der lokalen Scherfestigkeit (Entstehung erster Risse) (Tabelle 8). Dies ist auch der Grund der größeren Streuung der Werte bei der PVAc und ungeschlichteten Proben (siehe Tabelle 7).

Tabelle 8: Ermittlung der Belastungsamplitude anhand des Pull-Out Tests

Probenbezeichnung	Mittelwert für scheinbare Scherfestigkeit aus der Hystereseemessung [MPa]	Mittelwert für lokale Scherfestigkeit aus der Pull-Out Messung [MPa] [76]	Prozentueller Anteil [%]
APS	$24,6 \pm 1,1$	$161 \pm 9$	15,3
APS/EP	$24 \pm 1,5$	$141 \pm 2$	17
APS/PU	$23,4 \pm 2,3$	$84 \pm 3$	27,8
PVAc	$23,5 \pm 0,3$	$51 \pm 2$	46
ungeschlichtet	$22 \pm 2,6$	$60 \pm 2$	36,6

#### 4.1.2.3 Modell zum Ermüdungsverhalten bei zyklischer Belastung

Aus den Ergebnissen der dynamischen Hystereseemessung geht hervor, dass die Veränderung der Eigenschaften für scheinbare Scherfestigkeit, E-Modul etc. bei ungeschlichteten und PVAc-geschlichteten Proben im Vergleich zu den geschichteten Proben schneller verläuft. Dies wird in dem schnell abfallenden Kurvenverlauf der ungeschlichteten und PVAc-geschichteten Proben deutlich. Um das Ermüdungsverhalten der Einzelfaser-Modellverbunde bei zyklischer Belastung beschreiben zu können, wurde ein Modell konzipiert (Abb. 41). Erste Überlegungen gehen auf die Arbeiten von Brameshuber und Bahnholzer zurück [80]. Hier wird das elastische Verhalten im Grenzschichtbereich bei statischer Belastung betrachtet. Dazu werden Zhandarov's Arbeiten einbezogen, die den plastischen Charakter bei statischer Belastung in Betracht ziehen [13]. In dem in der Abbildung 41 dargestellten Modell sind drei Bereiche in der Grenzschichtumgebung während des Versagens der Faser-Matrix-Verbindung dargestellt.

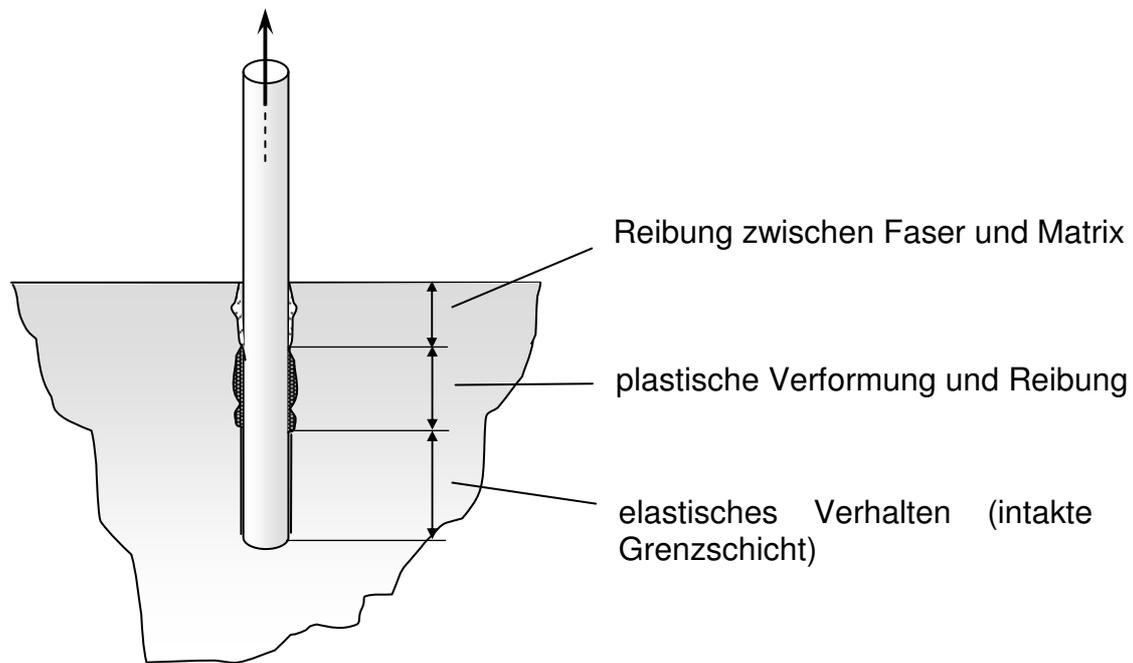


Abb. 41: Darstellung der drei möglichen Bereiche in der Grenzschichtumgebung während des Versagens der Faser-Matrix-Verbindung

Der erste Bereich wird charakterisiert durch Reibung zwischen Faser und Matrix. Im zweiten Bereich findet eine plastische Deformation sowie Reibung an einzelnen teilweise abgelösten Stellen statt. Im dritten Bereich ist die Faser-Matrix-Verbindung noch intakt. Mit ansteigender Anzahl von Schwingspielen verändert sich das Verhältnis zwischen diesen drei Bereichen, wobei sich der Riss weiter entwickelt und die intakte Zone immer kleiner wird.

Die schnelle (langsame) Veränderung des Kurvenverlaufes bei scheinbarer Scherfestigkeit, E-Modul, Steifigkeit, Verlustarbeit etc. der verschiedenen Modellsysteme wird auf eine schnelle (langsame) Veränderung des Verhältnisses zwischen den drei Bereichen (Reibung, plastischer und intakter Bereich) zurückgeführt.

#### 4.1.3 Laststeigerungsversuch

Der Einfluss der unterschiedlichen Schichten auf das Verhalten der Einzelfaser-Modellverbunde im Laststeigerungsversuch wird anhand der Abhängigkeit des E-Moduls vom Verschiebungsniveau dargestellt (Abb. 42).

Der E-Modul ist eine aussagekräftige Kenngröße zur Charakterisierung des

lastabhängigen Materialverhaltens. Bei elastischem Verhalten ist der E-Modul von der Lasthöhe (Verschiebungshöhe) unabhängig. So kann beispielsweise anhand des spannungsabhängigen Materialverhalten (bei Einzelfaser-Modellverbunden des spannungsabhängigen Materialverhalten im Grenzschichtbereich) zwischen elastischem und plastischem Verhalten auf verschiedenen Lastniveaus (Verschiebungsniveaus) differenziert werden. Auch beim Betrachten der Kraft-Verschiebungs-Diagramme aus dem Faserauszugtest (vgl. Kapitel: 3.8) sind unterschiedliche Bereiche (elastisch, plastisch) zu erkennen (verschiedene Werte für den E-Modul).

Beim Laststeigerungsversuch sollen die verschiedenen Werte des E-Moduls im elastischen Bereich sowie im bzw. oberhalb des Schädigungsbereiches (plastisch) gemessen werden. Ausgehend von dem Verlauf der Schädigung (Veränderung der Steilheit der Kurve im Kraft-Verschiebungs-Diagramm) im Pull-out Versuch wurde die Auswahl der Verschiebungsniveaus festgelegt: nach unten das quasi-schädigungsfreie Verschiebungsniveau ( $2\mu\text{m}$ ), nach oben durch das Versagen im Grenzschichtbereich.

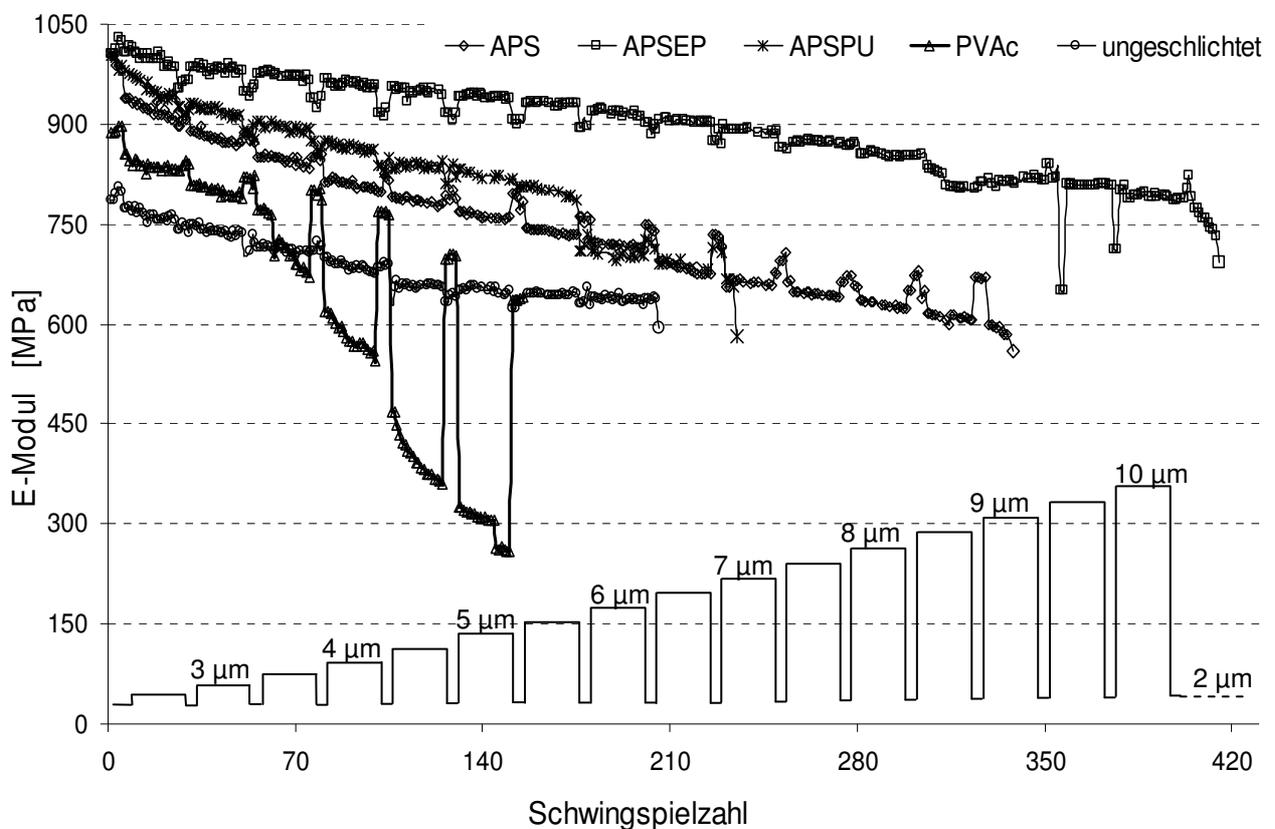


Abbildung: 42. Veränderung des E-Moduls beim Laststeigerungsversuch, ermittelt anhand des Hysteresemessverfahrens

Beim Betrachten des lastabhängigen E-Modulverlaufes wird der Einfluss der Belastung (Verschiebung) deutlich erkennbar. Bei allen Einzelfaser-Modellverbunden ist ein Abfall des E-Moduls während zyklischer Beanspruchung bei einer Verschiebungssteigerung von 2 auf 10  $\mu\text{m}$  (schrittweise jeweils um 0,5  $\mu\text{m}$ ) feststellbar. Es ist aber auch zu erkennen, dass die Einzelfaser-Modellverbunde mit Haftvermittler keine signifikanten Unterschiede im E-Modul zwischen dem zerstörungsfreien Niveau (2 $\mu\text{m}$ ) und den erhöhten Verschiebungsstufen zeigen. Am deutlichsten zu sehen ist, wie der E-Modul für die PVAc-Probe unterschiedlich große Werte bei verschiedenen Verschiebungsniveaus erreicht, während der E-Modul bei der ungeschlichteten Glasfaser zwischen den 2 $\mu\text{m}$  (zerstörungsfreies Niveau) und den erhöhten Verschiebungen annähernd gleich groß bleibt. Bei der ungeschlichteten Glasfaser kann kein eindeutiger Übergang zwischen elastischem und plastischem Verhalten beobachtet werden. Dies deutet auf ein sprödes Verhalten hin. Hingegen ist bei den PVAc-Proben dieser Übergang sehr deutlich zu erkennen. Dieser Verlauf des E-Moduls (unterschiedliche Werte bei verschiedenen Verschiebungsniveaus) gibt ein Hinweis für ein duktilen Verhalten, bevor die Grenzschicht vollkommen versagt. Das duktile Verhalten der PVAc-Proben und das spröde Verhalten der ungeschlichteten korreliert mit den Ergebnissen aus dem dynamischen Hystereseverfahren. Dort wird ein teilweise plastisches (sprödes) Verhalten der PVAc-Probe (ungeschlichteten Probe) im Grenzschichtbereich während der zyklischen Belastung beobachtet.

Weiter sollen Ergebnisse aus den quasi-schädigungsfreien Verschiebungsniveaus (2 $\mu\text{m}$ ) betrachtet werden (Abb. 43). Es handelt sich um Einzelversuche, wobei der charakteristische Kurvenverlauf von Bedeutung ist.

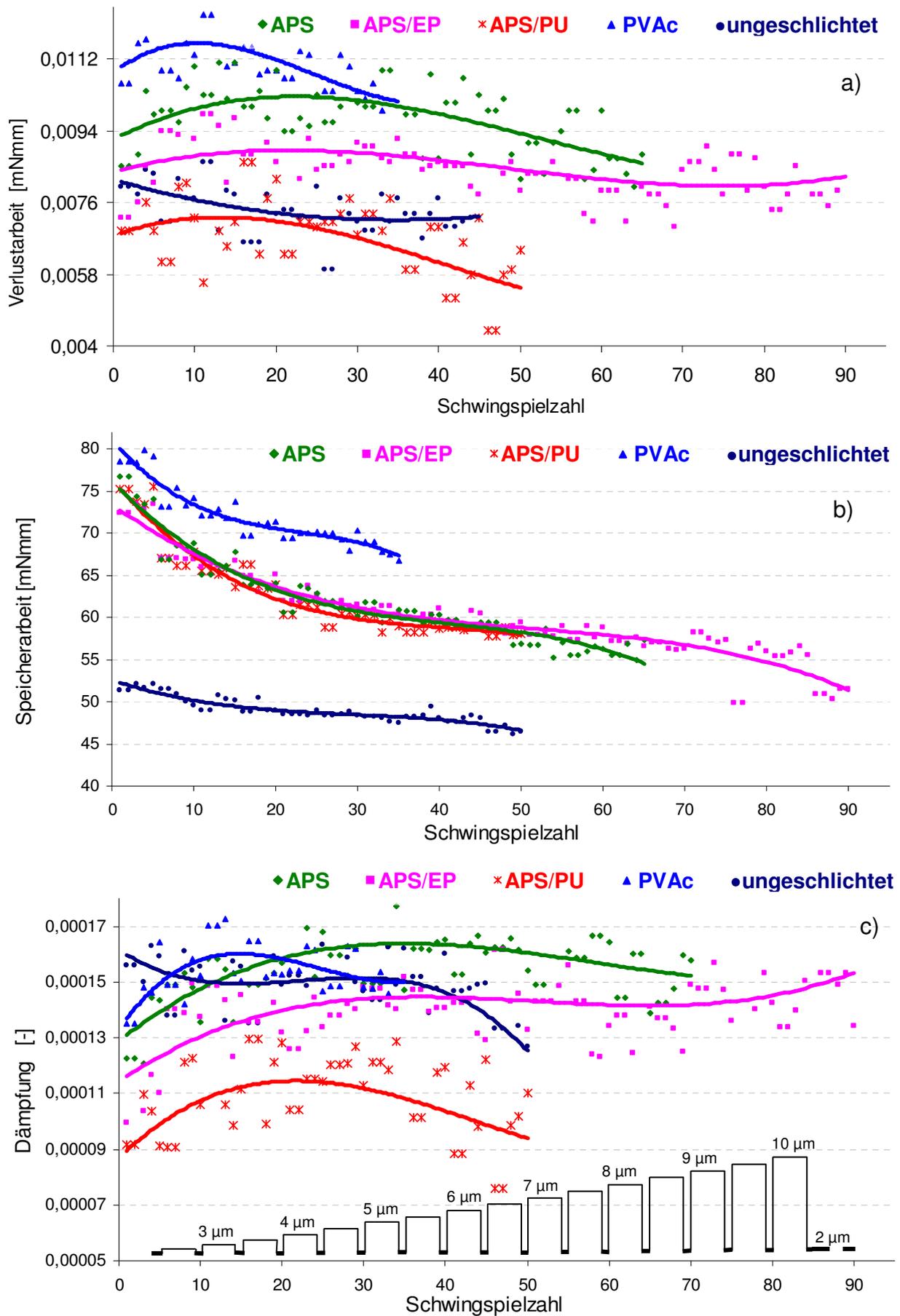


Abb. 43: Verlauf der Hysteresekennwerte für a) Verlustarbeit, b) Speicherarbeit) und c) Dämpfung auf dem quasi-schädigungsfreien Verschiebungsniveau ( $2\mu\text{m}$ )

