

Marcus Schoßig

Schädigungsmechanismen in faserverstärkten Kunststoffen

VIEWEG+TEUBNER RESEARCH

Marcus Schoßig

Schädigungs- mechanismen in faserverstärkten Kunststoffen

Quasistatische und dynamische
Untersuchungen

Mit einem Geleitwort von
Prof. Dr. rer. nat. habil. Wolfgang Grellmann

VIEWEG+TEUBNER RESEARCH

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der
Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über
<<http://dnb.d-nb.de>> abrufbar.

Dissertation Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2010

1. Auflage 2011

Alle Rechte vorbehalten

© Vieweg+Teubner Verlag | Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH 2011

Lektorat: Ute Wrasmann | Sabine Schöller

Vieweg+Teubner Verlag ist eine Marke von Springer Fachmedien.

Springer Fachmedien ist Teil der Fachverlagsgruppe Springer Science+Business Media.

www.viewegteubner.de



Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne Zustimmung des Verlags unzulässig und strafbar. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Umschlaggestaltung: KünkelLopka Medienentwicklung, Heidelberg

Gedruckt auf säurefreiem und chlorfrei gebleichtem Papier

Printed in Germany

ISBN 978-3-8348-1483-8

Geleitwort

Auf Grund der Möglichkeiten zur Eigenschaftsoptimierung für verschiedenste Einsatzgebiete besitzen glasfaserverstärkte Verbundwerkstoffe mit Polyolefin-Matrix eine stetig wachsende industrielle Bedeutung, wobei der größte Marktanteil auf faserverstärkte Formteile mit PP-Matrix entfällt. Hohe Zuwachsraten werden auch von PE/GF- und PB-1/GF-Verbunden erwartet, die neue Anwendungsgebiete, wie im Rohrleitungsbau, in der Medizintechnik und im Haushaltsgerätebau erobert werden. Grundvoraussetzung für den gezielten Einsatz sind Kenntnisse über quantitative Morphologie-Eigenschafts-Korrelationen und die festigkeits- und verformungsbestimmten Deformations- und Bruchmechanismen.

Ziel der Arbeit von Herrn Schoßig ist aus werkstoffwissenschaftlicher Sicht eine umfassende Bewertung des mechanischen Eigenschaftsprofils der drei oben angeführten kurzglasfaserverstärkten Polyolefinwerkstoffen unter quasistatischer und dynamischer Beanspruchung als Basis für ein vertieftes Verständnis der komplexen Zusammenhänge zwischen Werkstoffzusammensetzung und auftretenden Schädigungsmechanismen. Neben der Bewertung des Steifigkeits- und Festigkeitsniveau und der Härte wurde die Beurteilung der Zähigkeit mit Hilfe von bruchmechanischen Methoden zur Ermittlung von geometrieunabhängigen Werkstoffkennwerten in den Mittelpunkt gedrückt. Dabei sollte mit Hilfe der Schallemissionsanalyse die Beschreibung der Schädigungskinetik sowohl unter quasistatischer als auch dynamischer Beanspruchung erfolgen. Dabei wird der fortgeschrittene Stand in der Technik, z.B. zu der Frequenzanalyse unter Nutzung der Fourier-Transformation und Wavelet-Transformation genutzt.

Besonders interessant sind z.B. auch die ausgezeichneten Beiträge zum Werkstoffverhalten in Abhängigkeit von der Dehnrates, z.B. zum Bruchverhalten der Werkstoffe im Hochgeschwindigkeitszugversuch oder die Untersuchungen zur Schädigungskinetik. Analoges gilt auch für entsprechende Untersuchungen zum Biegeversuch.

Der aus der Sicht der Werkstoffprüfung und -diagnostik wertvollste Teil der Arbeit beschäftigt sich mit den Ergebnissen zur Bewertung der Schädigungskinetik der faserverstärkten Verbundwerkstoffe durch die simultane Aufzeichnung der Schallemissionen, die unter sorgfältiger Berücksichtigung des Einflusses der experimentellen Bedingungen diskutiert werden. So wurde für die Validierung der akustischen Sensoren eine Prozedur auf der Basis eines unter festgelegten Bestimmungen durchgeführten Bleistiftminenbruchs zur Sicherstellung der Funktionsfähigkeit erarbeitet.

Unter Nutzung von *in-situ* Zugversuchen in einem ESEM konnten Korrelationen zwischen den gemessenen Schallemissionen und den auftretenden Mechanismen für alle betrachteten Werkstoffsysteme abgeleitet werden und eine Festlegung von drei charakteristischen Frequenzbereichen aus den mittels Wavelet-Transformation ermittelten Frequenzen der transienten Signale erfolgen.

Die Arbeit macht in der Einheit von Inhalt und Form einen sehr geschlossenen Eindruck. Besonders hervorzuheben ist die Vielfalt der eingesetzten werkstoffphysikalischen Untersuchungsmethoden, die eine komplexe Bewertung des Versagensverhaltens der untersuchten Werkstoffsysteme ermöglichten.

Gleichzeitig werden in der Zusammenfassung Wege für eine weitere vertiefende wissenschaftliche Betrachtung der anspruchsvollen Aufgabenstellung aufgezeigt.

Danksagung

Die vorliegende Dissertation ist im Ergebnis meiner Tätigkeit in der Arbeitsgruppe „Werkstoffdiagnostik/Werkstoffprüfung“ am Zentrum für Ingenieurwissenschaften der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg entstanden. Mein ganz besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr. rer. nat. habil. Wolfgang Grellmann für seine Vermittlung des Anspruchs an eine wissenschaftliche Arbeitsweise, die interessante Aufgabenstellung, seine stete Unterstützung und die konstruktiven Hinweise und Diskussionen.

