

Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe

Dissertation

Beschleunigte Prüfmethoden zur Charakterisierung des langfristigen Materialverhaltens kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe unter statischer Last

## Dipl.-Ing. Stefan Gloggnitzer, BSc

April 2019



### EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich die Richtlinien des Senats der Montanuniversität Leoben zu "Gute wissenschaftliche Praxis" gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 26.04.2019

Unterschrift Verfasser/in Stefan, Gloggnitzer Matrikelnummer: 00535242

#### Danksagung

"Ich habe keine Träume, ich habe Ziele",

in diesem Sinne möchte ich mich ganz herzlich bei allen bedanken, die mich beim Erreichen meines persönlichen Ziels, den Abschluss des Doktoratsstudiums der montanistischen Wissenschaften unterstützt und begleitet haben.

Allen voran gilt dazu mein Dank meinen Betreuern, Dipl.-Ing. Dr.mont. Gerald Pilz sowie Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Gerald Pinter gleichermaßen, die es ermöglichten, dass ich in den letzten Jahren ein Teil des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe der Montanuniversität Leoben sein durfte. Somit hatte ich die Möglichkeit innerhalb eines bemerkenswerten Teams an Kolleginnen und Kollegen der gesamten Kunststofftechnik Leoben meine wissenschaftliche Forschung voranzubringen, wo sicherlich die eine oder andere Unterstützung zum Gelingen dieser Arbeit positiv beitrugen. Für all diese Fachgespräche, Hilfestellungen oder einfach nur ermutigende Worte möchte ich mich herzlich bedanken.

Ebensolcher Dank gilt meinem privaten und familiären Umfeld, ganz besonders meiner Gattin und meinen Kindern, die durch mein Studium gewisse Absenzen im täglichen Familienalltag in Kauf nehmen mussten. Für die entsprechende Rücksichtnahme und Unterstützung gilt es ein ganz besonderes Dankeschön auszusprechen.

#### Kurzfassung

Polymerbasierende faserverstärkte Verbundwerkstoffe eröffnen durch ihre spezifischen Materialeigenschaften ein breites und vielseitiges Verwendungsspektrum, unter anderem auch dort wo entsprechend der Anwendung fortwährende statische Lasten auf das Werkstoffsystem einwirken. Derartige Beispiele hierfür wären lasttragende Strukturwerkstoffe und Bauteile für Druckspeicherbehälter für die Energiespeicherung in Form von komprimiertem Wasserstoff oder Erdgas im leichtbaugetriebenen Mobilitätssektor oder thermische Entkopplungsbauteil innerhalb lasttragender Bauwerksstrukturen. Endlose gerichtete Verstärkungsfasern in meist duromeren formgebenden Matrixwerkstoffen bilden dabei das erforderliche anwendungsspezifische Werkstoffsystem, dessen mechanisches Eigenschaftsprofil aufgrund Viskoelastizität der polymeren Matrixkomponente, Akkumulation lastbedingter Werkstoffschädigungen und Materialdegradationen als zeitlich veränderlich gilt.

Die Bestimmung derart zeitlich veränderlicher Werkstoffeigenschaften unter der Verwendung konventioneller Charakterisierungsverfahren, beispielsweise klassischer Kriechversuche, würden bei ausgedehnten anwendungsspezifischen Einsatz- und Verwendungszeiten in der Größenordnung von mehreren Jahrzehnten experimentelle Prüfzeiten analog zur Anwendungszeit erfordern, welches den ökonomisch vertretbaren Zeithorizont für Prüfund Entwicklungsprozesse bei weitem übersteigt. Daher sind geeignete Prüfmethoden und prozesse zur beschleunigten Abbildung langfristiger Materialeigenschaften unumgänglich. Einfache extrapolative Zeitbereichserweiterungen in den Langzeitbereich auf Basis experimenteller Versuchsergebnisse bilden dabei eine gängig angewandte Methode, stellt jedoch aufgrund werkstofflicher- und zeitlicher Limitationen keine zufriedenstellend Abbildungsmethode dar.

Geeignete Prüfverfahren, welche vorrangig für die Anwendung an unverstärkten Kunststoffen mit deutlichen viskoelastischen Materialeigenschaften entwickelt wurden, nützen dahingegen die Intensivierung ein oder mehrere Belastungsfaktoren, meist mechanische Last oder Temperatur, die das Deformationsverhalten beschleunigen. Mit der anschließenden Verwendung geeigneter Auswerte- und Verschiebungskonzepte können zeitlich limitiert aufgenommene Materialeigenschaften im realen Langzeitbereich abgebildet werden. Da deren Anwendbarkeit für Faserverbundwerkstoffe jedoch bis dato nur im geringen Umfang untersucht wurde, galt es die Anwendbarkeit ausgewählter Verfahren zu verifizieren, sowie neue Verfahren zur Bestimmung langfristiger Materialeigenschaften zu entwickeln.

Das im Rahmen dieser Dissertation entwickelte Prüfverfahren stress rate accelerated creep rupture test SRCR stellt dabei ein neuartiges Prüfkonzept zur Bestimmung langfristiger Materialeigenschaften in Form der Zeitstandfestigkeit dar, dessen Abbildungstreue sowohl an den Ergebnissen konventioneller Zeitstandprüfungen wie auch an den Ergebnissen beschleunigter Prüfmethoden wie stepped isostress method (SSM) und R- verhältnisvariierenden Ermüdungsversuchen gemessen und diskutiert wurde.

Die dazu erforderlichen experimentellen Charakterisierungen wurden an faserwinkelvariant aufgebauten symmetrischen Winkelverbundlaminaten, bestehend aus unidirektionalem Glasfasergewebe und epoxidbasierendem Reaktionsharzsystem mit den Faserwinkeln 0°,  $\pm$  45 ° und 90 ° durchgeführt. Anhand einer ersten Basischarakterisierung mittels uniaxialen Zugversuchs konnte die Abhängigkeit der mechanischen Kurzeigenschaften vom Faserwinkel festgestellte werden, wobei mit zunehmender Winkeldifferenz zwischen Belastungs- und Faserrichtung die Steifigkeit und Festigkeit sinken. Ein Maximum der Bruchdehnung lässt sich bei dem Laminat  $\pm$  45 ° feststellen.