Beim Betrachten des Verlaufs der Dämpfung bei den geschichteten Glasfasern, die sich aus dem Verhältnis von Verlustarbeit zu Speicherarbeit errechnet, ist anfänglich ein steigender Verlauf der Dämpfung, gefolgt von einem Maximum und danach einem Abfall der Werte zu beobachten. Der Abfall der Dämpfung auf dem quasi-schädigungsfreien Verschiebungsniveau nach zunehmender Verschiebungsamplitude resultiert aus einer Abnahme der Verlustarbeit (Abb. 43 a)), in Verbindung mit einer Abnahme der Speicherarbeit (Abb. 43 b)), wobei die Abnahme der Speicherarbeit nach dem Maximum langsamer verläuft als bei der Verlustarbeit. Eine Verminderung der Abnahme der Speicherarbeit bei gleichzeitiger, kontinuierlicher Abnahme der Verlustarbeit lässt darauf schließen, dass durch Mikrorissbildung und Mikrorissfortpflanzung größere Volumenbereiche mit Mikrorissen entstehen. Innerhalb dieser Mikrovolumenbereiche finden dann keine energiedissipierenden Prozesse mehr statt.

Zur Veranschaulichung ist in der Abbildung 44 beispielsweise für die PVAc-Probe die Veränderung der Hystereseschleife, die mit der Veränderung der Verlust- und Speicherarbeit verbunden ist, dargestellt.

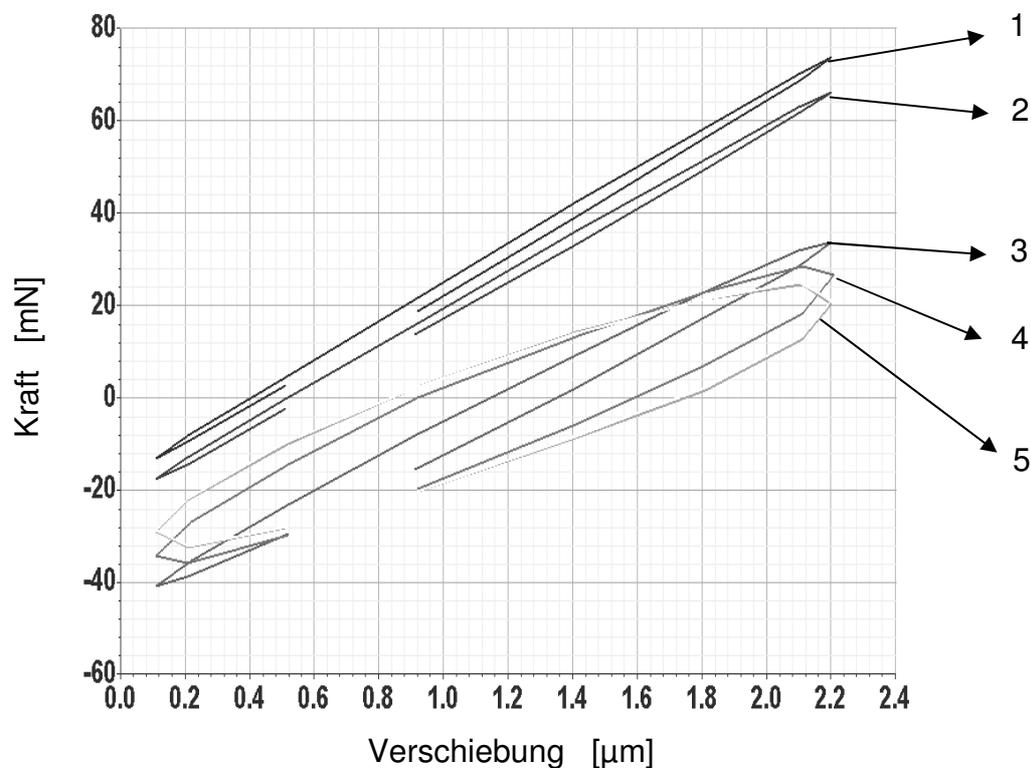


Abb. 44: Veränderung der Hystereseschleife für PVAc-Probe beim Laststeigerungsversuch bei 2µm nach: 1. 2µm, 2. 2,5µm, 3. 3µm, 4. 3,5µm, 5. 4µm

Die erste Schleife, am Anfang der Messung ( $2\mu\text{m}$ ) zeigt ein nahezu ideal-elastisches Verhalten. Nach erhöhter Verschiebungsamplitude von  $2,5\mu\text{m}$  zeigt die Hystereseschleife auf dem quasi-schädigungsfreien Verschiebungsniveau ( $2\mu\text{m}$ ) eine noch unveränderte Form. Hier ändert sich nur der Winkel der Schleife, was einer Senkung des Wertes für Speicherarbeit entspricht (Abb. 43 b)). Bei der dritten Schleife, die aus dem quasi-schädigungsfreien Verschiebungsniveau nach der Verschiebungsamplitude von  $3\mu\text{m}$  bestimmt wurde, ist eine Änderung sowohl der Form als auch der Lage der Hystereseschleife zu erkennen. Dies entspricht einer Senkung der Speicherarbeit (Abb. 43 b)) und Vergrößerung der Verlustarbeit (Abb. 43 a)). Noch größere Veränderung der Form und Lage der Hystereseschleife (Schleife 4) auf dem quasi-schädigungsfreien Verschiebungsniveau ist nach der Verschiebungsamplitude von  $3,5\mu\text{m}$  zu sehen. Diese korreliert mit dem Maximum der Dämpfung bei der PVAc-Probe (Abb. 43 a)). Nach der Verschiebungsamplitude von  $4\mu\text{m}$  zeigt die Hystereseschleife (Schleife 5) eine Winkeländerung (Abnahme der Speicherarbeit). Die von dieser Schleife umschlossene Fläche wird nach dem Erreichen des Maximums jedoch kleiner als in der vierten Schleife. Die kleiner werdende Fläche der Hystereseschleife führt zu kleineren Werten der Verlustarbeit (Abb. 43 a)).

Das bereits erwähnte Maximum in der Dämpfung korreliert mit einer Sättigung mit Mikrorissen im Grenzschichtbereich zwischen Faser und Matrix. Die ungeschlichtete Glasfaser zeigt kein Maximum in den Dämpfungswerten. Hier ist ein abfallender Charakter (siehe Abb. 43 c)) zu erkennen. Dies lässt auf ein sprödes Verhalten bei den ungeschlichteten Einzelfaser-Modellverbunden schließen. Durch das spröde Verhalten der Grenzschicht wird ein plötzliches Versagen im Grenzschichtbereich verursacht. Dieses Verhalten zeigen die geschlichteten Glasfasern aber nicht. Dies hängt mit der Fähigkeit der Einzelfaser-Modellverbunde mit geschlichteten Glasfasern zusammen, die Energie zu dissipieren (bei PVAc-Probe gewisse Plastizität). Abbildung 45 zeigt eine Modellvorstellung zur Veränderung der Dämpfung im Grenzschichtbereich. Anhand des Modells wird die Mikrorissbildung und -verbreitung im Grenzschichtbereich zwischen Faser und Matrix beim Einzelfaser-Modellverbund beim Mikroermüdungstest (Hysteresemessung - Laststeigerungsversuch) dargestellt.

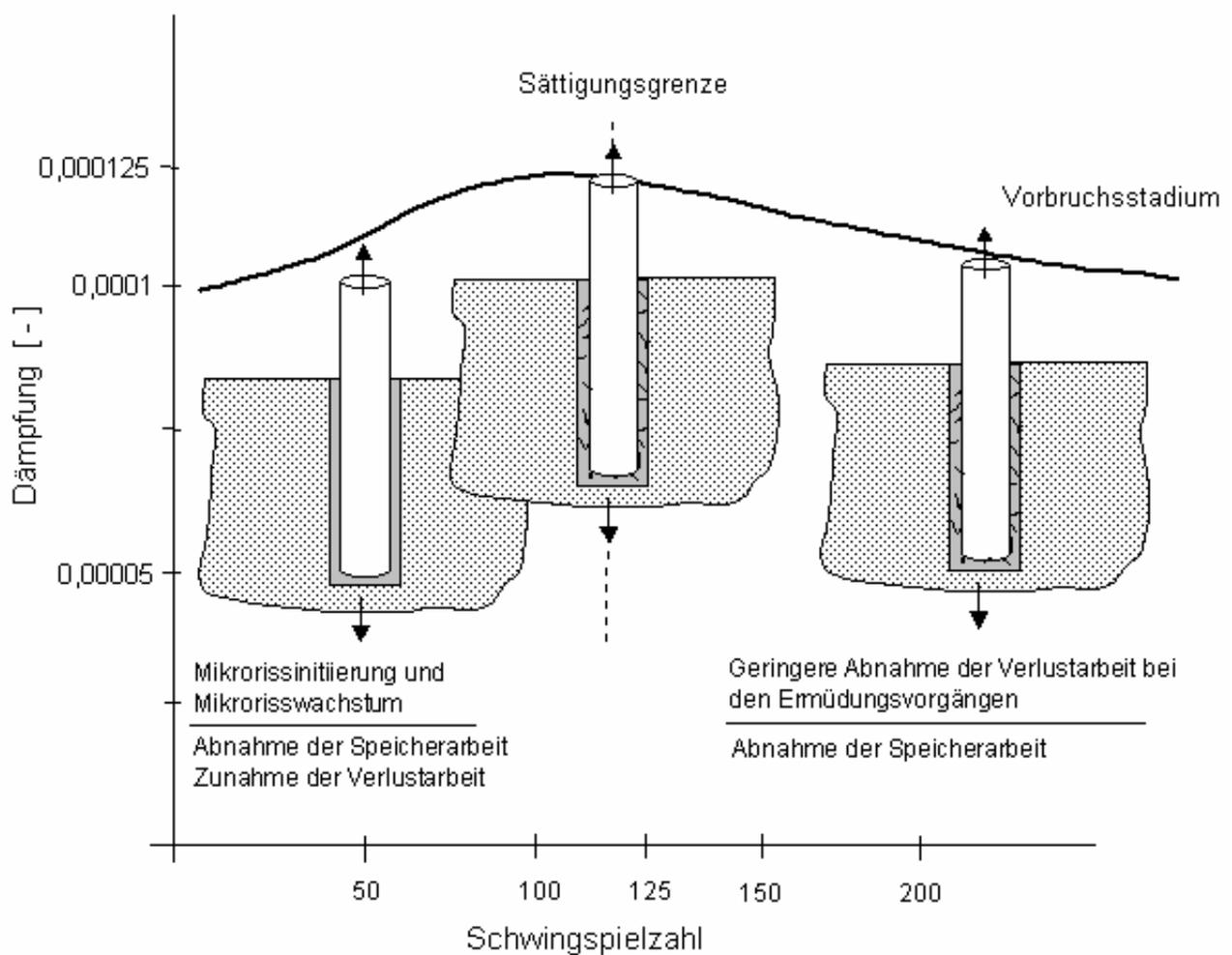


Abb. 45: Modellvorstellung zur Rissentwicklung und damit verbundenem Verlauf der Dämpfung an der Grenzschicht des Einzelfaser-Modellverbundes beim Laststeigerungsversuch

Es kann gefolgert werden, dass durch Anwendung des Haftvermittlers sowohl eine Steifigkeitsverbesserung erzielt als auch ein sprödes Versagen im Grenzschichtbereich verhindert werden kann (ungeschichtete Probe).

## 4.2 Ergebnisse aus der rasterkraftmikroskopischen Untersuchung (AFM)

In der Abbildung 46 sind die mittleren (a) und maximalen (b) Rauheiten aus der rasterkraftmikroskopischen Untersuchung (AFM) an unterschiedlich oberflächenbehandelten Glasfasern vor und nach zyklischer Belastung verglichen.

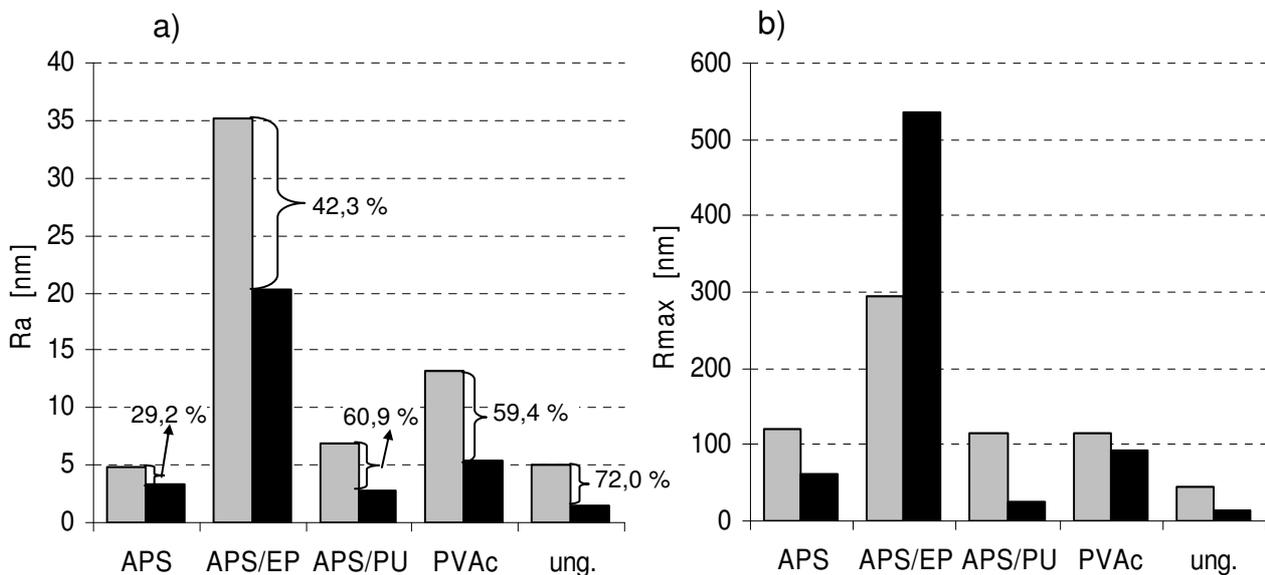


Abbildung 46: Vergleich der mittleren a) und maximalen b) Rauheiten vor (grau) und nach (schwarz) der zyklischen Belastung an verschiedenen oberflächenbehandelten Glasfasern

Abnehmende Werte für die mittlere Rauheit  $R_a$  lassen darauf schließen, dass es bei der dynamischen Belastung beim Hysteresemessverfahren zur Deformation der anhaftenden Partikel der gebildeten Grenzschicht, aufgrund der zyklischen Beanspruchung kommt, so dass im Vergleich zu allen Ausgangsfasern die mittleren Rauheiten abnehmen. Das ist sehr deutlich an den feinkörnigen Strukturen (Abb. 47) zu erkennen. Obwohl die maximalen Rauheiten der APS/EP-geschichteten Faser nach der zyklischen Belastung ansteigen, werden bei APS- und APS/EP-Einzelfaser-Modellverbunden die geringsten Abnahmen der mittleren Rauheit während der zyklischen Belastung beobachtet. Die Veränderung der mittleren Rauheit vor und nach der zyklischen Belastung gibt einen Hinweis auf die Materialermüdung in der Grenzschicht. APS/PU-, PVAc-geschichtete und ungeschichtete Einzelfaser-Modellverbunde zeigen bei zyklischer Untersuchung neben den maximalen Abnahmen in der mittleren Rauheit auch eine deutliche Senkung der scheinbaren Scherfestigkeit, der Steifigkeit und des E-Moduls.