Ich möchte mich auch ganz besonders herzlich bei Herrn Dr.-Ing. Christian Bierögel für die wertvolle wissenschaftliche Betreuung meiner Arbeit und seine hilfreichen Anregungen, Ideenansätze und Hinweise bedanken. Ohne seinen steten Zuspruch und die Förderung meiner wissenschaftlichen Entwicklung hätte diese Arbeit nicht in dieser Form entstehen können.

Mein Dank gilt auch Herrn Dr. Thomas Mecklenburg von der LYONDELLBASELL POLYOLEFINE GMBH, FRANKFURT, für die zur Verfügung gestellten Werkstoffsysteme, seine Diskussionsbereitschaft und die wertvollen Hilfestellungen.

Weiterhin gilt mein Dank Herrn Dr. Reinhard Bardenheier, ZWICK GMBH, ULM (ehemals INSTRON LTD, HIGH WYCOMBE, UK), für die Ermöglichung zweier Gastaufenthalte in HIGH WYCOMBE zur Durchführung der Hochgeschwindigkeitszugversuche, seine Unterstützung bei der Realisierung der Experimente und seine konstruktiven Hinweise und Diskussionen.

Ganz herzlich möchte ich mich bei Herrn Dr.-Ing. Armin Zankel und Herrn PD Dr.-Ing. Peter Pölt für den angenehmen Gastaufenthalt am Zentrum für Elektronenmikroskopie in Graz, Österreich bedanken, der wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat. In besonderer Erinnerung wird mir die bis in die Nacht hineinreichende Bereitschaft von Herrn Dr. Armin Zankel zur ausführlichen Diskussion fachlicher und sonstiger Themen bleiben.

Weiterhin gilt mein Dank Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Hans-Joachim Radusch und Herrn PD Dr.-Ing. habil. René Androsch vom Zentrum für Ingenieurwissenschaften der Martin-Luther-Universität Halle Wittenberg, für die Zusammenarbeit und Durchführung der röntgenographischen Untersuchungen, Herrn Dr.-Ing. André Wutzler, Polymer Service GmbH Merseburg, für die DSC-Untersuchungen der Polybuten-1-Werkstoffe, Herrn Prof. Dr. rer. nat. habil. Goerg H. Michler und Frau Cornelia Becker vom Institut für Physik der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, für die Anfertigung der REM-Aufnahmen.

Für ihre wertvolle Hilfe bei der Bearbeitung wissenschaftlicher Aufgabenstellungen, ihre Geduld bei teils langwierigen Diskussionen über die Abfassung von Veröffentlichungen gilt mein besonderer Dank Frau Dr.-Ing. Katrin Reincke. Ich möchte außerdem ganz herzlich allen Kollegen der Arbeitsgruppe „Werkstoffdiagnostik/Werkstoffprüfung“ dafür danken, dass sie mich bei meiner Arbeit stets unterstützt haben und mir mit Rat und Tat zur Seite standen.

Meinen Eltern und meiner Oma Lisa möchte ich von ganzen Herzen für die Ermöglichung meines Bildungsweges sowie die moralische und sonstige Unterstützung während meines Studiums und meiner Promotionszeit danken.

Inhaltsverzeichnis

Verzeichnis der verwendeten Formelzeichen, Abkürzungen und Kurzzeichen für Kunststoffe	xiii
1 Einleitung und Motivation	1
2 Stand der Forschung zur Beschreibung der mechanischen Eigenschaften kurzglasfaserverstärkter Werkstoffe.....	4
2.1 Einfluss des Faseranteils und der Faserorientierung auf das mechanische Eigenschaftsniveau.....	4
2.2 Kristallstrukturen und polymorphe Umwandlung von Polybuten-1	10
2.3 Werkstoffverhalten bei hohen Dehnraten.....	13
2.4 Bewertung der Schädigungskinetik von faserverstärkten Kunststoffen mit Hilfe der Schallemissionsanalyse.....	20
2.4.1 Grundlagen der Schallemissionsanalyse	20
2.4.2 Literaturanalyse zur Beschreibung der Werkstoffeigenschaften von Faserbunden mit Hilfe der Schallemissionsanalyse.....	22
2.4.3 Interpretation der unterschiedlichen Frequenzbereiche für den Schädigungsmechanismus „Faserbruch“.....	29
3 Experimentelle Methoden zur Bestimmung der Eigenschaften unter quasistatischer und dynamischer Beanspruchung	33
3.1 Überblick über die untersuchten Werkstoffe	33
3.1.1 Bestimmung des Faservolumengehalts und der Faserorientierung	33
3.1.2 Ermittlung der Glasfaserlängenverteilung	35
3.2 Mechanische und bruchmechanische Grundcharakterisierung	35
3.2.1 Bewertung der Steifigkeits- und Festigkeitseigenschaften bei quasistatischer Zug- und Biegebeanspruchung	35
3.2.2 Ermittlung der Härte im Kugeleindruckversuch und mittels registrierender Mikrohärteprüfung.....	37
3.2.3 Konventionelle Zähigkeitsbewertung mit Hilfe des Schlag- und Kerbschlagbiegeversuchs.....	39
3.2.4 Bruchmechanische Bewertung des Rissinitiierungs- und Rissausbreitungsverhaltens im instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch.....	39