Konventionelle Kriechversuche und die daraus ableitbaren Darstellungsformen in der Art des Kriechmoduls und isochroner Spannungs-Dehnungs-Diagramme zeigten, dass kontinuierlich faserverstärkte Verbundwerkstoffe bei statischen Lasten entlang der Faserrichtung (0° Laminat) geringe zeit- und belastungshöhenabhängige Materialeigenschaften zeigen. Hingegen mit Zunahme des Faserwinkels in Relation zur Belastungsrichtung und der damit verbundenen Übertragung des werkstoffbestimmenden Eigenschaftsbeitrags am Gesamteigenschaftsprofils von der Faserkomponente auf die Matrixkomponente zeigen sich mit fortschreitender Belastungszeit deutliche Kriechdeformationen unter statischen Lastbedingungen. Unabhängig der Faserorientierung führten bei allen untersuchten Laminataufbauten langfristige statische Lasten zu einer Reduktion der Werkstofffestigkeit, ersichtlich anhand der belastungszeitabhängigen Zeitstandfestigkeit.

Darauf aufbauende Untersuchungen unter der Anwendung beschleunigter Prüfverfahren zeigten, dass sowohl die Prüfverfahren selbst wie auch der Faserwinkel der zu charakterisierenden Verbundwerkstoffe die Vorhersagegüte der langfristigen Materialeigenschaften beeinflussen. Die entwickelte Prüfmethode SRCR zeigte dabei für alle untersuchten Laminataufbauten die beste Ergebniskorrelation zu den konventionellen Kriechversuchen, die R-verhältnisvariierenden Ermüdungsversuche hingegen die geringste, welches auf unterschiedliche Schädigungseffekte aufgrund der unterschiedlichen Werkstoffbelastungsformen schließen lässt. Dazu aufklärende Versuche an trockenen Fasertextilien konnten jedoch nur ansatzweise die möglichen Hintergründe darstellen. Unter der Anwendung der Methode SSM zeigte prinzipiell nur die Zeitstandfestigkeit des Laminats ± 45 ° eine erhebliche Ergebnisdifferenz zwischen konventionellen und beschleunigten Versuchsergebnissen. Generell zeigten jedoch die beschleunigt bestimmten Verläufe der Zeitstandfestigkeit, sowohl mittels SRCR wie auch mittels SSM, im Vergleich zu den konventionell gemessenen Zeitstandfestigkeiten ein nicht konservatives Vorhersageverhalten und somit eine Überbewertung tatsächlicher Zeitstandzeiten.

Zusammenfassend lässt sich jedoch festhalten, dass beschleunigte Prüfkonzepte mit zugehörigen Auswerte- und Extrapolationskonzepten durchaus in der Lage sind, langfristige Materialeigenschaften abzubilden, wobei die Feststellung der zu Grunde liegenden Schädigungsmechanismen innerhalb der Werkstoffstruktur weiterer Untersuchungen bedarf.

#### Abstract

Fibre reinforced composite materials offer a high potential for the usage in structural applications due their specific and adjustable material properties. Corresponding examples are composite gas cylinders for the pressurized storage of hydrogen or natural gas for mobility applications or weight loaded composite components as structural reinforcing elements of concrete structures. In all these applications, the material system is affected by long-term static loads. Viscoelastic material properties, damage accumulations and material degradation effects based on the continuous static loadings lead to changings in the material properties, which have to be detected and considered over the whole application time range.

The experimental characterization of these material changings in conventional test procedures, such as classic creep test, requires comparable test and application times, which is for application times of several decades impossible to reach by economic test methods. Therefor special test and characterization methods are necessary to determine long-term material properties within limited testing times. Simple, widely used extrapolation methods, which expand time ranges of experimental test results to the long-term range, are not satisfactorily applicable, because without the usage of proper polymer-physical extrapolation concepts long -term estimation of the materials properties is limited.

On the other hand, special testing methods are available in principle, which allow determining long-term material properties in accelerated test approaches by the intensification of material demanding factors, normally temperature or mechanical loads, in combination with principles of temperature- or stress-time superposition. However, these methods are developed for materials with pronounced viscoelastic properties, so the applicability on continuous reinforced composites is not ensured and requires the examination for such reinforced materials. In addition, the development of generally novel test procedures and methods was a basic aim of this thesis, which was achieved by the development of the novel stress rate accelerated creep rupture test method SRCR. To verify the applicability of the SRCR and other already known accelerated test methods, corresponding experimental tests were performed and the results are compared to conventionally determined test results.

Therefore, angle ply composites based on an epoxy resin system and unidirectional glass fibre fabric with fibre orientations of 0 °,  $\pm$  45 ° and 90 ° were manufactured. For the basic material characterisation tensile tests were used and they have shown, that the basic material properties, stiffness and strength, decrease with increasing angle between load and fibre orientation. The highest elongation at break was determined for the  $\pm$  45 ° laminate. The also performed corresponding conventional creep test shows similar behaviour concerning the angle of the fibre orientation, which determines the long-term material properties of continuous reinforced composites. For the 0° laminate mechanical loads along the fibre orientation lead to low time and stress dependent creep elongations. On the other hand, for  $\pm$  45° and 90° type laminates, where the material properties a clearly dominated by the matrix component, a significant increase of creep elongation at continuous loading was shown. Generally, for all investigated laminates an obvious decrease in material strength over loading time under static loading conditions was shown.

Additional long-term material characterisation based on various accelerated test procedures, shows that the novel developed test method SRCR delivers the best comparable test results to conventional creep rupture tests. On the other hand, the other novel accelerated characterisation method for these materials, fatigue tests with increasing R-ratio, could not provide reliable long-term material properties. The also known accelerated test method, stepped isostress method SSM, showed especially for the ± 45° type laminate no sufficient match compared to the corresponding long-term results out of conventional creep rupture tests, whereby all investigated accelerated test methods lead to an overestimation of real long-term creep behavior. Nevertheless, some of the investigated accelerated test methods, especially the SRCR allow for time efficient material characterisation to provide reliable long term data. However, further investigation is required to clarify the underlying damage mechanisms in order to establish corresponding structure-property correlations.

## Inhaltsverzeichnis

TEIL	l:	Einleitung und Zielsetzung	.1
1	Proble	mstellung	. 2
	1.1	Einsatz von Verbundwerkstoffen zur Substitution von fossilen Energie-	
		quellen	3
	1.2	Möglichkeiten der Energieverbrauchsreduktion durch Verbundwerkstoffe	6
2	Zielset	zung	8
3	Aufba	u1	10
4	Literat	ur.	12
	Literat		
TEIL	II:	Grundlagen1	.6
5	Einleit	ung	16
6	Faserv	verstärkte Verbundwerkstoffe	17
	6.1	Fasern als Verstärkungskomponenten	17
	6.2	Aufbau und Eigenschaften flächiger Faserverbundwerkstoffe	18
	6.3	Funktionen der Verbundwerkstoffkomponenten und deren Werkstoffe	20
	6.3.1	Werkstoffe und Funktionen der Polymermatrix-Komponente	21
	6.3.2	Werkstoffe und Funktionen der Verstärkungsfaserkomponente	23
	6.3.3	Funktion der Faser-Matrix-Anbindung2	25
7	Faserv	verbundwerkstoffe unter statischer Last	26
	7.1	Verformungsverhalten der Verbundwerkstoffkomponenten	27
	7.1.1	Matrixwerkstoffe unter statischer Belastung	27
	7.1.2	Faserwerkstoffe unter statischer Belastung	29
	7.2	Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen unter statischer Belastung	29
8	Langfr	istiges Verformungsverhalten von Faserverbundwerkstoffen	31
	8.1	Darstellungsformen des Verformungsverhaltens	32
	8.1.1	Darstellung in Form von Kriechkurven	32
	8.1.2	Zeitstandfestigkeit	33
	8.1.3	Verlauf des Kriechmoduls	34