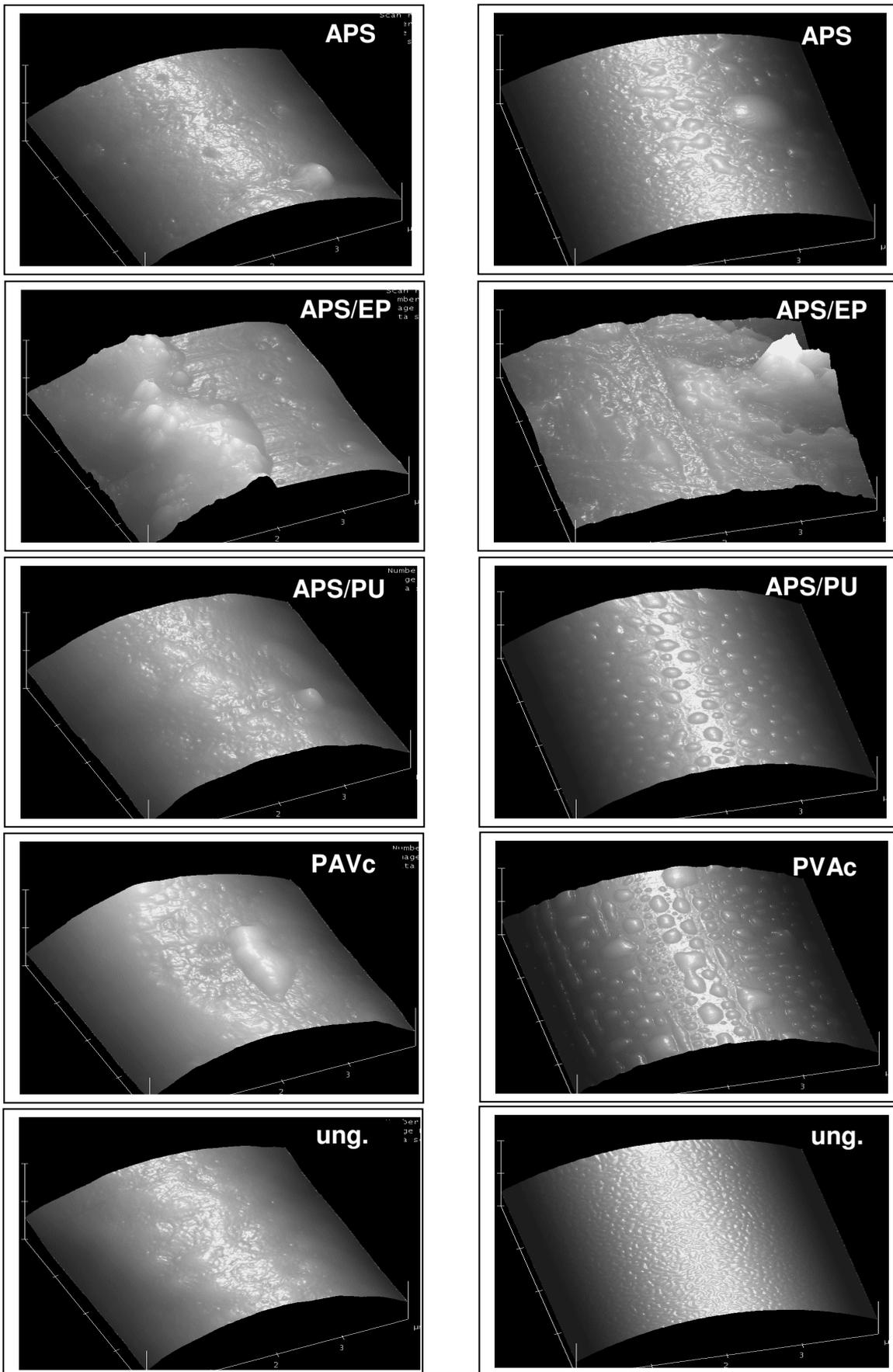


Abb. 47: AFM–Aufnahmen geschichteter Glasfaseroberflächen im Ausgangszustand (linke Spalte) und nach der dynamischen Hysteresemessung (rechte Spalte). Topographieaufnahmen erstellt im Tapping Mode in der Reihenfolge: APS, APS/EP, APS/PU, PVAc, ungeschichtet

#### **4.3 Bewertung der Versuchsergebnisse, ermittelt aus dem Hysteresemessverfahren**

Bei den APS-Proben ist im Vergleich zu anderen untersuchten Proben die geringste Eigenschaftsveränderung unter zyklischer Belastung bei dem mikromechanischen Hysteresemessverfahren (gute Ermüdungseigenschaften) aufgetreten. Des Weiteren erreichten die APS-Proben die höchsten Kennwerte beim Faserauszugstest. Durch die APS-Schlichte kommt es zu einer sehr guten Faser-Matrix-Haftung. Der Grund dafür ist die kovalente Bindung der OH-Gruppen des Aminosilans mit den Hydroxylgruppen der Glasfaseroberfläche einerseits und der aminischen Gruppen des Aminosilans mit dem Epoxidharz andererseits. Es wurde in Arbeiten von Mäder [6] beschrieben, dass die Aminogruppen des  $\gamma$ -APS in der Schlichte als zusätzlicher Härter für die Epoxidharzmatrizes wirken und dass die Epoxidgruppen leicht mit ihnen reagieren.

Durch den Zusatz von Filmbildnern (Proben: APS/EP und APS/PU) wird die direkte Verbindung zwischen Glasfaseroberfläche und Matrix zum Teil abgeschwächt, was sich im Abfall sowohl der mechanischen Eigenschaften (E-Modul, Steifigkeit) als auch der Ermüdungseigenschaften widerspiegelt. APS/EP-Proben weisen im Vergleich zu den APS/PU-Proben ein besseres Eigenschaftsbild auf. Dies ist an den höheren Kennwerten beim Faserauszugstest [76] und guten Ermüdungseigenschaften (geringe Eigenschaftsveränderung unter zyklischer Belastung) bei den dynamischen Einstufenversuchen zu sehen. Diese Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass bei dieser Modifikation die Faser-Matrix-Haftung besser ist. Der Filmbildner auf Basis von Epoxidharz nimmt während des Herstellungsprozesses an der Vernetzung im Grenzschichtbereich teil und es erfolgt eine gute Interdiffusion der Schlichte in die Matrix. Bei der APS/PU-Probe wird vermutet, dass der Filmbildner auf Basis von Polyurethan sich nicht in dem Maße wie der Filmbildner auf Basis von Epoxidharz bei der Vernetzung beteiligt und es ereignet sich nur eine geringe Interdiffusion. Dies führt dazu, dass APS/EP-Proben im Vergleich zu den APS/PU-Proben ein besseres Eigenschaftsbild aufweisen.

Die Veränderung der Eigenschaften der APS/PU-Proben ist bei der dynamischen Hysteresemessung zwischen dem Anfang und dem Ende der Messung am größten. Diese Veränderung der Eigenschaften (scheinbare Scherfestigkeit, E-Modul, Steifigkeit) in Abhängigkeit von der Schwingspielzahl verläuft langsam. Es kommt

nicht zu einem raschen Kurvenabfall, d.h. es kommt nicht zum plötzlichen Versagen im Grenzschichtbereich. Der Bereich der Grenzschicht wird, bevor das totale Versagen auftritt, plastisch verformt. APS/PU-Proben haben im Vergleich zu ungeschlichteten- und PVAc-geschlichteten Einzelfaser-Modellverbunden beim Faserauszugstest höhere maximale Scherfestigkeiten erreicht [76]. Dies deutet auf eine bessere Faser-Matrix-Haftung hin.

Die niedrigen Werte für Steifigkeit, E-Modul und scheinbare Scherfestigkeit beim PVAc-Modellsystem sind ein Hinweis für keine nennenswerten Bindungskräfte (schwache Faser-Matrix-Haftung). Die Ursache dafür ist, dass in dieser Modellschicht kein Haftmittel enthalten ist. Der PVAc-Filmbildner verleiht der Grenzschicht jedoch eine gewisse Plastizität und Fähigkeit, Energie zu dissipieren. Diese Eigenschaft der PVAc-Schicht kann auch bei den Laststeigerungsversuchen beobachtet werden. Hier wird ein ähnlicher Trend des Verlaufes der Verlustarbeit der PVAc-Proben mit geschlichteten Proben (mit Ausnahme von ungeschlichteten Glasfasern) deutlich. Die Ergebnisse aus dem Ermüdungstest (sowohl langsam, als auch dynamische Hysteresemessung) deuten auf ein im Vergleich zu ungeschlichteten Proben besseres Eigenschaftsniveau hin.

Bei der ungeschlichteten Glasfaser fehlt eine chemische Anbindung zwischen Faser und Matrix, die die Haftung zwischen diesen zwei Komponenten verbessern würde. Dies ist auch der Grund des schlechten Eigenschaftsniveaus (niedrige Werte der maximalen scheinbaren Scherfestigkeit beim Faserauszugstest) und der Ermüdungseigenschaften. Beim dynamischen Hysteresemessverfahren ist eine plötzliche Veränderung der Eigenschaften (Abfall beim Kurvenverlauf) zu sehen. Dies deutet auf ein plötzliches Versagen im Grenzschichtbereich, was charakteristisch für ein sprödes Verhalten ist. Auch die Arbeiten von Mai et al. zeigen einen spröden Charakter des fasernahen Bereichs bei ungeschlichteten Glasfasern [79]. Die Ursache dafür kann die bevorzugte Adsorption des aminischen Härter an der Glasfaseroberfläche und folglich eine lokale Abweichung der Polymerzusammensetzung von dem stöchiometrischen Verhältnis sein [78].

## 5. Vergleichende Betrachtung der mikromechanischen Untersuchungen mit mechanischen Werkstofftests

In der Abbildung 48 ist ein Prüfkörper (unidirektionaler Verbundwerkstoff) für den statischen und dynamischen (zyklische Wechselbelastung) Zugversuch dargestellt. Er besitzt eine Dicke von 2 mm im Prüfbereich (mit 1 mm Aufleimern im Lastbereich), eine Breite von 15 mm und eine Gesamtlänge von 190 mm. Die Einspannlänge der Proben zwischen den Aufleimern beträgt 90 mm. Bei der Herstellung der Prüfkörper wird wie bei Einzelfaser-Modellverbunden die Epoxidharzmatrix Rütapox L20 mit Härter Rütapox SL verwendet. Für die in dieser Arbeit durchgeführten mechanischen Werkstoffprüfungen werden als Verstärkungsmaterial sowohl die gleiche Serie von ungeschichteten als auch verschieden geschichteten Glasfasern benutzt wie bei den Einzelfaser-Modellverbunden.



Abb. 48: Prüfkörper (unidirektionaler Verbundwerkstoff) mit unterschiedlich geschichteten Glasfasern in axialer Richtung für statische und dynamische Untersuchung. (Oben) nach der Messung, (unten) Anfangsstadium

Für diesen Vergleich wurden die Einzelfaser-Modellverbunde und die makroskopischen Verbundprüfkörper unter den gleichen Härtingsbedingungen (Zeit, Temperatur) hergestellt.

### 5.1 Statischer Zugversuch an unidirektionalen Verbunden

#### 5.1.1 Statischer Zugversuch/ Prüfmethode

Für den Zugversuch wurde eine statische Universalprüfmaschine (TIRA test 2300) benutzt (Abb. 49). Die Kraftmessung erfolgt mit einer Kraftmessdose mit einem

maximalen Kraftbereich bis 100 kN. Die Einspannung wird durch mechanische Klemmböden (geriffelt) mit den Maßen von 180 x 80 mm gesichert. Die Einspannlänge ist mit der freien parallelen Probenlänge zwischen den Aufleimern (90 mm) identisch. Die Dehnung wird über den Wegaufnehmer (Traverse) gemessen. Vor dem Durchführen des Zugversuches werden diese mit einer Vorkraft von 100 N vorbelastet, damit sich die Probenkörper in einem einachsigen Zustand befinden. Ausgewertet wurde die maximale Zugfestigkeit und die dazugehörige Dehnung, die in Spannungs-Dehnungs-Diagramme eingetragen wurden.

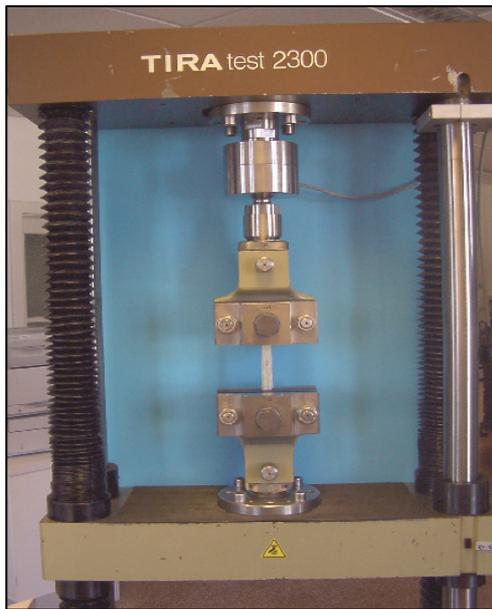


Abb. 49: Statische Universalprüfmaschine TIRA test 2300 im Institut für Polymerforschung Dresden e.V.

### 5.1.2 Ergebnisse aus statischem Zugversuch

Der anhand des statischen Zugversuches ermittelte E-Modul und die maximale Zugfestigkeit für UD-Verbunde mit verschiedenen geschichteten Glasfasern sind in der Tabelle 9 dargestellt.