3.3	Ermittlung der Eigenschaften von Polybuten-1 bei medial-thermischer Auslagerung.....	43
3.4	Bestimmung der Festigkeit im Hochgeschwindigkeitszugversuch	45
3.5	Schallemissionsanalyse unter quasistatischer und dynamischer Belastung	47
3.5.1	Durchführung der Schallemissionsanalyse, Validierung von akustischen Sensoren und Auswertung der aufgezeichneten Schallemissionen mittels Wavelet-Transformation	47
3.5.2	Kopplung des Zugversuchs mit der schädigungssensitiven Schallemissionsanalyse.....	52
3.5.3	Simultane Aufzeichnung der Belastung und der Schallemissionen in der Biegeanordnung.....	52
3.5.4	Kopplung des instrumentierten Kerbschlagbiegeversuchs mit der Schallemissionsanalyse.....	53
3.6	<i>In-Situ</i> Zugversuch mit simultaner Aufzeichnung der Schallemissionen	54
4	Ergebnisse der mechanischen Charakterisierung der kurzglasfaserverstärkten Polyolefinwerkstoffe.....	58
4.1	Werkstoffcharakterisierende Eigenschaften.....	58
4.1.1	Mengenanteil und Glasfaserorientierung	59
4.1.2	Aussagen über die Glasfaserlängenverteilung.....	62
4.2	Mechanische Grundcharakterisierung der PP-, PE-HD- und PB-1-Werkstoffe.....	64
4.2.1	Einfluss des Glasfasergehalts auf das Steifigkeits- und Festigkeitsniveau der Werkstoffsysteme.....	64
4.2.2	Bewertung des Härteniveaus in Abhängigkeit vom Glasfasergehalt....	66
4.2.3	Konventionelle Zähigkeitscharakterisierung.....	67
4.2.4	Ermittlung der Risszähigkeit mit bruchmechanischen Konzepten als Widerstand gegenüber instabiler Rissausbreitung.....	69
4.3	Einfluss der medial-thermischen Auslagerung auf die Eigenschaften von Polybuten-1	74
4.4	Werkstoffverhalten in Abhängigkeit von der Dehnrate	79
4.5	Bewertung der Schädigungskinetik unter quasistatischer und dynamischer Beanspruchung	85

4.5.1	Ergebnisse der Validierung der akustischen Sensoren und Einfluss der experimentellen Parameter auf die aufzuzeichnenden Schallemissionen	85
4.5.2	Bewertung der Schädigungskinetik im Zugversuch an gekerbten Prüfkörpern	91
4.5.3	Ermittlung der Biegeeigenschaften gekerbter Prüfkörper mit simultaner Schallemissionsanalyse	99
4.5.4	Charakterisierung der Schädigungskinetik unter schlagartiger Belastung	101
4.6	Korrelation der auftretenden Schädigungsmechanismen mit den Schallemissionsereignissen im quasistatischen <i>in-situ</i> Zugversuch	106
5	Zusammenhang zwischen den auftretenden Schädigungsmechanismen und der Schallemissionscharakteristik unter quasistatischer und schlagartiger Beanspruchung	122
6	Zusammenfassung und Ausblick	129
7	Literatur	137

Anhang

Danksagung

Formelzeichen

a	(mm)	Ausgangsriszlänge; physikalische Riszlänge, die vor dem Versuchsbeginn eingestellt wird
a, b, c	(10^{-10} m, Å)	Gitterkonstanten zur Beschreibung der kristallinen Struktur
a _{BS}	(mm)	Bruchspiegel; der auf der Bruchfläche markierte Anteil des stabilen Risswachstums am Rissausbreitungsprozess
a _{cN}	(kJ/m ²)	Charpy-Kerbschlagzähigkeit nach DIN EN ISO 179-1
a _{cU}	(kJ/m ²)	Charpy-Schlagzähigkeit nach DIN EN ISO 179-1
a _{eff}	(mm)	effektive Riszlänge beim Einsetzen des instabilen Risswachstums
a/W		Verhältnis von Ausgangsriszlänge zu Prüfkörperbreite
A	(V, dB)	Amplitude
A _m	(dB)	mittlere Amplitude
A _p	(dB)	Peak-Amplitude
A _{pmax}	(dB)	maximaler Peak-Amplitudenwert
A _{el}	(Nmm)	elastischer Anteil der Verformungsenergie A _G des Prüfkörpers
A _G	(Nmm)	Verformungsenergie; ergibt sich aus der Fläche unter dem Kraft-Durchbiegungs-Diagramm bis F_{max}
A _H	(Nmm)	Schlagenergie
A _p (h)	(mm ²)	projizierte Kontaktfläche des Eindrucks des Indenters nach DIN EN ISO 14577-1
A _{pl}	(Nmm)	plastischer Anteil der Verformungsenergie A _G des Prüfkörpers
A _R	(Nmm)	Rissverzögerungsenergie
A _s (h)	(mm ²)	Kontaktfläche des Eindrucks des Indenters nach DIN EN ISO 14577-1
A _s	(Nmm)	die bis zur Schädigungsinitiierung auftretende Schlagarbeit; ermittelt mit Hilfe der Schallemissionsanalyse
A _{tot}	(Nmm)	Arbeit (Fläche) unter dem Kraft-Durchbiegungs-Diagramm
b	(mm)	Prüfkörperbreite nach DIN EN ISO 179-1
b ₁	(mm)	Breite des planparallelen Teils des Prüfkörpers nach DIN EN ISO 527-1
b ₂	(mm)	Breite an den Schultern des Prüfkörpers nach DIN EN ISO 527-1
b _N	(mm)	Restbreite des Prüfkörpers im Kerbgrund nach DIN EN ISO 179-1 (Ligamentlänge)
B	(mm)	Prüfkörperdicke
c	(m/s)	Geschwindigkeit der elastischen Spannungswellen
C		Counts (Impuls)
C		Kernbereich der Faserorientierung nach dem 3-Schicht-Modell
C	(mm/N)	Prüfkörpernachgiebigkeit (<i>Compliance</i>)
d _F	(µm)	Faserdurchmesser