	8.1.4	Isochrones Spannungs-Dehnungs-Diagramm	35
	8.2	Extrapolative Beschreibung des langfristigen Verformungsverhaltens	36
	8.3	Beschleunigte Prüfkonzepte zur Beschreibung des langfristigen Ver-	
		formungsverhaltens	38
	8.3.1	Time temperature superposition – TTS	39
	8.3.2	Stepped isothermal method – SIM	41
	8.3.3	Time stress superposition – TSS	43
	8.3.4	Stepped isostress method – SSM	44
	8.3.5	Time temperature stress superposition – TTSS	45
	8.3.6	Stress rate accelerated creep rupture test – SRCR	46
	8.3.7	Ermüdungsversuche mit R-Verhältnis Variation	47
	8.4	Beispiele der Anwendbarkeit beschleunigter Prüfkonzepte für polymere	
		Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe	48
	Literat	ur	50
9			
9			
9 TEIL	III:	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund-	
9 TEIL	III:	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	58
9 <b>TEIL</b> 10	III: Einleit	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59
9 <b>TEIL</b> 10	III: Einleite	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59
9 <b>TEIL</b> 10 11	III: Einleite Herste	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 59
9 <b>TEIL</b> 10 11	III: Einleite Herste 11.1 11.2	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe ung Ilung polymerer Verbundwerkstoffe Werkstoffkomponenten	<b>58</b> 59 59 59 60
9 <b>TEIL</b> 10 11	III: Einleite Herste 11.1 11.2 11.3	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 59 60 61
9 TEIL 10 11	III: Einleite Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe ung Illung polymerer Verbundwerkstoffe Werkstoffkomponenten Laminataufbau Herstellung winkelvarianter Faserverbundwerkstoffplatten Herstellung textiler Faserstapel	<b>58</b> 59 59 60 61 61
9 TEIL 10 11	III: Einleit Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1 11.3.2	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 60 61 61 62
9 TEIL 10 11	III: Einleit Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1 11.3.2 11.3.3	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 60 61 61 62 63
9 TEIL 10 11	III: Einleit Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1 11.3.2 11.3.3 11.3.4	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 60 61 61 62 63 64
9 TEIL 10 11	III: Einleite Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1 11.3.2 11.3.3 11.3.4 11.3.5	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 60 61 61 62 63 64 65
9 TEIL 10 11	III: Einleit Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1 11.3.2 11.3.3 11.3.4 11.3.5 Basisch	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 60 61 62 63 64 65 66
9 TEIL 10 11	III: Einleit Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1 11.3.2 11.3.3 11.3.4 11.3.5 Basisch 12.1	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 60 61 61 62 63 64 65 66
9 TEIL 10 11	III: Einleit Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1 11.3.2 11.3.3 11.3.4 11.3.5 Basisch 12.1 12.1	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 60 61 62 63 64 65 66 66
9 TEIL 10 11	III: Einleit Herste 11.1 11.2 11.3 11.3.1 11.3.2 11.3.3 11.3.4 11.3.5 Basisch 12.1 12.1.1 12.1.2	Herstellung und charakterisierung Polymerer Faserverbund- werkstoffe	<b>58</b> 59 59 60 61 61 62 63 64 65 66 66 66 67

12.2	Ergebnisse und Diskussion	67
12.2.1	L Zugversuch	67
12.2.2	2 Dynamische Mechanische Analyse	72
13 Zusan	nmenfassung	73
14 Litera	tur	74

TEIL IV:	Bestimmung des Einflusses der Faserorientierung auf das
	langfristige Materialverhalten kontinuierlich faserverstärkter
	Verbundwerkstoffe

15	Einleit	ung	77	
16 Experimentelles				
	16.1	Werkstoffe und Prüfkörper	78	
	16.2	Prüfequipment	78	
	16.3	Versuchsdurchführung	78	
	16.4	Versuchsauswertung	79	
17	Ergebr	nisse und Diskussion	80	
	17.1	Kriechkurven	80	
	17.2	Zeitstandfestigkeit	83	
	17.3	Kriechmodul	86	
	17.4	Isochrones Spannungs-Dehnungsdiagramm	88	
18	Zusam	menfassung	90	
19	19 Literatur			

20	Einleit	ung	94
21	Experi	mentelles	95
	21.1	Werkstoffe und Prüfkörper	95
	21.2	Prüfmethoden	96

21.2.1	Stepped isostress method – SSM	96
21.2.2	Stress rate accelerated creep rupture test – SRCR	. 100
21.2.3	Ermüdungsversuche mit R-Verhältnis Variation	. 103
22 Ergeb	nisse und Diskussion	. 107
22.1	Stepped isostress method – SSM	. 107
22.2	Stress rate accelerated creep rupture test – SRCR	. 112
22.3	Ermüdung mit R-Verhältnis Variation	. 116
22.3.1	Ermüdung bei konstanter Oberspannung	. 117
22.3.2	Ermüdung bei konstanter Mittelspannung	. 120
22.4	Gegenüberstellung der beschleunigten Prüfverfahren	. 125
23 Zusam	nmenfassung	. 128
24 Literat	tur	. 130
	21.2.1 21.2.2 21.2.3 22 Ergeb 22.1 22.2 22.3 22.3.1 22.3.2 22.4 23 Zusam 24 Literat	<ul> <li>21.2.1 Stepped isostress method – SSM</li></ul>

25	Einleit	ung	
26	5 Experimentelles		
	26.1	Werkstoff und Prüfkörper134	
	26.2	Prüfmethoden	
	26.2.1	Zugversuch 135	
	26.2.2	Zeitstandversuch	
	26.2.3	Ermüdungsversuche mit R-Verhältnis Variation136	
	26.3	Prüfequipment	
27	Ergebr	isse und Diskussion	
	27.1	Zugversuch 137	
	27.2	Zeitstandversuch	
	27.3	Ermüdung mit R-Verhältnis Variation 138	
28	Rücksc	hlüsse auf die Laminateigenschaften140	
29	Zusam	menfassung	
30	Literat	ur	