Tabelle 9: Ergebnisse aus dem statischen Zugversuch der unidirektionalen Epoxidharzverbunde mit unterschiedlich geschichteten Glasfasern (50 Vol.%) in axialer Richtung

Probenbezeichnung	Zugfestigkeit	E-Modul	Dehnung
	$\sigma_{\max}$ [MPa]	E [GPa]	$\epsilon_{\max}$ [%]
ungeschichtet	880 ± 9	32,49	6,3
PVAc	1022 ± 9	35,24	6,3
APS/PU	1194 ± 5	33,47	7,6
APS/EP	1139 ± 8	31,26	7,1
APS	964 ± 12	33,45	6

Bei ungeschichteten Glasfasern ist die maximale Zugfestigkeit im Vergleich zu geschichteten Proben kleiner. Grund dafür ist, dass bei dieser Modifikation keine Schlichte benutzt wird (kein Haftvermittler). Somit tritt keine gute Haftung zwischen Faser und Matrix auf. PVAc-geschichtete Glasfasern haben auch keinen Haftvermittler, dementsprechend ist auch die Haftung zwischen Faser und Matrix schwach. Bei APS-Proben entsteht eine sehr gute Haftung zwischen Faser und Matrix dank der Wechselwirkung der aminischen Gruppen mit Epoxidharz einerseits und der kovalenten Bindung der OH-Gruppen des Aminosilans mit den Hydroxylgruppen der Glasfaseroberfläche andererseits. Bei APS-Proben ist jedoch die Zugfestigkeit kleiner als bei PVAc-Proben. Kleinere Werte für die Zugfestigkeit hängen damit zusammen, dass bei der APS-Probe kein Filmbildner in der Schlichte vorhanden ist. Der Filmbildner schützt die Faser bei der Herstellung des Verbundwerkstoffes. Da APS-Proben keinen Filmbildner haben, wird die Glasfaser bei der Herstellung des unidirektionalen Verbundprüfkörpers teilweise geschädigt. Dies hat eine Minderung der Festigkeitswerte bei APS-Proben zur Folge. APS/PU- und APS/EP-Proben haben sowohl Haftvermittler als auch Filmbildner in der Schlichte. Anhand des Haftvermittler entsteht eine gute Faser-Matrix-Haftung bei diesen zwei Modifikationen und der Filmbildner schützt die Glasfaser bei der Herstellung der Proben. Die APS/PU-Proben im Vergleich zu APS/EP-Proben ergaben allerdings höhere Werte für die Zugfestigkeit bei den Zugversuchen. Dies hängt damit zusammen, dass APS/PU-geschichtete Glasfasern eine höhere Faserfestigkeit als die APS/EP-geschichteten Glasfasern haben [82, 83]. Dies deutet darauf hin, dass die Faserfestigkeit die maximal ertragbare Belastung steigern kann.

## **5.2 Zyklische Wechselbelastung an Unidirektionalverbunden**

### **5.2.1 Prüfmethode (Einstufenversuch)**

Auf einem vollinstrumentierten servohydraulischen Prüfsystem 810 MTS (zyklisch-dynamische Werkstoffprüfungen) wurden dehnungsgeregelte Wechselbelastungen durchgeführt (Abb. 50). Die Kraftmessung erfolgt mit einer Kraftmessdose mit einer maximalen Nennlast von 50 kN. Der maximale Zylinderhub entspricht 160 mm (von der Nulllage  $\pm$  80mm). Die Probenprüfkörper werden in dem Probenhalter 647 Hydraulic Wedge Grip mit Hilfe von hydraulischen Spannbacken eingespannt. Die

Einspannlänge beträgt 90 mm, wobei die Messung der Dehnung über einen Feindehnungsaufnehmer MTS erfolgt und sich auf eine Messlänge von 25 mm bezieht. Die Dehnung kann maximal im Bereich von  $\pm 2,5\%$  ermittelt werden. Die Prüfkörper wurden sinus geregelt mit einer Frequenz von 10 Hz bis zu einer Dehnung von 1,2 % der Einspannlänge belastet. Als Abbruchkriterium wurde das Versagen der Prüfkörper oder das Erreichen von  $10^6$  Lastwechselzahl gewählt. Der dynamische Zugversuch wurde bei Kunststoffklima von 23°C und Luftfeuchte von 50% durchgeführt.



Abb. 50: Servohydraulische Prüfmaschine 810 MTS für dynamische Zugversuche am Institut für Polymerforschung Dresden e.V.

### 5.2.2 Ergebnisse aus Zugversuch bei zyklischer Wechselbelastung

In der Abbildung 51 ist die Veränderung der Hystereseschleife bei zyklischer Wechselbelastung (dehnungsgeregelte Einstufenversuche) für unidirektionale Verbunde aus Epoxidharz mit verschiedenen geschichteten Glasfasern dargestellt. Die Hysteresekurven weisen keine Änderung in Gestalt und Form auf und zeigen bis zur maximal erreichten Lastwechselzahl keine Veränderung des Anstieges sowie der Fläche der Hystereseschleife. Geringfügige Verschiebungen der Hystereseschleifen können versuchstechnisch bedingt sein (z.B. Ablösung der Aufleimer).

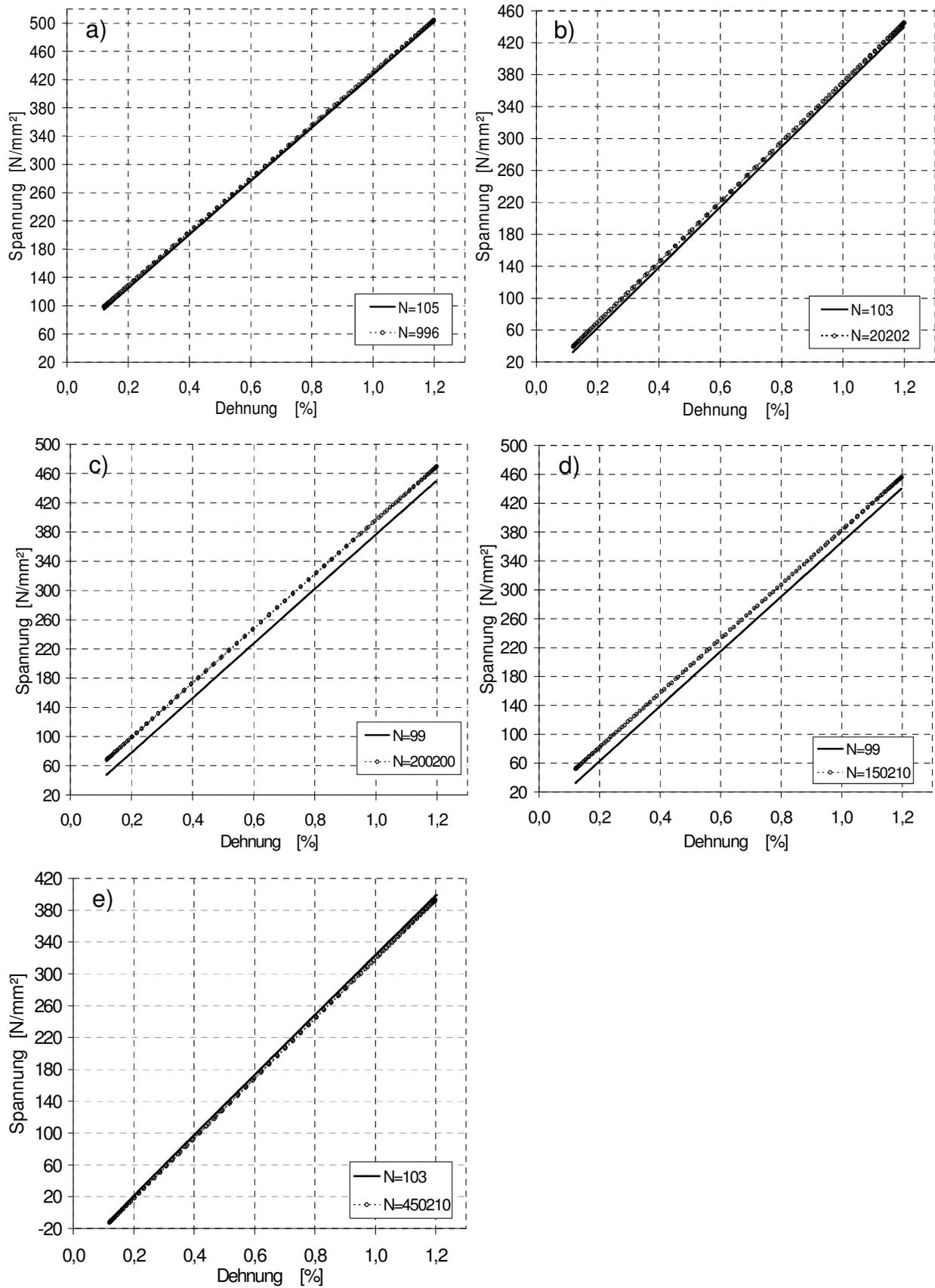


Abb. 51: Veränderung der Hystereseschleife bei zyklischer Wechselbelastung für unidirektionalen Verbund aus Epoxidharz mit a) ungeschlichteten, b) PVAc-, c) APS/EP-, d) APS/PU- e) APS-geschichteten Glasfasern

Anhand der Ergebnisse ist die Auswertung von Verlustarbeit und Dämpfung als kritisch anzusehen, da auf geringem Dehnungsniveau die Werte messtechnisch bedingt von Signalrauschen überlagert sind und z.T. im negativen Bereich verlaufen. So ist auch eine Auswertung der energetischen Anteile aufgrund der sehr geringen Materialdämpfung (bzw. Verlustarbeit) nicht zuverlässig möglich. Auf Grund der sehr kleinen Änderungen im Eigenschaftsbild in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl bis zum Versagen wird auf ein sprödes Verhalten bei den Unidirektionalverbunden gefolgert. In der Abbildung 52 ist die Abhängigkeit der Spannung von der Lastwechselzahl dargestellt. Hier sind signifikant unterschiedlich ertragbare Lastwechselzahlen bei den Unidirektionalverbunden (Prüfkörpern) in Abhängigkeit von der Glasfaserschichte feststellbar (vgl. Tabelle 10).

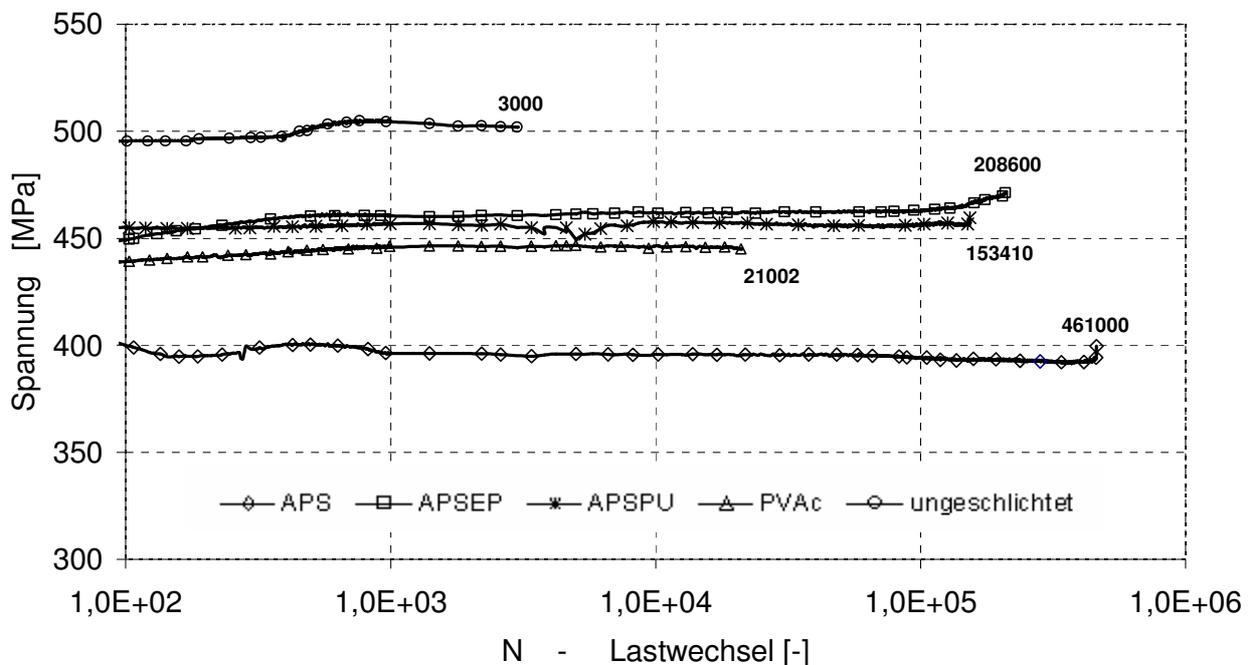


Abb. 52: Veränderung der maximalen Spannung in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl für einen Unidirektionalverbund aus Epoxidharz und verschieden geschichteten Glasfasern

Tabelle 10: Maximal erreichte Lastwechselzahlen für unterschiedlich geschichtete Glasfasern

Probenbezeichnung	Erreichte Lastwechsel
APS	461 000
APS/EP	208 000
APS/PU	153 410
PVAc	21 002
ungeschichtet	3000

Bei zyklischer Belastung zeigen UD-Verbunde mit ungeschichteten Glasfasern schlechte Ermüdungseigenschaften. Schon wenige Lastwechselzahlen ( $N=3000$ ) führen zum Versagen der Proben. Ursache für dieses Verhalten ist die Abwesenheit des Haftvermittlers. Der Haftvermittler gewährleistet eine gute Faser-Matrix-Haftung. PVAc-Probe zeigt im Vergleich zur ungeschichteten Probe ein besseres Ermüdungsverhalten (Bruch bei ca. 21000 Lastwechseln). Bei den PVAc-Proben, auch wenn die Faser-Matrix-Haftung schwach ist (kein Haftvermittler), verleiht der PVAc-Filmbildner der Grenzschicht eine gewisse Plastizität und Fähigkeit, Energie zu dissipieren. Somit ist im Vergleich zu ungeschichteten Proben auch die maximal erreichte Schwingenspielzahl größer. Die ertragbare Anzahl von Lastwechsel bei APS/EP- und APS/PU-Proben ist höher als bei PVAc- und ungeschichteten Proben. Vorhandener Filmbildner und Haftvermittler wirken sich positiv auf die Ermüdungseigenschaften bei diesen beiden Probesystemen aus. Durch die Anwesenheit des Filmbildners wird allerdings die direkte Verbindung zwischen der Glasfaseroberfläche und der Matrix zum Teil abgeschwächt, was dazu führt, dass die maximal ertragbare Lastwechselzahl im Vergleich zu APS-Proben zu niedrigeren Werten fällt. APS/EP-Proben erreichten im Vergleich zu APS/PU-Proben eine höhere Anzahl von Schwingenspielen. Der Filmbildner auf Basis von Epoxidharz nimmt offenbar während des Herstellungsprozesses an der Vernetzung im Grenzschichtbereich zwischen Faser und Matrix teil und es erfolgt eine gute Interdiffusion der Schlichte in die Matrix. Dies ist die Ursache des unterschiedlichen Ermüdungsverhaltens dieser zwei Probesysteme.

Die APS-Probe zeigt bei zyklischer Belastung von 30% der maximalen Zugfestigkeit ein sehr gutes Ermüdungsverhalten. Hier gewährleistet der Haftvermittler eine gute chemische Bindung zwischen Faser und Matrix. In diesem Fall trägt die Grenzschicht bei den Ermüdungseigenschaften dazu bei, dass die APS-Proben bei dieser Lasthöhe für längere Zeit intakt bleiben (ca. 420 000 Lastwechseln).