E	(MPa)	Elastizitätsmodul
E_{AE}	(nVs)	Signalenergie; wird durch Integration des Amplituden-Zeit-Diagramms erhalten
E_c	(MPa)	Elastizitätsmodul eines Verbundwerkstoffes
E_d	(MPa)	Elastizitätsmodul; ermittelt bei der im Experiment gewählten Prüfgeschwindigkeit am ungekerbten Prüfkörper
E_f	(MPa)	Biegemodul nach DIN EN ISO 178
E_F	(MPa)	Elastizitätsmodul der Faser
E_i	(MPa)	Elastizitätsmodul des Indenters
E_{IT}	(MPa)	elastischer Eindringmodul nach DIN EN ISO 14577-1
E_M	(MPa)	Elastizitätsmodul der Matrix
E_t	(MPa)	E-Modul im Zugversuch nach DIN EN ISO 527-1
f	(mm)	Durchbiegung
f_{gy}	(mm)	die bei der Kraft F_{gy} auftretende Durchbiegung
f_{max}	(mm)	die bei der Kraft F_{max} auftretende Durchbiegung
f_s	(mm)	die bei der Schädigungsinitiierung auftretende Durchbiegung; ermittelt mit Hilfe der Schallemissionsanalyse
F	(N)	Kraft; Last
F_{gy}	(N)	Schlagkraft beim Übergang vom elastischen zum elastisch-plastischen Werkstoffverhalten
F_m	(N)	Prüfkraft; welche auf den Indenter wirkt, nach DIN EN ISO 2039-1
F_{max}	(N)	maximale Schlagkraft; die Kraft, bei der ein erheblicher Kraftabfall, verursacht durch einsetzendes instabiles Risswachstum, ohne Zunahme der Durchbiegung, auftritt
F_{max}	(N)	maximal aufgebrachte Prüfkraft
F_s	(N)	die bei der Schädigungsinitiierung auftretende Kraft; ermittelt mit Hilfe der Schallemissionsanalyse
h	(mm)	Prüfkörperdicke nach DIN EN ISO 178, DIN EN ISO 179-1, DIN EN ISO 527-2
h	(mm)	Eindringtiefe bei wirkender Prüfkraft nach DIN EN ISO 14577-1
h_c	(mm)	Tiefe der Kontaktfläche des Indenters bei F_{max} nach DIN EN ISO 14577-1
h_r	(mm)	reduzierte Eindringtiefe nach DIN EN ISO 2039-1
H		Hit (Ereignis)
HB	(N/mm ²)	Kugeldruckhärte nach DIN EN ISO 2039-1
HM	(N/mm ²)	Martenshärte
J_F	(mm ⁴)	Flächenträgheitsmoment
J_{Ic}	(N/mm)	kritischer J -Wert beim Einsetzen instabiler Rissausbreitung, statische Beanspruchung, geometrieunabhängig

J_{Id}^{ST}	(N/mm)	kritischer J -Wert beim Einsetzen instabiler Rissausbreitung, dynamische Beanspruchung, geometrieunabhängig, Näherungsverfahren von Sumpter und Turner
J_{Qd}^{ST}	(N/mm)	kritischer J -Wert beim Einsetzen instabiler Rissausbreitung, dynamische Beanspruchung, geometrieabhängig, Näherungsverfahren von Sumpter und Turner
J_{Si}	(N/mm)	J -Wert bei der Schädigungsinitiierung; ermittelt mit Hilfe der Schallemissionsanalyse
k_Z	(%)	Kerbbempfindlichkeit, Quotient aus a_{cN} und a_{cU}
K	(MPamm ^{1/2})	Spannungsintensitätsfaktor
K_{Ic}	(MPamm ^{1/2})	Bruchzähigkeit; kritischer Wert beim Einsetzen instabiler Rissausbreitung bei Rissöffnungsart I, statische Beanspruchung, geometrieunabhängig
K_{Id}	(MPamm ^{1/2})	Bruchzähigkeit; kritischer Wert beim Einsetzen instabiler Rissausbreitung bei Rissöffnungsart I, dynamische Beanspruchung, geometrieunabhängig
K_{Qd}	(MPamm ^{1/2})	Bruchzähigkeit; kritischer Wert beim Einsetzen instabiler Rissausbreitung, dynamische Beanspruchung, geometrieabhängig
K_{Si}	(MPamm ^{1/2})	Spannungsintensitätsfaktor bei der Schädigungsinitiierung; ermittelt mit Hilfe der Schallemissionsanalyse
l	(μm)	Faserlänge
l_c	(μm)	mittlerer Wert der Glasfaserlänge, ermittelt mit Hilfe der Gauß-Funktion
l_{krit}	(μm)	kritische Faserlänge
l_n	(μm)	arithmetischer Mittelwert der Faserlänge l
L	(mm)	Prüfkörperlänge im Zugversuch nach DIN EN ISO 527-1
L	(mm)	Stützweite nach DIN EN ISO 179-1
L_0	(mm)	Ausgangsmesslänge im Zugversuch nach DIN EN ISO 527-1
L_B	(mm)	Prüfkörperverlängerung zum Zeitpunkt des ultimativen Versagens nach DIN EN ISO 527-1
MVR	(cm ³ /10min)	Schmelze-Volumenfließrate nach DIN EN ISO 1133
n		Rotationsfaktor
N		Anzahl reflektierter Schwingungen
r_N	(μm)	Radius im Kerbgrund nach DIN EN ISO 179-1
\dot{Q}	(W)	Wärmestrom
$R_{p0,2}$		Streckgrenze bei einer Dehnung von 0,2 % nach DIN EN 10002-1
R_m		Zugfestigkeit nach DIN EN 10002-1
s	(mm)	Stützweite
s_c	(mm)	konventionelle Durchbiegung, die dem 1,5fachen der Dicke h des Prüfkörpers im Biegeversuch nach DIN EN ISO 178 entspricht