TEIL VII:	Zusammenfassung, Schlussfolgerung und Ausblick	144
31 Zusan	nmenfassung	145
32 Schlu	ssfolgerungen und Ausblick	151
Anhang		154
Auswertu	Ingen SSM	155

## TEIL I:

## EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG

#### 1 Problemstellung

Entsprechend folgendem Leitsatz,

"Wir haben die Erde nicht von unseren Eltern geerbt – sondern von unseren Kindern geliehen."

erfordert unsere tägliche Lebensweise einen sorgsamen Umgang mit unserem Planeten, wo Umwelt- und Klimaschutz die oberste Prämisse in einem generationenübergreifenden Handeln darstellen muss. Die Europäische Kommission wie auch nationale Institutionen der Mitgliedsstaaten verfolgen daher verschiedenste Ansätze zur signifikanten Reduktion der Treibhausgasemission, welche auf Einsparungen im Energieverbrauch wie auch in der Substitution derzeit vorrangig verwendeter Energiequellen durch erneuerbare Energieträger basieren [1,2]. Betrachtet man den aktuellen Energiebedarf, gemessen an Zahlen der Bundesrepublik Deutschland aus dem Jahr 2015, dargestellt in Abbildung 1.1, entfällt ein Großteil der jährlich aufgewandten Gesamtenergiemenge in der Höhe von 13306 PJ (3696 TWh) auf 3 dominierende Bereiche, welche nahezu die Hälfte des Gesamtenergiebedarfes einschließen. Die Bereitstellung mechanischer Antriebsenergie im Sektor Verkehr nimmt mit 717 TWh/a (19%) die Führungsposition ein, gefolgt von industrieller Prozesswärme (13%) und der Wärmebereitstellung für Raumwärme in privaten Haushalten (12%) [3]. In Anbetracht dessen, dass derzeit fossile Brennstoffe im Sektor Verkehr einen Marktanteil von mehr als 90% (Diesel, Benzin und Kerosin) und im Bereich Haushaltswärme ungefähr 80% (Heizöl, Kohle, Erdgas und fossile Fernwärme) einnehmen, eröffnet sich in diesen Anwendungssektoren ein enormes Reduktionspotential an Treibhausgasemissionen, vorrangig am Ausstoß an Kohlenstoffdioxid (CO<sub>2</sub>) aus den derzeitig präferierten fossilen Energiequellen [4]. Die Europäische Union verfolgt in ihrer "Energie roadmap 2050" bis zum Jahr 2050 eine Reduktion der Treibhausgasemission in der Höhe von 80-95% ausgehend von den Emissionswerten aus dem Jahr 1990, wobei nach durchgeführten Analysen diversester Entwicklungsszenarien dem Treibhausgas CO<sub>2</sub> ein sektoral gemitteltes Reduktionspotential in Höhe von 80% zugesprochen wird [2,5]. Um dieses Klimaziel zu erreichen ist neben der politischen Umsetzungsbereitschaft der Mitgliedsstaaten auch die Entwicklung neuartiger Technologien, Prozesse und Materialien für deren erfolgreiche Realisierung unumgänglich. Kunststoffe, in der vorliegenden Dissertation speziell faserverstärkte Kunststoffe, können durch ihre spezifischen Materialeigenschaften in ausgewählten Disziplinen essenziel an der

Erfüllung der gesetzten Klimaziele beitragen, wobei deren anwendungsspezifische Eignung und deren Langzeittauglichkeit umfangreich zu überprüfen und zu verifizieren ist.



**Abbildung 1.1:** Energiebedarf nach Sektoren und Anwendungsgebieten in TWh pro Jahr (Stand 2015, Bundesrepublik Deutschland) [6].

#### 1.1 Einsatz von Verbundwerkstoffen zur Substitution von fossilen Energiequellen

Derzeit (Stand 2015) werden im Sektor Verkehr, wie in Abbildung 1.2 dargestellt, ungefähr 90 % des Verbrauches an Endenergie aus fossilen Brennstoffen gewonnen. Daher ist durch politisch geprägte Veränderungsprozesse bis zum Jahr 2050 einerseits angedacht, anhand Effizienzsteigerung der jeweiligen Antriebssysteme den Energieverbrauch deutlich zu reduzieren, anderseits eine teilweise Substitution fossiler Energiequellen durch erneuerbare Energiequellen herbeizuführen [7,2]. Bedingt durch Schiffs-, Flug- und Schwerverkehr ist eine Weiterverwendung fossiler Energieträger im angedachten Zeithorizont und darüber hinaus unumgänglich, dennoch wird unter der vielversprechenden Entwicklungsstrategie "powerto-gas" ein Konzept zur nachhaltigen Emissionsreduktion verfolgt [8,9]. Überschüssige elektrische Energie, gewonnen aus erneuerbaren Energiequelle (Wasserkraft, Windenergie, Photovoltaik etc.), wird im Elektrolyseprozess zur Abspaltung von gasförmigem Wasserstoff (H<sub>2</sub>) aus Wasser (H<sub>2</sub>O) genutzt. Nachfolgend kann dieser Wasserstoff unter anderem in modernen Kraftfahrzeugen unter Verwendung einer Brennstoffzelle zur Gewinnung von elektrischer Energie und somit zum Fahrzeugantrieb mittels Elektromotor genutzt werden. Alternativ dazu, besteht die Möglichkeit diesen gewonnenen Wasserstoff (H<sub>2</sub>) mittels Methanisierung mit Kohlenstoffmonoxid (CO) oder Kohlenstoffdioxid (CO<sub>2</sub>) zu Methangas (CH<sub>4</sub>) und somit zu einem ökologischen Erdgassubstitut weiter zu synthetisieren, welches in bestehenden Erdgasnetzen verteilt, in unterirdischen Kavernen in großen Mengen zwischengespeichert und beispielsweise in gasbetriebenen Verbrennungsmotoren in Kraftfahrzeugen zur Gewinnung mechanischer Vortriebsenergie endverbraucht werden kann [10,8].



Abbildung 1.2: Endenergieverbrauchsentwicklung im Sektoren Verkehr [8] (nach Daten von [4]).