### **5.3 Vergleich der Ergebnisse aus Hysteresemessverfahren und Zugversuchen an Unidirektionalverbunden (makromechanisch)**

Eine Zusammenfassung der erreichten Ergebnisse aus Hysteresemessverfahren und makromechanischen Versuchen ist in Tabelle 11 dargestellt.

Tabelle 11: Überblick der erreichten Ergebnisse anhand der mikro- und makromechanischen Prüfmethoden

Messmethode	Probenbezeichnung				
	APS	APS/EP	APS/PU	PVAc	ung.
Pull-Out Versuch, Scheinbare Scherfestigkeit [MPa], Einzelfaser-Modellverbund [76]	161	141	84	51	60
dynamische Hysteresemessung, Scheinbare Scherfestigkeit [MPa] bei N = 100 000, Einzelfaser-Modellverbund	17,3	14,6	11	11,5	12
Quasi-statische Hysteresemessung, Scheinbare Scherfestigkeit [MPa] bei N = 100, Einzelfaser-Modellverbund	15,73	13,9	11,6	10,26	9,08
Zugversuch, statisch in Längsrichtung der Fasern, Zugspannung [MPa], unidirektionaler Verbundwerkstoff	964	1139	1194	1022	880
Querversuch, statisch in Querrichtung der Faser, Scherspannung [MPa], unidirektionaler Verbundwerkstoff [76]	59,9	55,8	25	23,4	29,5

Die ungeschichteten Proben zeigen sowohl schlechte Ermüdungseigenschaften als auch niedrige Festigkeitswerte bei den mikromechanischen und makromechanischen Messverfahren. Grund dafür ist einerseits, dass kein Haftvermittler vorhanden ist, der eine gute Haftung zwischen Faser und Matrix gewährleistet. Andererseits wird die Glasfaser nicht beim Herstellungsprozess geschützt, da auch kein Filmbildner bei dieser Probenmodifikation benutzt wird. Dies führt beim Zugversuch an Unidirektionalverbunden zum schlechten Eigenschaftsbild sowohl bei statischer Belastung (geringe Zugfestigkeit) als auch bei zyklischer Wechselbelastung (schnelles Versagen). Bei langsamen mikromechanischen Versuchen erreichen sie nur kleine Werte für die scheinbare Scherfestigkeit und dynamische Beanspruchung führt zum spröden Versagen der Einzelfaser-Modellverbunde im Grenzschichtbereich.

Bei der PVAc-Proben ist auch kein Haftvermittler in der Schlichte, aus diesem Grund entsteht keine gute Faser-Matrix-Haftung. Dies führt dazu, dass die PVAc-Proben keine guten Festigkeitswerte und Ermüdungseigenschaften aufweisen. Bei den PVAc-Proben, auch wenn die Faser-Matrix-Haftung schwach ist, verleiht der PVAc-Filmbildner der Grenzschicht eine gewisse Plastizität und Fähigkeit, Energie zu dissipieren. Somit ist im Vergleich zur ungeschichteten Glasfaser bei Unidirektionalverbunden die maximal erreichte Schwingspielzahl bei zyklischer

Beanspruchung höher und die mikromechanischen Messungen zeigen einen langsamen Verlauf der Rissfortpflanzung beim Ermüdungsverhalten der PVAc-Proben.

Die ertragbare Anzahl von Lastwechseln bei zyklischer Belastung im Zugversuch bei APS/EP- und APS/PU-Proben ist höher als bei PVAc- und ungeschlichteten Proben. Vorhandener Filmbildner und Haftvermittler wirken sich positiv auf die Ermüdungseigenschaften bei makromechanischen Tests aus. Beim Hysteresemessverfahren versagen diese Probensysteme nicht durch ein sprödes Versagen, sondern die Eigenschaften (E-Modul, Steifigkeit, scheinbare Scherfestigkeit) ändern sich kontinuierlich zu niedrigeren Werten. Es wird vermutet, dass der Filmbildner auf Basis von Polyurethan nur eine geringe Interdiffusion zur Epoxidmatrix eingeht und durch die Anwesenheit des Filmbildners die direkte Verbindung zwischen der Glasfaseroberfläche und der Matrix zum Teil abgeschwächt wird. Der Filmbildner auf Basis von Epoxidharz nimmt offenkundig während des Herstellungsprozesses an der Vernetzung im Grenzschichtbereich zwischen Faser und Matrix teil und es erfolgt eine gute Interdiffusion der Schichte in die Matrix. Hieraus resultiert das unterschiedliche Ermüdungsverhalten dieser zwei Probensysteme. Bei APS/EP-UD-Proben wurde eine höhere Anzahl von Schwingspielen als bei APS/PU-UD-Proben erreicht und die Veränderung der Eigenschaften (Ermüdungserscheinung) ist bei APS/EP-Einzelfaser-Modellverbunden kleiner als bei APS/PU-Einzelfaser-Modellverbunden. Die APS/PU-Proben ergaben im Vergleich zu APS/EP-Proben bessere Eigenschaften beim Zugversuch bei statischer Belastung als bei zyklischer Belastung. Das Versagen tritt bei APS/PU-Proben schneller als bei APS/EP-Proben auf, aber die Zugfestigkeit ist größer. APS/PU-geschlichtete Glasfasern haben eine höhere Faserfestigkeit als die EP-geschlichteten Glasfasern [82, 83]. Dies erlaubt den Schluss, dass die Faserfestigkeit die maximale Zugfestigkeit erhöhen kann, aber bei der zyklischen Belastung (Ermüdungseigenschaften) der unidirektionalen Verbundprüfkörper nur eine untergeordnete Rolle spielt. APS/PU-Einzelfaser-Modellverbunde zeigen gegenüber ungeschlichteten Fasern eine etwas erhöhte Faser-Matrix-Haftung im „Pull-out“ Test, jedoch im dynamischen Einstufenversuch (Hysteresemessverfahren) ist die Veränderung der Eigenschaften zwischen Anfang und Ende der Messung am größten. Bei der Deformation im Grenzschichtbereich ist bei dem Laststeigerungsversuch ein großer plastischer Anteil vorhanden, was dazu führt,

dass das Versagen bei dynamischer Hysteresemessung nicht plötzlich auftritt. Aus den vorherigen mikromechanischen Untersuchungen geht hervor, dass der Haftvermittler bei den APS-Proben eine sehr gute chemische Bindung zwischen Faser und Matrix gewährleistet. Somit sind auch die Ermüdungseigenschaften der Einzelfaser-Modellverbunde mit APS-Schlichte besser als das bei den PU- und EP-Proben der Fall ist. In diesem Fall trägt der Grenzschichtbereich bei den Ermüdungseigenschaften dazu bei, dass die APS-Proben für längere Zeit intakt bleiben. Gleiche Ergebnisse haben auch die makroskopischen Testmethoden gezeigt. Hier haben die APS-Proben die größte Anzahl von Schwingspielen erreicht. Die Zugfestigkeit der APS-Proben bei den makromechanischen Zugversuchen waren jedoch schlechter als APS/PU- bzw. APS/EP-Proben. Der Filmbildner schützt die Faser bei der Herstellung des Verbundwerkstoffes. Da APS-Proben keinen Filmbildner haben, wird die Glasfaser bei der Herstellung des unidirektionalen Verbundprüfkörpers teilweise geschädigt. Dies hat die Minderung der Faserfestigkeit bei APS-Proben im Vergleich zu den APS/PU- und APS/EP-Proben zur Folge [82, 83].

Bei mikromechanischen Messmethoden spielt die Faserfestigkeit keine Rolle. Somit hängen auch die aus dem Hysteresemessverfahren ermittelten Werte nicht von der Faserfestigkeit ab. Bei den mikromechanischen Tests wurden auch höhere Werte für scheinbare Scherfestigkeit, Steifigkeit etc. für APS-Einzelfaser-Modellverbunde ermittelt.

#### **5.4 Vergleich der Ergebnisse aus mikromechanischen Versuchen und dem Querzugversuch**

Die Untersuchungen der Grenzschicht (Einzelfaser-Modellverbunde) anhand mikromechanischer Tests ergeben eine gute Korrelation zu den Eigenschaften realer Verbunde (Querzugversuch) [76], wie in der Abbildung 53 dargestellt. Beim Querzugversuch hat die Grenzschicht zwischen den Fasern und der Matrix einen dominanten Einfluss auf die Eigenschaften des Faser-Matrix-Verbundes. Beim Vergleich können nur qualitative Aussagen getroffen werden. Die quantitative Vorhersage der Verbundeigenschaften anhand der mikromechanischen Testergebnisse ist wegen der Vielzahl der Einflussgrößen auf die Verbundeigenschaften mittels der derzeit aufgestellten Modelle nicht ausreichend

möglich. So ist auch der Vergleich der mikromechanischen und makromechanischen Ergebnisse auf eine Gegenüberstellung begrenzt.

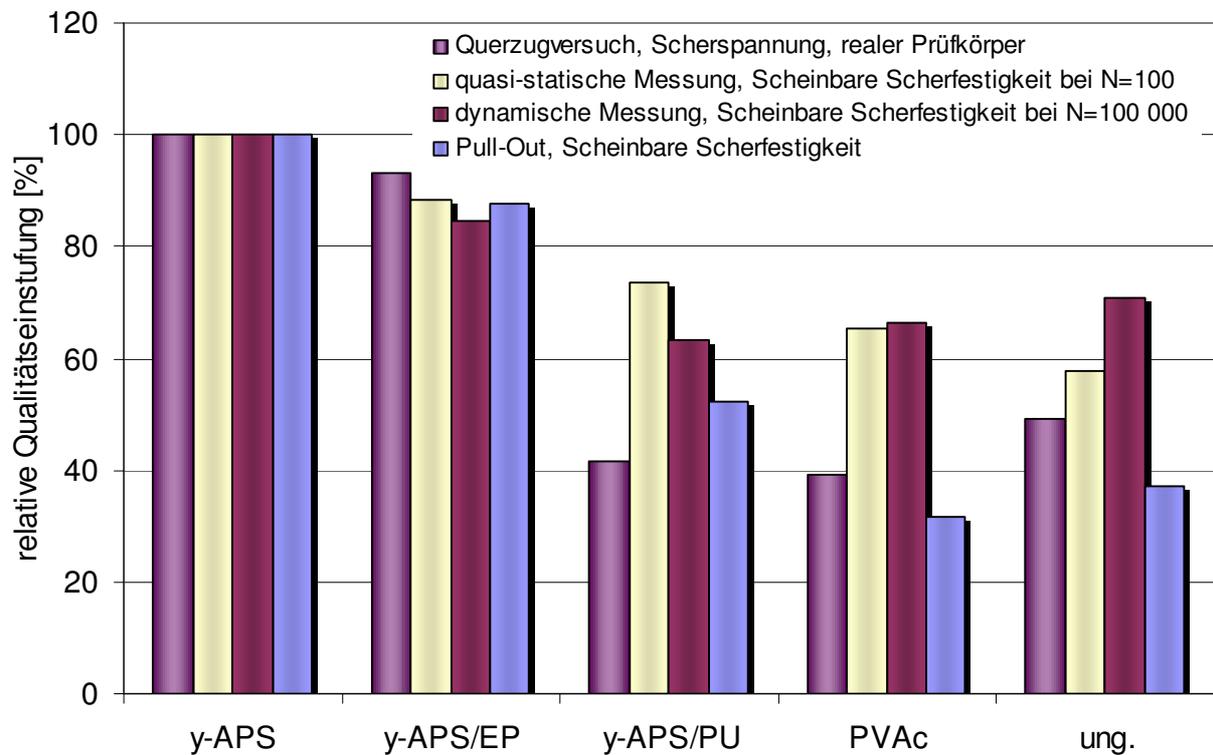


Abb. 53: Vergleich der Ergebnisse aus unterschiedlichen mikro- und makromechanischen Messmethoden

Die unterschiedlichen Ergebnisse sind in erheblichem Maß auf die chemische Zusammensetzung der Faserschichten auf der Glasfaseroberfläche zurückzuführen, die die Wechselwirkung zwischen Faser und Matrix und damit auch die Grenzschichteigenschaften verändern.

## 6 Zusammenfassung

Zur Erfassung der mechanischen Eigenschaften im Grenzschichtbereich von Einzelfaser-Modellverbunden und deren Veränderung bei zyklischer Beanspruchung wurde ein elektronisches Mess- und Auswerteverfahren entwickelt. Der Hysteresemessplatz wird bezüglich der Messwerterfassung und Auswertung erweitert und dadurch dessen Messgenauigkeit und Anwendbarkeit verbessert. Im Vergleich zu den zyklischen Untersuchungen anhand des Hysteresemessverfahren (langsamer Einstufenversuch, dynamischer Einstufenversuch, Laststeigerungsversuch) wurden quasistatische Faserauszugtests (Pull-out) [76] durchgeführt. Durch kleine Amplituden von 3 – 4  $\mu\text{m}$  findet die Messung im Bereich des linear-elastischen Materialverhaltens statt, wodurch die gemessenen Eigenschaften im Grenzschichtbereich von der Amplitude unabhängig sind. Kleine Schädigungen treten nur durch zyklische Beanspruchung auf. Somit können die Ermüdungseigenschaften des Einzelfaser-Modellverbundes im Grenzschichtbereich beobachtet werden. Die Einzelfaser-Modellverbunde wurden unter reproduzierbaren Bedingungen auf einer Fasereinbettanlage hergestellt. Der Einzelfaser-Modellverbund stellt eine Abstraktion der Komplexität des makroskopischen Verbundes dar. Dadurch ist eine selektive, lokale Aussage über die mikromechanischen Eigenschaften der Faser-Matrix-Grenzregion ermöglicht. Die in der Grenzschicht zwischen der Glasfaser und der Epoxidharzmatrix hervorgerufene Wechselwirkung wird durch die Oberflächenmodifizierung der Faser beeinflusst. Als Oberflächenmodifizierungen werden Aminopropyltriethoxysilan (APS) in Kombination mit Polyurethan (nicht kompatibel) sowie Epoxid-Filmbildner (kompatibel) betrachtet. Als Modellfälle kommen ungeschlichtete sowie mit Polyvinylacetat geschlichtete Glasfasern zur Anwendung. Als Modellmatrix wird ein reaktives Epoxidharz eingesetzt. Anhand verschiedener Faser-Matrix-Systeme kann festgestellt werden, dass der eingesetzte Haftvermittler eine gute Faser-Matrix-Haftung bewirken, wohingegen Filmbildner die Haftung verschlechtern, insbesondere wenn sie inkompatibel zur verwendeten Matrix sind.