S		Oberflächenschicht der Faserorientierung nach dem 3-Schicht-Modell
t	(s)	Zeit
t _{ED}	(μ s)	Ereignisdauer eines transienten Signals
t _{RT}	(μ s)	Anstiegszeit; ist die Zeit, in der nach Überschreiten des Schwellwerts T der Peak-Amplitudenwert A_p erreicht wird
T	(dB)	Schwellwert; beim Überschreiten wird das transiente Signal aufgezeichnet (Triggerschwelle)
T	($^{\circ}$ C, K)	Temperatur
T _m	($^{\circ}$ C)	Schmelztemperatur
T _{pm}	($^{\circ}$ C)	Peak-Temperatur des Schmelzvorganges nach DIN EN ISO 11357-1
T _{pm1HL}	($^{\circ}$ C)	Peak-Temperatur des Schmelzvorganges, ermittelt aus dem 1. Heizlauf der DSC-Messung
v _T	(mm/min)	Traversengeschwindigkeit
V _G		Gesamtvergrößerung
V _{GF}	(mm ³)	Volumen der Fasern
V _P	(mm ³)	Volumen des Polymers
W	(mm)	Prüfkörperbreite
W _c	(J)	korrigierte Arbeit; die Arbeit, die aufgenommen wird, um den Prüfkörper zu brechen nach DIN EN ISO 179-1
W _{elast}	(Nmm)	elastische Rückverformungsarbeit nach DIN EN ISO 14577-1
W _{plast}	(Nmm)	plastischer Anteil an der mechanischen Arbeit nach DIN EN ISO 14577-1
W _{total}	(Nmm)	aufgewendete mechanische Arbeit nach DIN EN ISO 14577-1
Z		Ordnungszahl
β		Proportionalitätsfaktor im Geometrie-kriterium des LEBM-Konzeptes
δ		Sekundärelektronenausbeute
δ_{id}	(mm)	kritischer δ -Wert beim Einsetzen instabiler Rissausbreitung, dynamische Beanspruchung, geometrieunabhängig
δ_{Qd}	(mm)	kritischer δ -Wert beim Einsetzen instabiler Rissausbreitung, dynamische Beanspruchung, geometrieabhängig
δ_{Si}	(mm)	δ -Wert bei der Schädigungsinitiierung; ermittelt mit Hilfe der Schall-emissionsanalyse
ΔH_m	(J/g)	Schmelzenthalpieänderung
ΔH_m°	(J/g)	Schmelzenthalpieänderung eines 100 % kristallinen Materials
ε		Proportionalitätsfaktor im Geometrie-kriterium des J -Integral-Konzeptes
ε	(%)	Dehnung

ϵ_B	(%)	normative Bruchdehnung aus dem Zugversuch nach DIN EN ISO 527-1
ϵ_f	(%)	Biegedehnung nach DIN EN ISO 178
ϵ_{tB}	(%)	nominelle Bruchdehnung aus dem Zugversuch nach DIN EN ISO 527-1
ϵ_Y	(%)	Streckdehnung im Zugversuch nach DIN EN ISO 527-1
ϵ_w	(%)	wahre Dehnung, ermittelt unter Kenntnis der Länge über den zeitlichen Verlauf des Zugversuchs
$\dot{\epsilon}$	(s ⁻¹)	Dehnrage
η		Rückstreuoeffizient
η_0		Faktor, welcher die Faserorientierung berücksichtigt
η_1		Faktor, welcher die Faserlängenverteilung berücksichtigt
$\eta_{el; pl}$		Geometriefunktionen zur Bewertung des elastischen bzw. plastischen Anteils an der Gesamtverformungsarbeit; verwendet in der J -Integral-Auswertemethode nach Sumpter und Turner
η_{IT}	(%)	elastischer Anteil der Eindringarbeit nach DIN EN ISO 14577-1
ν		Poissonzahl (Querkontraktionszahl)
ν_S		Poissonzahl des Prüfkörpers
ν_i		Poissonzahl des Indenters
ξ		Proportionalitätskonstante im Geometriekriterium des C(T)OD-Konzeptes
ρ	(g/cm ³)	Dichte
ρ_f	(g/cm ³)	Dichte der hexagonalen Struktur von Polybuten-1
ρ_a	(g/cm ³)	Dichte der amorphen Phase von Polybuten-1
ρ_p	(g/cm ³)	Dichte des verstärkten Polymers
σ	(MPa)	Spannung
σ_C	(MPa)	Spannung eines Verbundwerkstoffes
σ_d	(MPa)	Streckgrenze; ermittelt im Schlagversuch bei der im Experiment gewählten Prüfgeschwindigkeit am ungekerbten Prüfkörper
σ_f	(MPa)	Biegespannung nach DIN EN ISO 178
σ_{fc}	(MPa)	Biegespannung bei der konventionellen Durchbiegung s_c nach DIN EN ISO 178
σ_{fM}	(MPa)	Biegefestigkeit nach DIN EN ISO 178
σ_{fB}	(MPa)	Zugfestigkeit der Glasfaser
σ_M	(MPa)	Zugfestigkeit nach DIN EN ISO 527-1
σ_w	(MPa)	wahre Spannung, ermittelt unter Kenntnis des Querschnitts über den zeitlichen Verlauf des Zugversuchs
τ	(MPa)	Scher- oder Schubspannung