Derartige zukunftsweisende Antriebskonzepte bedürfen jedoch neben der prozesstechnischen Generierung der gasförmigen Energieträger auch die Entwicklung entsprechender mobiler Speichermedien in denen die beschriebenen gasförmigen Energiemedien (H<sub>2</sub> beziehungsweise CH<sub>4</sub>) reichweitenabhängig in geforderter Menge sicher und platzsparend bei geringem Behältnisgewicht vorrätig sind. Aufgrund geringer Energiedichte derartiger Gase ist für neuartige Antriebskonzepte die Speicherung in komprimierter Form in Druckbehältern unumgänglich, welches sich seit Jahrzehnten für die Speicherung von Erdgas bei derzeitigen moderaten maximalen Betriebsdrücken in der Höhe von 200 bar etabliert hat [11]. Getrieben durch Gewichtsreduktion der Speicherbehälter sowie Optimierung der Korrosionsbeständigkeit ist eine Weiterentwicklung von vollmetallischen Behältnissen (Stahl oder Aluminium – Behältertype I) über Metall-Verbundwerkstoff Hybridstrukturen (metallischer Innenbehälter mittels Umfangswicklung verstärkt – Behältertype II, beziehungsweise Kreuzwicklung verstärkt - Behältertype III,) bis hin zu polymerbasierenden Speicherbehältnissen (thermoplastischer Innenbehälter mit lasttragender Verbundwerkstoff-hülle - Behältertype IV) fortgeschritten [12–14]. Die lasttragende Verbundwerkstoffstruktur ist dabei abhängig vom Innendruck eine mehrschichtig aufgebaute Außenhülle aus lastaufnehmenden Einzellagen, teilweise verstärkt mit unterschiedlichen Faserwerkstoffen, welche sowohl kreuzgewickelt als auch umfangsgewickelt ausgeführt wird und speichergeometrieabhängig eine geschlossene lasttragende Außenkontur bildet. Bei kreuzgewickelten Winkelverbunden zeigen Faserorientierungen im Bereich von  $\pm$  45 ° zur Behälterlängsachse eine optimale lasttragende Wirkung [15–18]. Bei neuartigen, in Entwicklung stehenden Behältern der Type V, sollen Faserverbundwerkstoffe neben der lasttragenden Funktion auch die Funktion der permeationshindernden Gasbarriere übernehmen, anderseits sollen zur Erhöhung der Energiedichte die aktuell zulässigen Speicherbetriebsdrücke auf bis zu 700 bar signifikant gesteigert werden [14,19–23].

Für die Auslegung beziehungsweise Zulassung derartiger Druckbehälter, derzeitig gemessen am aktuellen Standard der Typ IV, mit einer Produktlebensdauer von 20 Jahren müssen diese umfangreicher Testreihen unterzogen werden, wobei als Auslegungskriterium die Verstärkungsfaserspannung bei Betriebsdruck (200 bar) in Relation zum Berstdruck bei kurzfristiger Belastung bis zum Bruch zu setzten ist. Die Versagensfaserspannung muss abhängig der Fasertype bei Glasfasern das 3,65 fache (Berstdruck 730 bar), bei Aramidfasern das 3,10 fache (Berstdruck 620 bar) sowie bei Kohlenstofffasern das 2,35 fache (Berstdruck 470 bar) der in Betrieb auftretenden Spannungsverhältnisse standhalten wodurch aufgrund derartiger Auslegungskriterien eine deutliche Überdimensionierung und somit ein erhöhtes Speichergewicht bei gesteigerten Verbrauch von Werkstoffressourcen in Kauf genommen werden muss [11]. Ein umfangreiches und detailliertes Verständnis über die Langzeiteigenschaften von Verbundwerkstoffstrukturen unter statischen Lasten unabhängig des Faserwinkels, wie auch die Möglichkeit deren Langzeiteigenschaften durch beschleunigte Prüfmethoden auf Prüfkörper-, Subkomponenten- und Bauteileben zu überprüfen stellt einen wichtigen Beitrag im Rahmen der Werkstoff- und Bauteilzulassung dar und kann im vorliegenden Anwendungsbeispiel erheblich bei der Auswahl und Festlegung von Auslegungskriterien und somit bei der Gewichtsreduktion und Ressourcenschonung neuartiger Speicherbehälter beitragen.

#### 1.2 Möglichkeiten der Energieverbrauchsreduktion durch Verbundwerkstoffe

Nahezu 80% der benötigen Energie zur Erzeugung von Raumwärme werden heutzutage (Stand 2015) aus fossilen Brennstoffen gewonnen [4]. Daher ist es zum Erreichen gesteckter Klimaziele bis zum Jahr 2050 angedacht, die derzeit kontinuierlich laufende Reduktion fossiler Energieträger weiter voranzutreiben, anderseits den Gesamtenergieverbrauch im Bereich der Bereitstellung von Raumwärme deutlich zu reduzieren, bei einer angestrebten Energieverbrauchsreduktion in der Höhe von 50% im Zeitraum vom Jahr 2015 bis Jahr 2050 [4]. In nachhaltigen Neubaulösungen mit Niedrigenergie- beziehungsweise Passivhausstandard sowie in zeitgemäßen Sanierungskonzepten ist es daher eines der aktuellen Energieziele, den Wärmestromes durch die Gebäudehülle und somit den Transmissionswärmeverlust auf ein Minimum zu reduzieren. Oftmalig wird dies durch die oberflächige Anbringung von Dämmstoffen aus biogenen, mineralischen oder petrochemischen Werkstoffen in Form eines Wärmedämmverbundsystems realisiert. Die Verwendung architektonisch ansprechender Elemente wie Attika, filigrane Stützen, Balkonplatten oder auch auskragenden Dachelemente mit direkter Anbindung an die lasttragende Gebäudestruktur steht dabei im direkten Widerspruch zur energetisch optimalen quader- oder würfelförmigen Baukörpergeometrie, mit dem Ziel die geringste Baukörperoberfläche bei größtmöglichem Baukörpervolumen zu realisieren. Größtmögliche energetische Optimierungsmaßnahmen führen daher streng genommen zum ersatzlosen Entfall dieser Elemente [24-26]. Alternativ bieten technische Entwicklungen wie beispielsweise das Produkt Schöck Isokorb Typ K, dargestellt in Abbildung 1.3, eine teilbefriedigende Lösung, wo korrosionsbeständige lasttragende Stahlarmierungen durch einen in die Dämmebene zu integrierenden Dämmkörper geführt werden und somit zur Reduktion der Transmissionswärmeverluste verglichen zu einer durchgängigen lasttragenden Stahlbetonausführung beitragen [27]. Dennoch stellt dieses Element bei Dämmstoffwärmeleitfähigkeiten in der Größenordnung von 0,05 W/mK eine deutliche Wärmebrücke aufgrund erheblich größerer Wärmeleitfähigkeit von nichtrostendem Stahl, in der Höhe von 17-30 W/mK abhängig der Legierungszusammensetz dar (Wärmeleitfähigkeit Stahl unlegiert 50 W/mK) [28]. In diesem Anwendungsbereich könnten hochgradig unidirektional faserverstärkte Kunststoffe, mit beispielshaften Wärmeleitfähigkeiten von glasfaserverstärktem Kunststoff <1 W/mK, eine revolutionäre energieverbrauchsreduzierende Weiterentwicklung dieser lasttragenden Anbindungselemente darstellen [28,29]. Produkt- und Werkstoffeinsatzzeiten von bis zu 100 Jahren sind jedoch bei derartigen Armierungsstäben nachzuweisen [30–32]. Als Regelwerk zur Bemessung von Stahlbetontragwerken im Hochbau dient der Eurocode 2 (EN 1992), präzisiert durch nationale Parameter und untergeordnete Normen, reglementiert dieser somit auch die Grundkriterien der Einsatztauglichkeit neuartiger Armierungssysteme im Stahlbetonbau. Neben dem Nachweis der Festigkeit derartiger Tragwerke gilt es auch die maximale Verformung als ein Kriterium der Gebrauchstauglichkeit im Einsatz zu überprüfen [33]. Zeitabhängige Veränderungen der Deformation aufgrund Materialkriechens unter statischen Eigengewichtslasten und Nutzlasten und die damit einhergehende Veränderung, üblicherweise Reduktion, der Materialsteifigkeit stellen somit die entscheidenden Kriterien für die dauerhafte Verwendung von faserverstärkten Kunststoffen im Bereich der Betonarmierung dar. Bei Einsatzzeiten von mehreren Jahrzenten bis hin zu 100 Jahren sind zur Beschreibung des langfristigen Materialverhaltens zeiteffiziente, ökonomische Prüfkonzepte unter der Verwendung realitätstreuer Extrapolationskonzepte unumgänglich und bilden die Basis für die Entwicklung neuartiger Armierungswerkstoffe in der Anwendung als Baustahlsubstitut [34].