Durch unterschiedliche Oberflächenbehandlungen wird die Faser-Matrix-Haftung verändert, was auch zur Veränderung der Ermüdungseigenschaften während der zyklischen Belastung führt. Bei den APS-Proben mit Haftvermittler wurden sehr gute Haftung (hohe Werte für die Scheinbare Scherfestigkeit) zwischen der Glasfaser und

der Matrix und gute Ermüdungseigenschaften (geringe Veränderung der Werte für scheinbare Scherfestigkeit, E-Modul etc.) erreicht. Bei den APS/EP-Proben wird durch den Zusatz von Filmbildnern die direkte Verbindung zwischen der Glasfaseroberfläche und der Matrix zum Teil abgeschwächt, was sich im Abfall sowohl der mechanischen Eigenschaften (Abfall der Werte für E-Modul, Steifigkeit etc.) als auch in schlechten Ermüdungseigenschaften widerspiegelt. Der Filmbildner auf Basis von Epoxidharz nimmt offensichtlich während des Herstellungsprozesses an der Vernetzung im Grenzschichtbereich teil und es erfolgt eine gute Interdiffusion der Schlichte in die Matrix. Dies führt dazu, dass APS/EP-Proben im Vergleich zu den APS/PU-Proben ein besseres Eigenschaftsbild aufweisen. APS/PU-Proben zeigen gegenüber ungeschlichteten Fasern eine etwas erhöhte Faser-Matrix-Haftung im Faserauszugstest, jedoch im dynamischen Einstufenversuch ist die Veränderung der Eigenschaften zwischen Anfang und Ende der Messung am größten. Bei der Deformation im Grenzschichtbereich ist bei dem Laststeigerungsversuch ein großer plastischer Anteil vorhanden, was dazu führt, dass das Versagen beim dynamischen Einstufenversuch nicht plötzlich auftritt. Es wird vermutet, dass beim Filmbildner auf Basis von Polyurethan nur eine geringe Interdiffusion in die Epoxidmatrix stattfindet. Bei den PVAc-Proben verleiht der PVAc-Filmbildner der Grenzschicht ebenfalls, trotz geringer Haftung zwischen Faser und Matrix, eine gewisse Plastizität und Fähigkeit, Energie zu dissipieren. Diese Eigenschaft der Schlichte kann auch bei den Laststeigerungsversuchen beobachtet werden. Die schwache Haftung führt jedoch beim Faserauszugstest zu kleinen scheinbaren Scherfestigkeiten. Ungeschlichtete Glasfasern bilden keine signifikante Faser-Matrix-Haftung, verbessert durch Wechselwirkung, aus, die der Dauerbelastung stand halten. Sehr kleine Werte für scheinbare Scherfestigkeiten im Faserauszugstest gehen konform mit einem spröden Versagen im Grenzschichtbereich, was sich in einem plötzlichen Abfall der Eigenschaften bei zyklischer Belastung bemerkbar macht.

Im Vergleich zu den zyklischen Untersuchungen an Einzelfaser-Modellverbunden ergeben quasistatische Untersuchungen, bedingt durch die Signifikanz der Grenzschicht, gleiche Tendenzen.

Eine gute Korrelation kann zu den Ergebnissen des statischen Querzugversuches an Unidirektionalverbunden festgestellt werden, da hier ebenfalls die Grenzschicht einen dominanten Einfluss ausübt. Die zyklische Wechselbelastung der unidirektionalen Zugprüfkörper reflektiert neben dem Grenzschichteinfluss sehr stark

die Faserfestigkeit sowie Probleme des Lasteintrages, die nur bedingt mit einem Debonding sowie einem Scherversagen in der Grenzschicht verglichen werden kann. Bedingt durch unterschiedliche „Dehnbarkeit“ im Grenzschichtbereich (in der Grenzschicht) können Korrelationen zu den mikromechanischen Versuchsergebnissen bei zyklischer Wechselbelastung festgestellt werden.

Zusammenfassend kann eingeschätzt werden, dass die hohe Empfindlichkeit des Hysteresemessverfahrens es ermöglicht, in kurzer Zeit den Einfluss verschiedener Oberflächenmodifizierungen zu beurteilen und damit eine Vorauswahl über die im Verbund gebildeten Grenzschichten zu treffen.

## Literaturverzeichnis

- [1] Beckert, W.; Lauke, B.  
Critical discussion of the single-fibre pull-out test: Does it measure adhesion?, *Composites Sci. Technol.*, 57, 1689 – 1709, (1997)
- [2] Feih, S.; Schwartz, P.  
FEM analysis and comparison of single fiber pull-out tests. *Adv. Compos. Lett.*, 6, 99-102, (1997).
- [3] Wu, H. F.; Claypool, C. M.  
An analytical approach of the microbond test method used in characterizing the fibre-matrix interface, *J. Mat. Sci. Lett.*, 10, 260-262, (1991)
- [4] Cox, H. L.  
The elasticity and strength of paper and other fibrous materials, *Brit. J. Appl. Phys.*, 3, 72-79, (1952)
- [5] Meretz, S.  
Ein Beitrag zur Mikromechanik der Interphase in polymeren Faserverbundwerkstoffen, Bundesanstalt für Materialforschung und-prüfung, , Forschungsbericht 198, Berlin. (1994)
- [6] Mäder E.  
Grenzflächen, Grenzschichten und mechanische Eigenschaften faserverstärkter Polymerwerkstoffe, Habilitationsschrift, Technische Universität Dresden, Dresden (2001)
- [7] Gesang, T.  
Was eine Klebung zusammenhält (Teil 2.) *Kleben & Dichten. Adhäsion* 42, 10, 39-41, (1998)
- [8] Jenschke, W.  
Langsame Hysteresemessungen und Alterungsuntersuchungen an Einzelfaserverbunden-Bedienungsanleitung und technische Programmbeschreibung zum Programm HYST\_DAU Version 2.0, internes Arbeitspapier, IPF Dresden, (2002)
- [9] Kelly, A.; Tyson, W. R.  
Tensile Properties of Fibre-Reinforced Metals: Copper/Tungsten and Copper/Molybdenium, *J. Mech. Phys. Sol.*, 13, 329-350, (1965)
- [10] Kelly, A.; Tyson, W. R.  
Tensile Properties of Fibre-Reinforced Metals – II. Creep of Silver/Tungsten, *J. Mech. Phys. Sol.*, 14, 177-186, (1966)

- [11] Blumenauer, H.; Pusch, G.  
Technische Bruchmechanik, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1987)
- [12] Cox, H. L.; Fessler, H.; Miller, K. J.; Pook, L. P.; Turner, C. E.  
A General Introduction to Fracture Mechanics. A Journal of Strain Analysis Monograph, Mechanical Engineering Publications, London, (1978)
- [13] Zhandarov, S.; Mäder, E.  
Determination of interfacial parameters in fiber-polymer systems from pull-out test data using a bilinear bond law, *Composite Interfaces* 11, 361-392, (2004)
- [14] Thomason, J. L.; Adzima, L. J.  
Sizing up the interphase: an insider's guide to the science of sizing, *Composites: Part A* 32, 313-321, (2001)
- [15] Jakobasch, H. J.; Freitag, K. H.; Panzer, U.; Grundke, K.  
Charakterisierung und Modifizierung der Oberflächeneigenschaften von Fasern für Verbundwerkstoffe, *Chemiefasern, Textilindustrie*, 41, (1991)
- [16] Theocaris, P. S.  
The Mesophase Concept in Composites. Springer-Verlag. Berlin (1987)
- [17] Lipatov, Y. S.; Babich, V. F.; Rosivizky, V. F.  
Effect of Filler on the Relaxation Time Spectra of Filled Polymers. *J. Appl. Sci.* 20, 1787 – 1794, (1976)
- [18] Papanicolaou, G. V.; Theocaris, P. S.; Spathis, G. D.  
Adhesion efficiency between phases in fibre-reinforced polymers by means of the concept of boundary interphase, *Coll. Polym. Sci.*, 258, 1231 – 1237, (1980)
- [19] Hancox, N. L.  
Shear Properties of Laminates, in: Pritchard, G. (Hrsg., 1982), *Developments in Reinforced Plastics, Vol. 2, Kapitel 5*, (1982)
- [20] Theocaris, P. S.; Varias, A. G.  
The influence of the mesophase on the transverse and longitudinal moduli and the major Poisson ration in fibrous composites, *Coll. Polym. Sci.*, 264, 561 – 569, (1986)
- [21] Häbler, R.; zur Mühlen, E.  
An introduction to  $\mu\text{TA}^{\text{TM}}$  and its application to the study of interfaces, Elsevier Science, *Thermochimica Acta* 361, 113-120, (2000)
- [22] Häbler, R.  
Grenzschichten mikrothermisch analysieren, *Materialprüfung*, Carl Hanser Verlag, München, 3, (2000)

- [23] Munz, M., Eltanany, G.; Chung, J.; Sturm, H.; Schulz, E.  
Mapping Epoxy-Interphases, 7<sup>th</sup> European Adhesion Conference, EURADH 2004, Freiburg im Breisgau, Germany, September 5-9, (2004)
- [24] Gao, S.-L.; Mäder, E.  
Characterisation of interphase nanoscale property variations in glass fibre reinforced polypropylene and epoxy resin composites, *Composites: Part A*, 3, 559 – 576, (2002)
- [25] Penn, L. S.; Bowler, E. R.  
A new approach to surface energy characterization of the shear strength performance prediction. *Surf. Interfac. Anal.*, 3, 161-164, (1981)
- [26] Tandon, G. P.; Pagano, N. J.  
Micromechanical analysis of the fiber push-out and re-push test. *Compos. Sci. Technol.*, 58, 1709-1725, (1998)
- [27] Kerans, R. J.; Parthasarathy, T. A..  
Theoretical analysis of the fiber pullout and pushout tests. *J. Am. Ceram. Soc.*, 74, 1585-1596, (1991)
- [28] Miller, B.; Muri, P.; Febenfeld, L.  
A microbond method for determination of the shear strength of a fiber-resin interface. *Compos. Sci. Technol.*, 28, 17-32, (1987)
- [29] Gorbatkina, Y. A.  
Adhesive strength of fiber-polymer systems. New York; Ellis Horwood, (1992)
- [30] Broutman, L.  
Measurement of fiber-polymer matrix interfacial strength. In: *Interfaces. Compos. STP-452*, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, p. 27-41, (1969)
- [31] Pigott, M. R.  
Debonding and friction at fiber-polymer interfaces, I: Criteria for failure and sliding. *Compos. Sci. Technol.*, 30, 295-306, (1987)
- [32] Penn, L. S.; Lee, S.M:  
Interpretation of experimental results in the single pull-out filament test. *J. Compos. Technol. Res.*, 11, 23-30, (1989)
- [33] Miller, B.; Muri, P.; Rebenfeld, L.  
A microbond method for determination fo the shear strength of a fiber/resin interface. *Compos. Sci. Technol.*, 28,17-32, (1987)
- [34] Gao, Y. C.; Mai, Y. W.; Cotterell, B.  
Fracture of fiber-reinforced materials, *J. Appl. Math. Phys.*, 39, 550 – 572, (1988)

- [35] Kim, J. K.; Baillie, C.; Mai, Y. W.  
Interfacial debonding and fibre pull-out stresses. Part I: Critical comparison of existing theories with experiments, *J. Mat. Sci.*, 27, 3143 – 3154, (1991)
- [36] Hampe, A.; Marotzke, C.  
Adhesion of Polymers to Reinforcing Fibres, *Polym. Intern.*, 28, 313 – 318, (1992)
- [37] Kerans, R. J.; Hay, R. S.; Pagano, N. J.; Parthasarathy, T. A.  
The Role of the Fiber-Matrix Interface in Ceramic Composites, *Ceram. Bull.*, 68, 429 – 442, (1989)
- [38] Mandell, J. F.; Chen, J. H.; McGarry, F. J.;  
A microdebonding test for in situ assessment of fibre/matrix bond strength in composite materials. *Int. J. Adhesives Adhesion*, 1: 4-40, (1980)
- [39] Kalinka, G.; Leistnerk, A.; Hampe, A.  
Characterisation of the fibre/matrix interface in reinforced polymers by the push-in technique, *Composites Sci. Technol.*, 57, 845-885, (1997)
- [40] Netravali, A.N.; Stone, D.; Ruoff, S.; Topoleski, L. T. T.  
Continuous Microindenter Push-through Technique for Measuring Interfacial Shear Strength of Fiber Composites, *Comp. Sci. Techn.*, 34, 289-303, (1989)
- [41] Bechel, V. T.; Sottos, N. R.  
Application of debond length measurements to examine the mechanics of fiber pushout. *J Mech. Phys. Solids*, 46, 1675-97, (1998)
- [42] Mäder, E.; Zhou, X. F.; Pisanova, E.; Zhandarov, S.; Nutt, S.R.  
Characterisation of the interfacial bond strength between glass fibre and epoxy resin using the pull-out and push-out techniques. *Advanced Composites Letters*, Vol. 9. No. 3, 195-201, (2000)
- [43] Mandell, J. F.; Grande, D. H.; Tsiang, T. H.; McGarry, F. J.  
Modified microdebonding test for direct in situ fiber/matrix bond strength determination in fiber composites. *Composite Materials: Testing and Design (Seventh Conference)*, ASTM STP 893, ed. J. M. Whitney, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, pp. 87-108, (1986)
- [44] Eldridge, J. I.  
Desktop Fiber Push-Out Apparatus, NASA Technical Memorandum 105341, (1991)
- [45] Narottam, P. B.; Eldridge, J. I.  
Effects of fiber/matrix interface and its composition on mechanical properties of Hi-Nicalon/Celastan composites, National Aeronautics and Space Administration, Glenn Research Center, Materials Division, Cleveland, Ohio, NASA/TM, (1999)

- [46] Yiping, Q.; Schwartz, P.  
A new method for study of the fiber-matrix interface in composites: single fiber pull-out from a microcomposite, *J. Adhesion Sci. Technol.* Vol. 5, No 9, pp., 741-756, (1991)
- [47] Yiping, Q.; Schwartz, P.  
Single-fiber pull-out from a microcomposite test, Fiber Science Program, Cornell University, Ithaca, New York, 1992, in: *Composites Science and Technology*, 48, 5-10, (1993)
- [48] Sastry A. M., Poenix S. L. and Schwartz P.; *Compos. Sci. Tech*
- [49] Tanoglu, M.; McKnight, S.H.; Palmese, G. R.; Gillespie, J. W.  
Dynamic Stress/strain Response of the Interphase in Polymer Matrix Composites, Delaware, USA, : *Polymer Composites*, 22, 621-635, (2001)
- [50] Tanoglu, M.; McKnight, S.H.; Palmese, G. R.; Gillespie, J. W.  
A new technique to characterize the fiber/matrix interphase properties under high strain rates, University of Delaware, Newark, USA, 2000: in *Composites Part A* 31, 1127-1138, (2000)
- [51] Hojo, M.; Terashima K.; Igarashi, Y.; Shida, M.; Ochiai, Sh.; Inoue, T.; Sawada, Y.; Suzuki, Y.  
Interfacial Fracture in Model Composites under Static and Fatigue Loadings – Mechanism Consideration Based on Experimental and Analytical Approaches., *Materials Science Research international, Special Technical Publication –2*, pp., 189-196, (2001)
- [52] Moon, C. K.; Cho, H .H.; Um, Y. S.; Lee, J. O.  
*Polymer (Korea)*, 15, 592, (1991)
- [53] Meretz, S.;  
PhD thesis. Technical University of Berlin. Germany, (1993)
- [54] Marotzke, C.  
*Compos. Sci. Technol.*, 50,393. (1994)
- [55] Hörsting, K.; Kaldenhof, R.; Wulfhorst,B.  
Einführung in die Werkstoff- und Verarbeitungseigenschaften von Glasfasern, Aachen S. 105, (1983)
- [56] Ehrenstein G. W.  
*Faserverbundkunststoffe, Werkstoffe-Verarbeitung-Eigenschaften*, Carl Hansen Verlag, S. 195, (1992)
- [57] Pisanova, E.; Zhandarov, S.; Mäder, E.; Ahmad I.; Young, R.J.  
Three techniques of interfacial bond strength estimation from direct observation of crack initiation and propagation in polymer–fibre systems, *Composites: Part A* 32, 435–443, (2001)