τ_{int}	(MPa)	Scherfestigkeit der Grenzfläche Faser/Matrix
φ_V		Füllstoff- bzw. Faservolumenanteil
χ	(%)	Kristallisationsgrad
Ψ		Füll- bzw. Fasermasseanteil

Abkürzungsverzeichnis

C-Glas	Glasfasertyp mit guter chemischer Beständigkeit
CF	Kohlenstofffaser
C(T)OD	<i>Crack (Tip) Opening Displacement</i> (Rissöffnungsverschiebung)
DIN	Deutsches Institut für Normung
DMS	Dehnmessstreifen
DSC	<i>Differential Scanning Calorimetry</i> (= DDK – Dynamische Differenz Kalorimetrie)
E-Glas	Glasfasertyp mit guten elektrischen Isolationseigenschaften (Elektro-Glas)
EDZ	Ebener Dehnungszustand
EN ISO	Europäische Norm (EN), in die eine internationale Norm (ISO) unverändert übernommen wurde und deren deutsche Fassung den Status einer deutschen Norm erhalten hat (DIN EN ISO)
ESEM	<i>Environmental Scanning Electron Microscope</i>
ESZ	Ebener Spannungszustand
FBM	Fließbruchmechanik
FEM	<i>Finite Element Method</i>
GF	Glasfaser
HDT	<i>Heat-Distortion Temperature</i> (Wärmeformbeständigkeitstemperatur nach DIN EN ISO 75)
HL	Heizlauf
HM-Faser	Kohlenstofffaser mit hoher Steifigkeit (<u>H</u> igh <u>M</u> odulus)
HT-Faser	Kohlenstofffaser mit hoher Festigkeit (<u>H</u> igh <u>T</u> enacity)
IF	<i>Interstitial Free</i>
IKBV	Instrumentierter Kerbschlagbiegeversuch
ISO	International Organization for Standardization
LC	<i>Low carbon</i>
LEBM	Linear-Elastische Bruchmechanik
LFD	<i>Large Field Detector</i>
LM	Lichtmikroskopie
LVDT	linear variabler Differential-Transformator
M	Matrix
M-Glas	Glasfasertyp mit minimaler Transmittanz für Sonnenlicht (M wegen der Form der Transmissionsfunktion)
MSA	Maleinsäureanhydrid
PE	Primärelektronen
RE	rückgestreute Elektronen
REM	Rasterelektronenmikroskopie
R/S-Glas	hochfester Glasfasertyp (<u>R</u> ésistance, <u>S</u> trength)
RT	Raumtemperatur
SA	Standardabweichung
SAXS	<i>Small Angle X-ray Scattering</i> (Röntgenkleinwinkelstreuung)
SE	Sekundärelektronen

SEA	Schallemissionsanalyse
SHPB	<i>Split-HOPKINSON Pressure Bar</i>
SSD	<i>Solid State Detector</i> (Rückstreuелеktronendetektor)
ST	<i>J</i> -Integral Auswertemethode nach Sumpter und Turner
SZH	Stretchzonenhöhe
SZW	Stretchzonenweite
TE	transmittierte Elektronen
UD	unidirektional
V	Verbund
WAXS	<i>Wide Angle X-ray Scattering</i> (Röntgenweitwinkelstreuung)

Kurzzeichen für Kunststoffe

ABS	Acrylnitril-Butadien-Styrol
EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Copolymer
PA	Polyamid
PB-1	Polybuten-1
PC	Polycarbonat
PE-HD	Polyethylen, hoher Dichte
PEEK	Polyetheretherketon
PEK	Polyetherketon
PET	Polyethylenterephthalat
PP	Polypropylen

1 Einleitung und Motivation

Die Anforderungen an einen modernen Kunststoff sind vielfältig und stehen häufig miteinander in direkter Verbindung. Der Werkstoff muss neben höchsten mechanischen Ansprüchen auch den Anforderungen an die elektrischen, optischen und akustischen Eigenschaften genügen. Diese Vielfalt wird ergänzt durch technische Erfordernisse an die Verarbeitbarkeit und Recyclingfähigkeit, welche wiederum wirtschaftlichen Zwängen unterliegen.