Abbildung 1.3: Lasttragende Durchführung der Wärmedämmebene – Schöck Isokorb Typ K [35].

#### 2 Zielsetzung

Wie in Abschnitt 1 dargestellt, besitzen Verbundwerkstoffe, basierend auf polymeren Matrixkomponenten und gerichteter endloser Faserverstärkung das Potential, in neue Märkte und Anwendungsbereiche vorzudringen und dabei beispielshaft bei der Erreichung gesteckter Klimaziele maßgeblich beizutragen. Geringes Gewicht bei hohen mechanischen Festigkeiten geringe Wärmeleitfähigkeit und hohe Alterungs- und Korrosionsbeständigkeit sind nur einige Beispiele, welche für den Einsatz von Faserverbundwerkstoffe sprechen [36]. Für die Einsatztauglichkeit derartiger Materialkombinationen, müssen die jeweiligen Werkstoffzusammensetzungen und Materialeigenschaften gemäß vorliegender Belastungssituation abgestimmt und deren Eignung überprüft werden. Langfristige statische Lasten, aufgebracht durch Gewichtsbelastung oder Innendruckbeaufschlagung in Kombination mit Umgebungslasten wie Temperaturwechsel oder kontaktierende Medien führen durch zeitabhängiges viskoelastisches Materialverhalten, Schädigungsakkumulation und Materialdegradation der Werkstoffkomponenten zu einer kontinuierlichen Veränderungen des Eigenschaftsprofils über den Belastungszeitraum hinweg [37–39]. Ein zuverlässiger Einsatz lasttragenden Verbundwerkstoffen in zuvor genannten Anwendungsbereichen erfordert daher die experimentelle Überprüfung der langfristigen Werkstoffeigenschaften, wobei in Anbetracht der geforderten Verwendungszeiten von mehreren Jahrzehnten die Einsatzzeit den möglichen zeitlichen Prüfhorizont ökonomischer Prüf- und Entwicklungsprozesse bei weitem übersteigt. Die Anwendung geeigneter Charakterisierungsprozesse und -verfahren für die Abschätzung der langfristigen Materialeigenschaften innerhalb zeitlich beschränkter Prüfzeiten ist daher unumgänglich.

Vielfach in facheinschlägiger Literatur beschriebene Konzepte zur beschleunigten Charakterisierung langfristiger Materialeigenschaften nutzen zur Verkürzung experimenteller Prüfzeiten die Intensivierung eines oder mehrerer vorliegender Belastungsfaktoren in Kombination mit Extrapolations- und Verschiebungskonzepten. Derartige Prüfpolymerphysikalischen Grundprinzipien konzepte beruhen meist auf den des Boltzmann'schen Superpositionsprinzips und des Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzips und wurden primär für die Anwendung an unverstärkte Kunststoffe mit ausgeprägtem viskoelastischen Materialverhalten entwickelt und zeigen an solchen Werkstoffen ihre Anwendbarkeit [40-44].

Bei Verbundwerkstoffen für Strukturanwendungen erfolgt die Kombination mehrerer Werkstoffe mit dem übergeordneten Ziel die Werkstoffeigenschaften aufgrund des Zusammenspiel der Eigenschaften der Verbundwerkstoffkomponenten zu optimieren, wodurch bei oft hochgradigen Verstärkungsanteilen die Matrixkomponente mit ihren vorrangig viskoelastischen Materialeigenschaften nur noch anteilig im geringen Ausmaß im Verbundwerkstoff vorliegend ist. Gleichzeitig entsteht durch die Einbringung verstärkender Faserwerkstoffe in die formgebende Matrixkomponente eine werkstoffliche Schnittstelle deren Funktionalität es über die Werkstofflebensdauer hinweg ebenso mit zu berücksichtigen gilt. Verbundwerkstoffe im generellen können aufgrund der Vielzahl an möglichen Werkstoffund Aufbaukombinationen nicht als einheitlich zu beschreibender Werkstoff angesehen werden, wodurch es die Eignung und Anwendbarkeit beschleunigter Prüfkonzepte systematisch und werkstoffspezifisch zu untersuchen gilt. Im Rahmen dieser Dissertation wurde vorab jedoch, entsprechend den in der Problemstellung angeführten Anwendungsbeispielen, die werkstoffliche Abgrenzung getroffen, dass ausschließlich kontinuierlich faserverstärkte Verbundwerkstoffe auf Basis duromerer Polymermatrix zur Untersuchung herangezogen werden, deren Auswahl des Faserwerkstoffes aufgrund der primären Verwendung in Baustahlsubstituten auf Glasfasern beschränkt war.

Aufgrund des aktuellen Standes der Wissenschaft im Bereich der beschleunigten Prüfmethoden für die Charakterisierung langfristiger Materialeigenschaften inklusive der Vorhersage von Materiallebensdauern unter statischen Lasten bei anwendungsspezifische Ausfallskriterien (Festigkeit oder Grenzsteifigkeit) können folgende Zielsetzungen dieser Dissertation definiert werden:

- Recherche publizierter Darstellungskonzepte wie auch beschleunigter Pr
  üfmethoden zur zeiteffizienten Charakterisierung des langfristigen Materialverhaltens kontinuierlich faserverst
  ärkten Verbundwerkstoffe unter statischer Last.
- Fertigung kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe auf duromerer
   Polymerbasis mit kontinuierlicher winkelvarianter Faserorientierung.
- Experimentelle Bestimmung mechanischer Basiseigenschaften kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe mit winkelvarianten Faserorientierungen.