- [58] Wielage B., Leonhard G.  
Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde WILEY-VCH Verlag, S. 660,  
(2001)
- [59] Zinck, P.; Mäder, E.; Gerard, J. F.  
Role of silane coupling agent and polymeric film former for tailoring glass  
fiber sizings from tensile strength measurements, Journal of materials  
science 36, 5245 – 5252, (2001)
- [60] Löwenstein, K. L.  
The manufacturing technology of continuous glass fibres, Elsevier  
Science:Amsterdam, Publisher, (1993)
- [61] Plueddeman E. P.  
J. Adhesion 2, S.194-201, 1970: Interfaces in Polymer Matrix Composites,  
S. 7, 176 – 178, Academic Press, New York/London, (1974)
- [62] Zisman W. A.  
Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Develop. 8, 2. S. 98, (1969)
- [63] Plueddemann, E. P.  
Interfaces in Polymer Matrix Composites. S 7, 176 – 178, Academic Press,  
New York/London, (1974), J. Adhesion 2, 194 – 201, (1970)
- [64] Schmidt, K. A. F.  
Glasfaserverstärkte Kunststoffe, S.210-225, Selden (Ed.), Springer-Verlag,  
Berlin, (1967)
- [65] Ishida, H. & Koenig J. L.  
Fourier Transform Infrared Spectroscopic Study of the Silane Coupling  
Agent/Porous Silica Interfaces, J. Colloid and Interface Sci. 64, 555 – 564,  
(1978)
- [66] Chiang, C. H.; Koenig J. L.  
Chemical Reactions Occurring at the Interface Epoxy Matrix and  
Aminosilane Coupling Agents in Fiber Reinforced Composites, Polym.  
Comp. 1, 88 – 92, (1980)
- [67] Plueddemann, E. P.  
J. Paint Technol. 40, 516, 1 – 9, (1968)
- [68] Bascom, W. D. & Romans J. B.: Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Develop. 7,  
172, (1968)
- [69] Zisman, W. A.  
ACS, Advanced Chem. Ser. No. 43, 1, (1964)
- [70] Firma Bakelite AG, Technisches Datenblatt – Technische Informationen  
L20 – SL, 1-5, (2000)

- [71] Jenschke, W.; Arnold D.; Mäder, E.  
Anlage zur Herstellung von Einzelfaser-Modellverbunden,  
<http://www.ipfdd.de/research/equip/equip23.html>, (1999)
- [72] Mai, K.  
Dynamische und mikroskopische Untersuchungen an Glasfaser/Polymer-  
Einzelfaserverbunden: Ein Beitrag zu Mikromechanik und Struktur von  
interphasern in faserverstärkten Polymeren, (2001)
- [73] Lazan, B.J.  
Damping of Materials and Members in Structural Mechanics. Pergamon  
Press Inc., Oxford, First Edition, (1968)
- [74] Kunststoffe, Bestimmung dynamisch-mechanischer Eigenschaften, Teil 1:  
Allgemeine Grundlagen (ISO 6721-1:1994, einschließlich Technische  
Korrektur 1:1995) Deutsche Fassung EN ISO 6721-1, (1996)
- [75] Das Große Tafelwerk, Volk und Wissen Verlag GmbH, (1999)
- [76] Pristavok, J.; Jenschke, W.; Mäder, E.; Gao, S. L.  
Cyclic Loading of Single Fiber Model Composites to Investigate Interphase  
Properties, 2<sup>nd</sup> Int. Symposium on Interfaces in Polymer Composites,  
December 9-11, Orlando, USA, (2002)
- [77] Gao, S.-L.; Mäder, E.; Abdkader, A.; Offermann, P.  
Sizings on alkaliresistant glass fibers: environmental effects on mechanical  
properties. *Lanmuir* 19, 2496-2506, (2003)
- [78] Drzal, L. T.  
Fiber-matrix interphase structure and its effect on adhesion and composite  
mechanical properties, in: *Controlled interfaces in Composite Materials*, H.  
Ishida (Ed.), pp. 309 – 320. Elsevier Sciences, New York, (1990)
- [79] Mai, K.; Mäder, E.; Mühle, M.  
Interphase characterization in composites with new non-destructive  
methods. *Composites A29*, 1111-1119, (1998)
- [80] Brameshuber, W.; Banholzer, B.  
Eien Methode zur Beschreibung des Verbundes zwischen Faser und  
zementgebundener Matrix, Ernst & Sohn, *Beton- und Stahlbetonbau* 96,  
Heft 1, 663-669, (2001)
- [81] DeLong, J. D.; Hook, K. J.; Rich, M. J.; Kalantar, J. Drzal, L.T.  
Spectroscopic characterisation of fibre-polymer interphases, in *Controlling  
Interphases in Composites Materials*, Ishida, H. (Ed.9, Elsevier,  
Amsterdam, 87-95, (1990)
- [82] Mäder, E.; Hübner, T.; Gao, S.L.; Plonka, R.; Häbler, R. Static and dynamic  
properties of single and multi-fiber/epoxy composites. *Acta Materialia*,  
submitted, (2004)

- [83] Mäder, E.; Moos, E.; Karger-Kocsis, J.  
Role of film formers in glass fibre reinforced polypropylene - new insights and relation to mechanical properties, *Composites: Part A* 32, 631-639, (2001)
- [84] Hinrichs, V.  
Die Dynamische Einzelfasrbelastung, Untersuchung der Interphase in Faserverbundsystemen mit viskoelastischer Matrix, Dissertation, Berlin, 103, 23-32, (1999)
- [85] Zhandarov, S.; Pisanova, E.; Schneider, K.  
Fiber-stretching test: a new technique for characterizing the fiber-matrix interface using direct observation of crack initiation and propagation, *J. Adhesion Sci. Technol.*, Vol. 14, No. 3, 381 – 398, (2000)
- [86] Nayfeh, A. H.  
Thermomechanically Induced Interfacial Stresses in Fibrous Composites, *Fibre Sci. & Tech.*, 10 , 195, (1977)
- [87] Nairn, J. A.  
On the Use of Shear-Lag Methods for Analysis of Stress Transfer in Unidirectional Composites, *Mechanics of Materials* 26, 63 – 80, (1997)

## Anhang

### A. Berechnungsmodell

Den Verformungsvorgängen in Werkstoffen können durch modelltheoretische Ansätze verschiedene Materialeigenschaften zugewiesen werden. Diese spiegeln die realen Verhältnisse allerdings nur idealisiert wieder. So wird beispielsweise durch das Hooke'sche Gesetz ein linear elastisches Materialverhalten zugrunde gelegt, in dem die einzelnen Körper als Federelement angenommen werden und somit den Gesamtvorgang als einen linear reversiblen kennzeichnen. Des weiteren soll exemplarisch das durch die Newton'schen Gesetze beschriebene viskose Materialverhalten dienen. Polymere Werkstoffe zeigen eine Kombination beider Werkstoffverhalten (elastisch, viskos). Die Viskoelastizität kann durch Zweiparametermodelle beschrieben werden. Die Beschreibung linear viskoelastischen Materialverhaltens im Zweiparametermodell gilt für Polymere nur im Bereich kleiner Verformungen. Das reale Werkstoffverhalten von Polymeren ist aber nichtlinear viskoelastisch, bzw. viskoelastisch-plastisch, so dass zu Drei- oder Mehrparametermodellen übergegangen werden muss, um Relaxationsprobleme z.B. mit bleibendem Verformungsanteil darzustellen.

Aufbauend auf ein ausführliches rheologisches Modell wird ein eigenes Modell über das Zusammenwirken der Stoffphasen (Faser, Matrix, Grenzschicht) erstellt (Abb.1), das in seinen Parametern die physikalische Realität widerspiegelt.

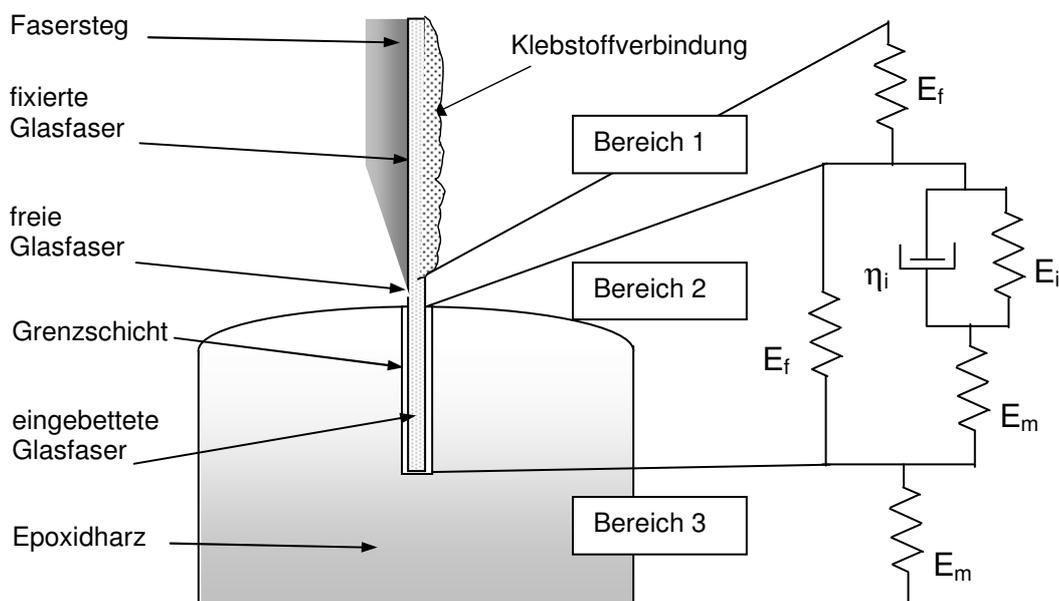


Abb. 1: Eigenes Konzept des rheologischen Modells

Das Modell bedient sich einer Feder-Dämpfer-Kombination, die in drei Hauptteile gegliedert werden kann: die freie Faser zwischen Fasersteg und Probe (Bereich 1), der Bereich der Einbettlänge der Faser (Bereich 2) und die unter dem Faserende liegende Matrix (Bereich 3). In jedem Bereich tritt bei einer Belastung eine bestimmte Verschiebung (Dehnung) auf. Hierbei wird versucht, jeden Einfluss zu definieren, um die Grenzschichteigenschaften bestimmen zu können.

Die reine Faser und die Matrix haben stets nur elastische Eigenschaften und die Grenzschicht weist elastisches und viskoses Verhalten auf. Die drei Bereiche sind in Reihe, die eingebettete Faser parallel zur Grenzschicht-Matrix-Reihe geschaltet. Die Grenzschicht ist zur Matrix in Reihe geschaltet, weil die Kraftübertragung von der Faser über die Grenzschicht vollzogen wird und die Dehnung der Grenzschicht die der Matrix beeinflusst. Der Bereich der an den Fasersteg geklebten Faser bleibt samt der Klebstoffeigenschaften im Modell unberücksichtigt, wird aber anhand der mikroskopischen Untersuchung (Long Distance Microscope) gemessen (genaue Faser-Matrix-Verschiebung) und im nachhinein in die Berechnung einbezogen.

## **A.1 Randbedingungen**

Bei der Modellbetrachtung müssen folgende Randbedingungen betrachtet und erfüllt werden.

1. Die Glasfaser und die Matrix haben elastische Eigenschaften, wohingegen die Grenzschicht sowohl einen elastischen und einen viskosen Anteil in ihrem Materialverhalten aufweist.
2. Die Parallelschaltung des elastischen und viskosen Materialverhaltens in Form des Feder-Dämpfer-Systems beruht auf der Beschreibung durch eine spontane Verschiebung im elastischen Bereich mit anschließender zeitabhängiger Lastabnahme. Die Reihenschaltung kommt eher einer viskosen Flüssigkeit nahe und ist hier ungeeignet.
3. Die Matrix folgt stets der Verschiebung der Grenzschicht und ist somit in Reihe zu ihr geschaltet.
4. Es wird die Spannungsfreiheit am Faserende aufgrund der zu vernachlässigenden kleinen Querschnittsfläche der Faser hinsichtlich der Matrix vorausgesetzt.

5. Eine perfekte Haftung zwischen Faser und Grenzschicht und Matrix trifft für kleine Belastungen zu.
6. Die Kraft ist im gesamten System homogen.
7. Daraus folgt, dass die Spannung immer in Bezug zu den korrespondierenden Querschnittsflächen betrachtet werden muss.
8. Die Spannung wird nur in faseraxialer Richtung betrachtet. Die Eigenschaften des Matrixmaterials sind in radialer Richtung homogen.
9. Die Dehnung der entfernten Matrix hängt in erster Linie von der Ausdehnung und vom E-Modul der Grenzschicht ab. Ist der E-Modul klein, ist die Dehnung der fernen Matrix gering. Ist er jedoch hoch, wird die ferne Matrix mehr gedehnt. [5]
10. Für reproduzierbare Untersuchungsergebnisse sind eine konstante Temperatur sowie gleiche Herstellungsbedingungen der Einzelfaser-Modellverbunde erforderlich.

## **A.2 Effektiver Matrixradius**

Die Grenzschicht ist der Bereich mit der höchsten mechanischen Beanspruchung. Somit stammen die aus den Versuchen an Einzelfaser-Modellverbunden gewonnenen Informationen überwiegend aus der Grenzschicht und den fasernahen Bereichen der Matrix (Grenzschichtbereich), wobei die Größe des Volumens, aus dem diese Information stammt, von Bedeutung ist. Aus diesem Grund ist es notwendig, folgende Abschätzung zu treffen.

Es wird angenommen, dass die in die Faser eingeleitete Kraft jeweils von zylinderförmigen Bereichen um die Faser herum aufgenommen wird, wobei mit größer werdendem Radius eines solchen Zylinders die Fläche, auf die diese Kraft verteilt wird, entsprechend größer wird (Abb. 2). Daraus folgt, dass die auftretende Schubspannung und somit auch die Verformung mit wachsendem Radius abnehmen.

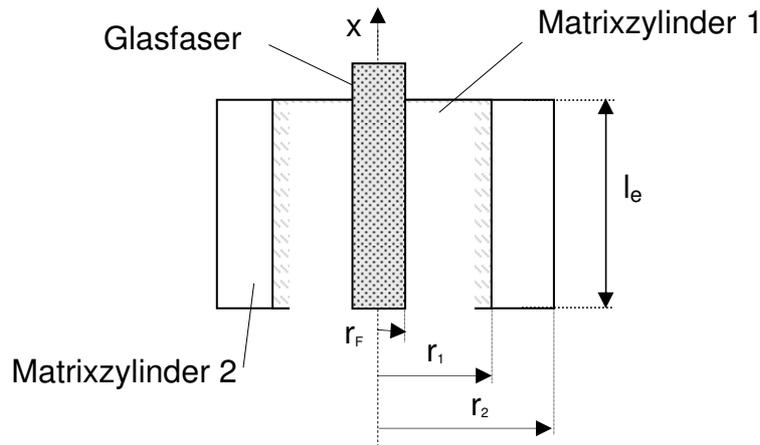


Abb. 2: Schematische Darstellung einer in der Matrix eingebetteten Glasfaser

Für die Berechnung der Schubspannung  $\tau(r)$  (scheinbaren Scherfestigkeit) gilt:

$$\tau(r) = \frac{F}{2 \cdot \pi \cdot r \cdot l_e} \quad [\text{MPa}] , \quad (1)$$

Der Verlauf der Schubspannung bei einer Fasereinbettlänge  $l_e$  von 130  $\mu\text{m}$  und einer Kraft  $F$  von 165 mN in Abhängigkeit vom Radius des Matrixzylinders  $r$  ist der Abbildung 3 zu entnehmen.