Um diesen Ansprüchen gerecht zu werden, sind in der Kunststoffprüfung und -diagnostik in den letzten Jahren viele Anstrengungen unternommen worden. Ziel dabei ist es häufig, die physikalischen Eigenschaften des Werkstoffes mit den Ergebnissen morphologischer Untersuchungen in Verbindung zu bringen und so Struktur-Eigenschafts-Beziehungen abzuleiten [1]. Dabei stehen mechanische Eigenschaften wie Festigkeit, Steifigkeit und Zähigkeit besonders im Mittelpunkt des Interesses. Aufgrund der viskoelastischen Eigenschaften von Kunststoffen ist auch die Beschreibung der mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit von der Prüf- bzw. Beanspruchungsgeschwindigkeit mit experimentellen Verfahren und geeigneten Werkstoffmodellen von besonderer anwendungstechnischer Bedeutung. Zunehmend werden von der Industrie Kennwerte gefordert, die das Werkstoffverhalten sowohl unter quasi-statischer, dynamischer und hochdynamischer Beanspruchung beschreiben. Es sei hier als Beispiel die Notwendigkeit derartiger Kennwerte für die Crashsimulation mittels FEM (*Finite-Elemente-Methode*) genannt.

Für die Anwendung von Kunststoffen ist eine stetiger Aufwärtstrend zu beobachten. Jedoch ist bezüglich der Erweiterung der Einsatzgebiete von Kunststoffen, die mit dem maßgeschneiderten Einstellen aller relevanten Eigenschaften einhergeht, eine zuverlässige und reproduzierbare quantitative Charakterisierung der Eigenschaften von besonderer Bedeutung. Aufgrund der vielfältigen Einsatzmöglichkeiten von glasfaserverstärkten Verbundwerkstoffen mit Polyolefin-Matrix besitzt diese Werkstoffgruppe eine wachsende industrielle Bedeutung, wobei das größte Marktvolumen auf den Bereich der Automobilindustrie entfällt. Im Hinblick auf Kostenersparnis und Gewichtsreduzierung haben im Spritzguss verarbeitete kurzfaserverstärkte Formteile auf der Basis von Polypropylen eine große praktische Bedeutung erlangt [2]. Neuere Trends gehen dahin, auch Polyethylen und Polybuten-1 mit Glasfasern zu verstärken und somit weitere technische Anwendungsgebiete wie z.B. im Rohrleitungsbau, in der Medizintechnik und im Weißgerätebau zu erschließen [3, 4]. Besonders neuartigen PB-1-Werkstoffen wird dabei aufgrund ihrer sehr geringen Kriechneigung im Vergleich zu PP- oder PE-HD-Werkstoffen ein großes Potential zugeschrieben.

Eine Grundvoraussetzung für die gezielte Weiterentwicklung von kurzfaserverstärkten Verbundwerkstoffen ist die Kenntnis von festigkeits- und verformungsbestimmten Deformations- und Bruchmechanismen. Entscheidend für die Verbundeigenschaften sind aus werkstoffseitiger Sicht die folgenden Aspekte:

- Einfluss der Matrixeigenschaften (z.B. Molekulargewicht, Kristallinitätsgrad),
- Einfluss der Fasern (z.B. Anteil, Orientierung, Verteilung und Geometrie) und
- Wirkung von Modifikatoren (z.B. Stabilisatoren, Schlagzähigkeitsmodifikatoren, und Faser-Matrix-Haftvermittler).

Zur Optimierung dieser komplexen Einflussgrößen steht eine Palette von Zusatzstoffen zur Verfügung, für die ein exaktes Wissen über die Beeinflussung der Wechselwirkung zwischen Matrix und Faser fehlt. Hieraus leitet sich unmittelbar die Notwendigkeit ab, glasfaserverstärkte Verbundwerkstoffe unter dem Aspekt der vollständigen Ausnutzung der Werkstoffeigenschaften hinsichtlich ihrer Anwendungsgrenzen mit modernen diagnostischen Methoden zu bewerten, die eine erhöhte Werkstoffinformation gegenüber konventionellen Prüfverfahren liefern. Weiterhin spielt gerade für die Anwendung kurzglasfaserverstärkter

Polyolefinwerkstoffe z.B. im Weißgeräte- oder Automobilbau die Kenntnis der Veränderung der mechanischen Eigenschaften, insbesondere der Zähigkeit, durch eine thermische bzw. thermisch-mediale Beanspruchung eine wichtige Rolle [5]. Um diesbezüglich zuverlässige Aussagen treffen zu können, ist die sorgfältige Auswahl kunststoffdiagnostischer Methoden nötig. Durch eine Kombination mechanischer bzw. bruchmechanischer mit zerstörungsfreier Prüfmethode ist es möglich, ein vertieftes Verständnis des Werkstoffverhaltens zu erreichen. So kann beispielsweise die Veränderung der Grenzfläche zwischen Faser und Matrix, die zu einer Variation der Schädigungsmechanismen bei mechanischer Beanspruchung führen kann, durch eine Kopplung des Zugversuches mit der Schallemissionsanalyse als eine hybride Methode der Kunststoffdiagnostik indirekt nachgewiesen werden. Die Schallemissionsanalyse als quasizerstörungsfreie Prüfmethode ermöglicht prinzipiell die Bewertung der Schädigungskinetik faserverstärkter Kunststoffe. Darüber hinaus ist es mit Hilfe der Frequenzanalyse der aufgezeichneten Schallemissionen möglich, die auftretenden Schädigungsmechanismen mit charakteristischen Frequenzbereichen zu korrelieren [6–9]. Voraussetzung für eine zuverlässige Anwendung dieser Verfahren ist eine vorherige an Modellwerkstoffen oder mit *in-situ* Prüfmethode durchgeführte Validierung. Bei der Schallemissionsanalyse wird der Umstand ausgenutzt, dass die durch die plötzliche Freisetzung von im Werkstoff gespeicherter elastischer Energie generierten Schallemissionen in einen direkten Bezug zu den zugrundeliegenden Ursachen stehen und damit eine Zuordnung zu den Schädigungsmechanismen möglich ist.