- Experimentelle Bestimmung des zeitabhängigen Werkstoffverhaltens kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe mit winkelvarianten Faserorientierungen unter statischer Zugbelastung.
- Verifikation der Eignung beschleunigter Pr
  üfmethoden f
  ür die Charakterisierung des langfristigen Materialverhaltens derartiger Verbundwerkstoffe.
- Entwicklung neuartiger Pr
  üfmethoden zur beschleunigten Charakterisierung langfristiger Materialeigenschaften kontinuierlich faserverst
  ärkter Verbundwerkstoffe.
- Diskussion der Eignung bestehender und neuartiger Pr
  üfkonzepte f
  ür die beschleunigte Charakterisierung langfristiger Materialeigenschaften kontinuierlich glasfaserverst
  ärkter Verbundwerkstoffe.

#### 3 Aufbau

Zum Erreichen der geforderten Ziele dieser Dissertation gliedert sich diese in folgende Teile:

#### Teil I: Einleitung und Zielsetzung

Stellt die übergeordnete Problemstellung und die daraus resultierende Zielsetzung dieser Dissertation dar.

#### Teil II: Grundlagen

In diesem Teil werden Grundlagen zu Faserverbundwerkstoffen wie Werkstoffaufbau sowie Aufgaben, Funktionen und Eigenschaften der Werkstoffkomponenten betrachtet. Ausgehend davon wird das Materialverhalten derartiger Kombinationswerkstoffe unter statischer Last diskutiert und auf die Möglichkeiten der Abbildung über ausgedehnte Zeitbereiche eingegangen. Die Vorstellung bereits publizierte Konzepte zur beschleunigten Charakterisierung langfristiger Materialeigenschaften sowie deren beispielhafte Anwendung schließen dieses Teil dieser Dissertation.

#### Teil III: Herstellung und Charakterisierung polymerer Faserverbundwerkstoffe

In Teil III dieser Dissertation werden die Herstellung kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe auf Epoxidharzbasis mit winkelvarianter Faserorientierung im Nasspressverfahren dargestellt und die Ergebnisse der mittels uniaxialem Zugversuch und Dynamischer-Mechanischer-Analyse durchgeführten Basischarakterisierung diskutiert.

## Teil IV: Einfluss der Faserorientierung auf das langfristige Materialverhalten kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe

Darin werden die langfristigen Materialeigenschaften ausgewählter Werkstoffaufbauten durch konventionelle Kriechversuche innerhalb beschränkter Prüfzeiten charakterisiert und anhand des Zeitstandverhaltens, des zeitabhängigen Steifigkeitsverlaufes und durch Isochrone Spannungs-Dehnungsdiagramme dargestellt. Der Einfluss der Faserorientierung auf das langfristige Materialverhalten wird anhand der experimentellen Ergebnisse diskutiert.

# Teil V:Anwendung beschleunigter Prüfmethoden zur Bestimmung des langfristigenMaterialverhaltens kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe

In Teil V dieser Dissertation wird die Eignung bereits publizierter Konzepte zur zeiteffizienten Werkstoffcharakterisierung kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe durch experimentelle Untersuchungen verifiziert. Die Anwendung neuartig entwickelter Prüfverfahren basierend auf der Variation des Belastungsprofils, vor allem die entwickelte Methode der spannungsratenbeschleunigten Zeitstandversuche (SRCR), wird in diesem Teil vorgestellt und deren Eignung anhand experimenteller Versuche an faserwinkelvarianten kontinuierlich verstärkten Verbundwerkstoffen überprüft. Die Ergebnisse der beschleunigten Prüfmethoden werden den Ergebnissen konventioneller Charakterisierungsverfahren aus Teil IV gegenübergestellt und deren Anwendbarkeit vor allem hinsichtlich der Faserorientierung erörtert.

## Teil VI: Einfluss textiler Glasfasern auf das langfristige Materialverhalten unidirektional faserverstärkter Laminate

Zur Charakterisierung der Fasereigenschaften sowie zur Verifikation des Einflusses textiler Verstärkungsstrukturen auf das langfristige Materialverhalten kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe, wurden ausgewählte beschleunigte Prüfverfahren an unidirektionalen unimprägnierten Glasfasertextilien durchgeführt und den Ergebnissen konventioneller Kriechversuche gegenübergestellt. Anhand dieser Ergebnisse wurden Rückschlüsse auf das langfristige Materialverhalten kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe unter statischer Last und in Anbetracht der Fasereigenschaften getroffen.

#### Teil VII: Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Abschließend werden in dieser Dissertation die Ergebnisse und Erkenntnisse aus den einzelnen Teilen zusammengefasst und eingehend hinsichtlich der gesetzten Ziele diskutiert. Die finalen Schlussfolgerungen geben Auskunft über die mögliche Anwendbarkeit beschleunigter Prüfkonzepte für die Beschreibung des langfristigen Materialverhaltens kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe unter statischer Last.

#### 4 Literatur

- European Commission, Energy 2020, Publications Office of the Europan Union, Luxembourg, 2011.
- [2] European Commission, *Energy roadmap 2050*, Publications Office of the Europan Union, Luxembourg, **2012**.
- [3] H.-J. Ziesing, Energieverbrauch in Deutschland im Jahr 2015, 2016.
- [4] J. Nitsch, T. Pregger, T. Naegller, D. Heide, D. L. de Tena, F. Trieb et al., Langfristszenarien und Strategien für den Ausbau der erneuerbaren Energien in Deutschland bei Berücksichtigung der Entwicklung in Europa und global, 2012.