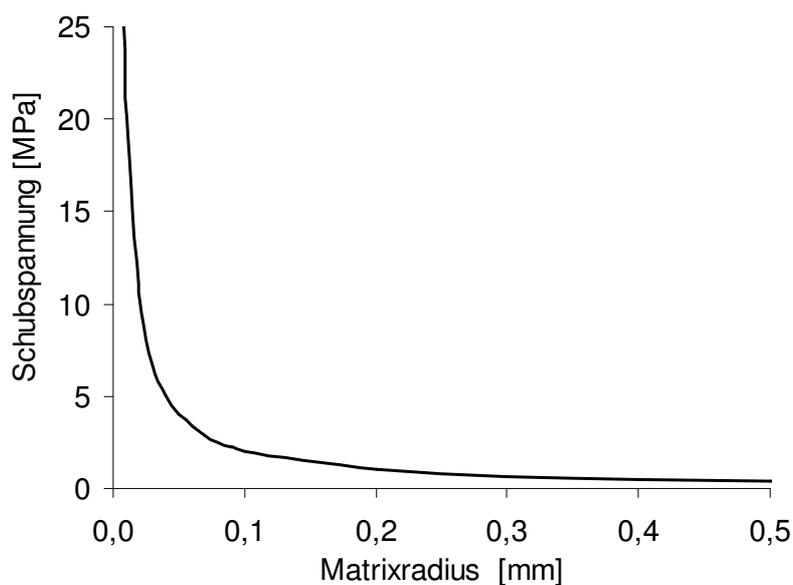


Abb. 3: Verlauf der Schubspannung in Abhängigkeit vom Radius des Matrixzylinders

Der Mittelwert der Schubspannung liegt bei etwa 4,41 MPa. Daraus ergibt sich der verwendete effektive Matrixradius von 0,039 mm.

Für die lokale Scherverformung  $\gamma(r)$  ergibt sich

$$\gamma(r) = \frac{dx(r)}{dr} = \frac{\tau(r)}{G} = \frac{F}{2\pi \cdot r \cdot l \cdot G} \quad , \quad (2)$$

wobei G der Schubmodul der Matrix ist.

Die Gesamtverschiebung  $x(r)$  innerhalb eines Matrixzylinders mit dem Radius  $r$  entspricht dann dem Integral über die lokalen Scherverformungen zwischen den Radien  $r_F$  und  $r$ :

$$x(r) = \frac{F}{2\pi \cdot r \cdot l \cdot G} \log\left(\frac{r}{r_F}\right) \quad , \quad (3)$$

Aus den Parametern aus Abbildung 3, dem Glasfaserdurchmesser  $r_F$  von 13  $\mu\text{m}$  und dem Schubmodul der Matrix 100 MPa [84] erhält man folgenden schematischen Kurvenverlauf für den prozentuellen Anteil an der Gesamtverschiebung innerhalb eines Matrixzylinders mit dem Radius  $r$  (Abb. 4).

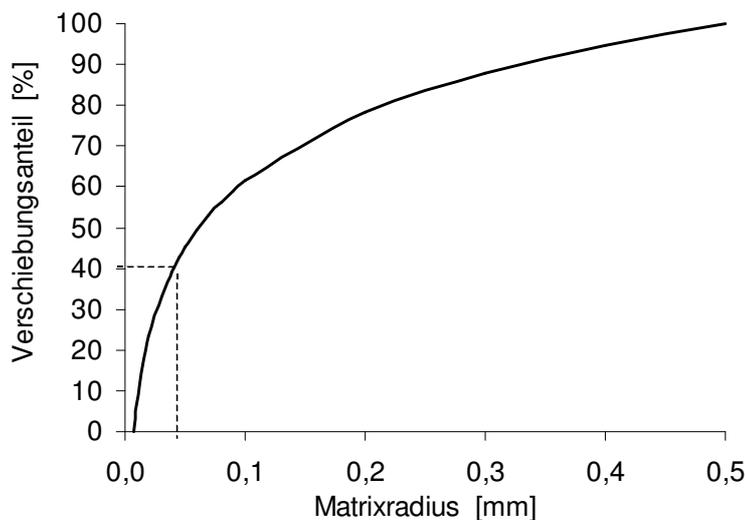


Abb. 4: Prozentualer Anteil der Scherverformung innerhalb eines Matrixzylinders mit dem Radius  $r$  an der Gesamtscherverformung

Abbildung 4 zeigt, dass bei einem effektiven Matrixzylinder von  $r = 0,039$  mm bereits 40% der Gesamtverschiebung der gesamten Matrix auftreten. Eigenschaftsänderungen der Matrix im fasernahen Bereich werden sich also überproportional stark auf die Messergebnisse bei der Hysteresemessung auswirken, da in diesem Bereich die größten Verformungen auftreten. Der Einfluss der fasernahen Bereiche ist dabei um so stärker, je dünner die Faser und je kleiner der Radius des Matrixbereiches um die Faser ist und umgekehrt. Diese Abschätzung gilt nur, wenn die Eigenschaften des Matrixmaterials in radialer Richtung homogen sind (Randbedingung 8)

### A.3 Berechnungsgrundlagen

Eine Reihenschaltung bedeutet, dass die in den Bereichen auftretenden Kräfte gleich sind ( $F_{\text{ges}} = F_i = F_j$ ) und die Dehnungen sich addieren ( $\varepsilon_{\text{ges}} = \varepsilon_i + \varepsilon_j$ ). Eine Parallelschaltung bedeutet, dass die in den Bereichen auftretenden Kräfte sich addieren ( $F_{\text{ges}} = F_i + F_j$ ) und die Dehnungen gleich sind ( $\varepsilon_{\text{ges}} = \varepsilon_i = \varepsilon_j$ ).

Die wie üblich verwendete Voraussetzung der Gleichheit oder Addition der Spannungen trifft nur zu, wenn die diesbezügliche Fläche gleich bleibt. Somit wird, anstatt mit Spannungen, mit Kräften und Flächen gerechnet. Für ein linear elastisches Federelement gilt:  $F = EA\varepsilon$ . Ein geschwindigkeitsabhängiges Dämpferelement kann mit  $F = \eta A \dot{\varepsilon}$  beschrieben werden.

Eine Parallelschaltung von Feder und Dämpfer ergibt:  $F = A(\eta \dot{\varepsilon} + E\varepsilon)$  und die

Reihenschaltung von Feder und Dämpfer:  $\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{F}}{EA} + \frac{F}{\eta A}$

Für die freie Faserlänge (Bereich 1, Abb. 1) gilt ein ideal elastisches Materialverhalten, somit kann geschrieben werden:  $F = E_f A_f \varepsilon_f$ . Die unter der Faser befindliche Matrix (Bereich 3, Abb. 1) besitzt laut Definition bei kleiner Belastung elastische Eigenschaften, daher kann geschrieben werden:  $F = E_m A_m \varepsilon_m$ . Für die Nachrechnung der Messergebnisse werden die drei Teile nicht weiter zusammengefasst. Die Bereiche eins und drei lassen sich aufgrund der bekannten Materialkennwerte berechnen und in die weitere Berechnung mit einbeziehen.

Die Parallelschaltung des viskosen und elastischen Anteils der Grenzschicht lautet (Bereich 2):

$$F_i = A_i(\eta_i \dot{\epsilon}_i + E_i \epsilon_i) \quad (4)$$

Die Parallelschaltung der elastischen Matrix lautet:

$$F_m = A_m E_m \epsilon_m \quad (5)$$

Die eingebettete Faser ist dargestellt durch:

$$F = E_f A_f \epsilon_f \quad (6)$$

Die Kraft ist im Gesamtsystem homogen verteilt (Randbedingung 6).

Nach der Laplace-Transformation erhalten wir für den Bereich, in dem sich die Grenzschicht in Reihe mit der Matrix befindet:

$$\epsilon_{im} A_i E_i A_m E_m + \dot{\epsilon}_{im} A_i \eta_i A_m E_m = F (A_i E_i + A_m E_m) + \dot{F} A_i \eta_i \quad (7)$$

vereinfacht zu

$$\epsilon_{im} E_i E_m + \dot{\epsilon}_{im} \eta_i E_m = \frac{F_{im}}{\pi} \left( \frac{E_i}{r_m^2 - r_i^2} + \frac{E_m}{r_i^2 - r_f^2} \right) + \frac{\dot{F}_{im}}{\pi} \left( \frac{\eta_i}{r_m^2 - r_i^2} \right) \quad (8)$$

Für den gesamten Bereich 2, bestehend aus der Parallelschaltung der Faser und der Reihenschaltung der Grenzschicht und der Matrix, kann wieder mittels der Laplace Transformation die Gleichung aufgestellt und vereinfacht werden zu:

$$\epsilon_2 \left( E_i E_m + E_f r_f^2 \left( \frac{E_m}{r_i^2 - r_f^2} + \frac{E_i}{r_m^2 - r_i^2} \right) \right) + \dot{\epsilon}_2 \eta_i \left( E_m + E_f \frac{r_f^2}{r_m^2 - r_i^2} \right) = \frac{F}{\pi} \left( \frac{E_i}{r_m^2 - r_i^2} + \frac{E_m}{r_i^2 - r_f^2} \right) + \frac{\dot{F}}{\pi} \left( \frac{\eta_i}{r_m^2 - r_i^2} \right) \quad (9)$$

Für den statischen Lastfall existieren keine zeitabhängigen Terme, so dass die Gleichung folgendermaßen dargestellt werden kann:

$$\varepsilon_2 \left( E_i (E_m + E_f \left( \frac{r_f^2}{r_m^2 - r_i^2} \right)) + E_f E_m \left( \frac{r_f^2}{r_i^2 - r_f^2} \right) \right) = \frac{F}{\pi} \left( \frac{E_i}{r_m^2 - r_i^2} + \frac{E_m}{r_i^2 - r_f^2} \right) \quad (10)$$

vereinfacht zu:

$$\varepsilon_2 \pi (E_i (r_i^2 - r_f^2) + E_m (r_m^2 - r_i^2) + E_f r_f^2) = F \quad (11)$$

Bekannte Kennwerte sind der E-Modul der Faser. Gemessen wurden der E-Modul der Matrix, der Radius der Faser, der Radius der Grenzschicht [24], die Kraft in Abhängigkeit von der Zeit und die reale Verschiebung zwischen Faser und Matrix aus der optischen mikroskopischen Messung mittels Long-Distance-Microscope.

Der Radius der Matrix wird über die Beziehung der radialen Schubspannungsabhängigkeit (Abb. 3, Gleichung 1) bei einer scheinbaren Scherfestigkeit von 18 MPa abgeschätzt. Im Bereich 2, der durch die Formel 11 bestimmt ist, ist die Kraft im gesamten System homogen verteilt. Somit wird die Kraft konstant über die gesamte Einbettlänge betrachtet. Die Spannung ist an der Grenzfläche inhomogen über die Einbettlänge verteilt. Sie ist an der Fasereintrittsstelle in die Matrix am größten [72, 85].

Da die Kraft proportional zu der Spannung ist, kann für die reale Spannungsverteilung geschrieben werden [85]:

$$\sigma(x) = (\sigma_d + \sigma_T) \cosh(\beta x) - \left[ \sigma_d \coth(\beta l_e) + \sigma_T \tanh\left(\frac{\beta l_e}{2}\right) \right] \sinh(\beta x) - \sigma_T, \quad (12)$$

wobei  $\sigma_d$  die Spannung (oder  $F_d$ - Debondingkraft) bei Rissinitiierung ist.

Die Abhängigkeit der Spannung über die Einbettlänge muss in die Berechnung mit einbezogen werden:

$$\sigma = \frac{\int_0^{l_e} \sigma(x) dx}{l_e}, \quad (13)$$

Nach der Integralberechnung lässt sich der Zustand der realen Spannungsverteilung umstellen auf:

$$\sigma = \sigma_d \frac{\tanh \frac{\beta l_e}{2}}{\beta l_e} + \frac{\sigma_T}{\beta l_e} \left[ \sinh(\beta l_e) + 2 \tanh \frac{\beta l_e}{2} \sinh^2 \frac{\beta l_e}{2} \right] - \sigma_T, \quad (14)$$

Diese beinhaltet einen Term  $\sigma_T$  für thermische Spannungen. Für die Anfangsbedingungen  $F=0$  muss  $\varepsilon = 0$  sein. Damit dies gewährleistet wird, dürfen keine zusätzliche Spannungen vorhanden sein, somit muss  $\sigma_T$  auf Null gesetzt werden.

Daraus folgt: Formel (Spannung)

$$\sigma = \sigma_d \frac{\tanh \frac{\beta l_e}{2}}{\beta l_e}, \quad (15)$$

Für die Kraft kann geschrieben werden:

$$F = F_d \frac{\tanh \frac{\beta l_e}{2}}{\beta l_e}, \quad (16)$$

$$\beta = \sqrt{\frac{2}{r_f^2 E_f E_m} \left( \frac{E_f \nu_f + E_m \nu_m}{\frac{\nu_m}{4G_f} + \frac{1}{2G_m} \left( \frac{1}{\nu_m} \ln \left[ \frac{1}{\nu_f} \right] - 1 \frac{\nu_f}{2} \right)} \right)}, \quad (17)$$

$\beta$  ist der von Nayfeh weiter entwickelte Cox'sche Parameter [86, 87].

In der Tabelle 1 sind weitere in der Formel benutzte Materialparameter zusammengestellt.

Tabelle 1: Materialparameter

Name	Bezeichnung	Wert
Verschiebung	$\Delta l$ [ $\mu\text{m}$ ]	0,6
Einbettlänge	$l_e$ [ $\mu\text{m}$ ]	130
Faserdurchmesser	$r_f$ [ $\mu\text{m}$ ]	6,5
Grenzschichtdurchmesser.	$r_i$ [ $\mu\text{m}$ ]	6,6
effektiver Matrixdurchmesser	$r_m$ [ $\mu\text{m}$ ]	39
E-Modul der Glasfaser	$E_f$ GPa	75
E-Modul der Matrix	$E_m$ GPa	3,2
Volumenanteil von Faser	$v_f$	0,17
Volumenanteil von Matrix	$v_m$	0,34

Aus der Berechnung ergibt sich unter Verwendung der gemessenen Kraft von 192 mN bei der Verschiebung von 0,6  $\mu\text{m}$  für eine APS/PU-geschichtete Faser in Epoxidmatrix ein E-Modul der Grenzschicht  $E_i$  von 45 GPa. Eine Parameter-Studie zeigt, dass eine Veränderung des Grenzschichtdurchmessers zwischen 30 und 100 nm eine Änderung des Grenzschichtmoduls von 20 bis 65 GPa hervorruft. In Abhängigkeit vieler Parameter (effektiver Matrixdurchmesser, Grenzschichtdurchmesser etc.) ist die Streuung des Grenzschichtmoduls, auch wenn sich dieser in einer realistischen Größenordnung bewegt, für weitere genaue mathematische Betrachtungen jedoch zu groß. Hier ist eine präzisere Messung der Parameter (z.B. Grenzschichtdicke, Matrixradius), die mit herkömmlichen Methoden schwer zu bestimmen sind, erforderlich. Da die Werte für den Grenzschichtmodul eine realistischen Größenordnung haben, kann das aufgestellte Modell (Abb. 1, S. 109), das in seinen Parametern die physikalische Realität annähernd widerspiegelt, im Bereich kleiner Amplitude für ein besseres Verständnis des Zusammenwirkens der einzelnen Komponenten benutzt werden.