Ein Ziel der vorliegenden Arbeit war die umfassende Bewertung des mechanischen Eigenschaftsprofils von kurzglasfaserverstärkten Polyolefinwerkstoffen unter quasistatischer und dynamischer Beanspruchung als Basis für ein vertieftes Verständnis der komplexen Zusammenhänge zwischen Werkstoffzusammensetzung und auftretenden Schädigungsmechanismen. Dabei sollte die Bewertung der Steifigkeits- und Festigkeitseigenschaften, der Härte sowie der Zähigkeit mit Hilfe von bruchmechanischen Methoden zur Ermittlung von geometrieunabhängigen Werkstoffkennwerten im Mittelpunkt stehen. Als Werkstoffsysteme für die Untersuchungen wurden kurzglasfaserverstärkte Polyolefine mit einer Polypropylen (PP)-, Polyethylen hoher Dichte (PE-HD)- und Polybuten-1 (PB-1)-Matrix mit einer breiten Variation des Glasfaservolumenanteils ausgewählt. Aufgrund des hohen Entwicklungspotentials von PB-1 sollte für diesen Werkstoff darüber hinaus der Einfluss einer medial-thermischen Beanspruchung auf die Werkstoffeigenschaften, insbesondere die Zähigkeit untersucht werden. Dazu wurde eine Auslagerung in Luft und Wasser bei erhöhten Temperaturen sowie die anschließende experimentelle Bewertung der Eigenschaftsänderungen realisiert.

Mit der Anwendung des Hochgeschwindigkeitszugversuches sollte die Charakterisierung der Festigkeitseigenschaften der kurzglasfaserverstärkten Polyolefine in einem weiten Dehnratenbereich auch in Abhängigkeit vom Glasfaseranteil ermöglicht werden. Weiterhin sollte auf der Basis der experimentellen Ergebnisse die Anwendung phänomenologischer Modelle zur quantitativen Beschreibung des dehnratenabhängigen Werkstoffverhaltens überprüft werden.

Eine weitere Zielstellung der vorliegenden Arbeit bestand in der Aufstellung von Struktur-Eigenschafts-Korrelationen auf der Basis morphologischer Untersuchungen und der Anwendung hybrider Methoden der Kunststoffdiagnostik. Mit Hilfe der Schallemissionsanalyse sollte die Beschreibung der Schädigungskinetik sowohl unter quasistatischer als auch dynamischer Beanspruchung erfolgen. Die Aufzeichnung der Schallemissionen in einem Kunststoffprüfkörper, der z.B. mittels instrumentiertem Kerbschlagbiegeversuch schlagartig beansprucht wird, stellt eine Erweiterung der bestehenden experimentellen Basis dar. In der Literatur wurden bisher nur Ergebnisse für metallische Werkstoffe [10–12] beschrieben. Der

Gewährleistung von reproduzierbaren Schallemissionsmessungen kommt eine besondere Bedeutung zu, da die Interpretation der Ergebnisse im hohen Maße durch die gewählten Beanspruchungsparameter beeinflusst wird. Durch umfangreiche systematische, experimentelle Untersuchungen galt es deshalb zunächst, sicherzustellen, dass eine reproduzierbare Datenaufzeichnung möglich ist, die die Grundlage für eine zuverlässige, vergleichende Auswertung und eine werkstoffwissenschaftliche Interpretation der Ergebnisse darstellt.

Neben der Bewertung der Schädigungskinetik ist die Zuordnung von Schallemissionsereignissen zu konkreten Schädigungsmechanismen von großem technischem Interesse. Zu diesem Zweck sollten quasistatische *in-situ* Zugversuche an gekerbten Prüfkörpern in einem atmosphärischen Rasterelektronenmikroskop (*Environmental Scanning Electron Microscope*, ESEM) durchgeführt werden. Aufgrund der Funktionsweise ist ein ESEM für die Realisierung von *in-situ* Versuchen an elektrisch nichtleitenden Werkstoffen [13, 14] geeignet. Die zusätzliche Einbeziehung der Schallemissionsanalyse sollte eine morphologische Bewertung der an der Rissspitze ablaufenden Schädigungsmechanismen erlauben. Diese Kopplung dreier Methoden der Kunststoffprüfung und -diagnostik stellt eine neuartige Entwicklung dar, und die Anwendung dieses Verfahrens sollte zur Aufklärung des Zusammenhanges zwischen akustischen Ereignissen und Schädigungsmechanismen in kurzglasfaserverstärkten Kunststoffen beitragen.

Eine Herausforderung der Arbeit bestand weiterführend darin, die unter quasistatischer Beanspruchung erzielten Erkenntnisse auf die Ergebnisse schlagartiger Untersuchungen zu übertragen. Somit sollte es möglich sein, durch Kopplung des instrumentierten Kerbschlagbiegeversuches mit der Schallemissionsanalyse eine Bewertung der Schädigungsinitiierung mit Hilfe bruchmechanischer Kenngrößen vorzunehmen. Die vorliegende Arbeit sollte demzufolge einen wesentlichen Beitrag zur Charakterisierung der Schädigungskinetik und -mechanismen in kurzglasfaserverstärkten Kunststoffen liefern und somit die Basis für die Überführung dieser experimentellen Methoden in die bestehende Prüfpraxis schaffen.