- [5] European Commission, *Communication from the Commision to the European Parliament, A Roadmap for moving to a competitive low carbon economy in 2050,* **2011**.
- [6] D. Bothe, M. Janssen, S. van der Poel, T. Eich, T. Bongers, J. Kellermann et al., Der Wert der Gasinfrastruktur für die Energiewende in Deutschland, Eine modellbasierte Analyse, 2017.
- [7] R. A. Hefner, *The grand energy transition, The rise of energy gases, sustainable life and growth, and the next great economic expansion,* Wiley, Hoboken, N.J, **2009**.
- [8] M. Sterner, I. Stadler, Energiespeicher Bedarf, Technologien, Integration, Bedarf, technologien, integration, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2014.
- [9] Deutsche Energie-Agentur GmbH, Power to Gas., Eine innovative Systemlösung auf dem Weg zur Marktreife., 2013.
- [10] M. Specht, J. Brellochs, V. Frick, B. Stürmer, U. Zuberbühler in R. van Basshuysen (ed.), Erdgas und erneuerbares Methan für den Fahrzeugantrieb: Wege zur klimaneutralen Mobilität, Wiesbaden, 2015, pp. 143–171.
- [11] DIN EN ISO 11439, Gasflaschen Hochdruck-Flaschen für die fahrzeuginterne Speicherung von Erfgas als Treibstoff für Kraftfahrzeuge.
- [12] AVK–Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e. V., Handbuch Faserverbundkunststoffe, Grundlagen, Verarbeitung, Anwendungen; Springer Vieweg, Wiesbaden, 2014.
- [13] C. P. Fowler, A. C. Orifici, C. H. Wang. A review of toroidal composite pressure vessel optimisation and damage tolerant design for high pressure gaseous fuel storage, *International Journal of Hydrogen Energy* 47, in press 2016.
- [14] R. Paul. *Dissertation*, University of Manchester, Manchester, **2011**.
- [15] E. S. Barboza Neto, M. Chludzinski, P. B. Roese, J. Fonseca, S. C. Amico, C. A. Ferreira. Experimental and numerical analysis of a LLDPE/HDPE liner for a composite pressure vessel, *Polymer Testing* 6, 693 **2011**.
- [16] L. Ulke-Winter, L. Kroll. Holistic criteria-based optimization of filament wound high pressure vessels, *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, 173 **2017**.

- [17] M. Sinha, S. N. Pandit. Design and Burst Pressures Analysis of CFRP Composite Pressure Vessel for Various Fiber Orientations Angles, International Journal of Advances in Engineering Science and Technology 1, 35 2012.
- [18] A. Jauss, H. Winkelmann, T. B. Bender, A. Sarikaya in R. van Basshuysen (ed.), Erdgas und erneuerbares Methan für den Fahrzeugantrieb: Wege zur klimaneutralen Mobilität, Wiesbaden, pp. 233–267, 2015.
- [19] N. Sirosh, in *Proceedings of the 2002 U.S. DOE Hydrogen Program Review NREL/CP-610-*32405, **2002**.
- [20] L. Schlapbach, A. Züttel. Hydrogen-storage materials for mobile applications, *Nature* 6861, 353 **2001**.
- [21] M. LeGault. Next-generation pressure vessels; www.compositesworld.com, 06.07.2018, 2012.
- [22] J. Wolf. Die neuen Entwicklungen der Technik: Elemente der Wasserstoff-Infrastruktur von der Herstellung bis zum Tank. www.wasserstofftag.de, 08.07.2018, 2003.
- [23] J. P. Berro Ramirez, D. Halm, J.-C. Grandidier, S. Villalonga, F. Nony. 700 bar type IV high pressure hydrogen storage vessel burst – Simulation and experimental validation, *International Journal of Hydrogen Energy* 38, 13183 2015.
- [24] R. Heidel, Energiemanagement bei Öffentlich-Privaten Partnerschaften, Ein Referenzmodell für energieeffiziente Hochbauprojekte, Springer/Vieweg, Wiesbaden, 2013.
- [25] K. Schild, H. Brück, Energie-Effizienzbewertung von Gebäuden, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2010.
- [26] Passivhaus Austria. Aktiv für mehr Behaglichkeit: Das Passivhaus. www.passivhausaustria.org, 09.07.2018, **2017**.
- [27] Schöck Bauteile GmbH. Technische Information -Schöck Isokorb<sup>®</sup> Typ K. https://www.schoeck.at/, 03.04.2018, 2018.
- [28] DIN EN ISO 10456, Baustoffe und Bauprodukte Wärme- und feuchtetechnische Eigenschaften - Tabellierte Bemessungswerte und Verfahren zur Bestimmung der wärmeschutztechnischen Nenn- und Bemessungswerte.

- [29] M. Kuhnhenne. *Bericht,* Rheinisch-Westfälischen Technische Hochschule Aachen, Aachen, **2012**.
- [30] Federation Internationale du Beton, *FRP reinforcement in RC structures, Technical report*, International Federation for Structural Concrete, Lausanne, **2007**.
- [31] Schöck Bauteile GmbH, Schoeck ComBAR, Technische Information, 2014.
- [32] Schöck Bauteile GmbH, Abschlussbericht zum Entwicklungsprojekt "Entwicklung bautechnisch zulassungsfähiger glasfaserverstärkter Bewehrungssysteme", **2006**.
- [33] DIN EN 1992, Eurocode 2.
- [34] B. Jütte, W. Venter in W. Jäger (ed.), *Mauerwerk-Kalender 2014: Bemessen, Bewehren, Bestigen, s.l.*, pp. 69–88, **2014**.
- [35] Schöck Bauteile GmbH. Isokorb Typ K, https://www.schoeck.at/, 03.04.2018, 2018.
- [36] G. W. Ehrenstein, *Faserverbund-Kunststoffe, Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften,* Hanser, München, **2006**.
- [37] S. M. Halliwell in R. Martin (ed.), *Ageing of composites, Boca Raton, FL*, pp. 401–420, **2008**.
- [38] L. C. Hollaway in V. M. Karbhari (ed.), *Durability of composites for civil structural applications, Cambridge*, pp. 189–224, **2007**.
- [39] C. A. Mahieux, *Environmental degradation in industrial composites*, Elsevier, Amsterdam, London, **2006**.
- [40] T. Naumann. *PhD thesis,* Universität des Saarlandes, Saarbrücken, **2012**.
- [41] G. W. Ehrenstein, S. Pongratz, Beständigkeit von Kunststoffen, Hanser, München, 2007.
- [42] H. F. Brinson, L. C. Brinson, *Polymer engineering science and viscoelasticity, An introduction*, Springer, New York, **2008**.
- [43] J. D. Ferry, Viscoelastic properties of polymers, Wiley, New York, 1980.
- [44] M. T. Shaw, W. J. MacKnight, *Introduction to polymer viscoelasticity*, Wiley-Interscience, Hoboken, N.J, **2005**.

TEIL II:

GRUNDLAGEN

#### 5 Einleitung

Grundlagen stellen den Stand der Technik und den Stand der Wissenschaft dar.

In diesem Sinne wird in diesem Teil der Dissertation vorab auf das Thema Verbundwerkstoffe, im speziellen auf Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe, mit kontinuierlicher gerichteter Faserverstärkung und flächiger geometrischer Struktur eingegangen und sowohl die Aufgaben der Werkstoffkomponenten im Gesamtverbund wie auch Funktionen und Werkstoffe der Einzelkomponenten diskutiert.

Ausgehend von diesen werkstofflichen Aspekten wird das mechanische Werkstoffverhalten derartiger Verbundwerkstoffe unter statischer Belastung betrachtet. Verbundwerkstoffe, aufgebaut aus mindestens einer verstärkenden Komponente umgeben von einer formgebenden Matrixkomponente, zeigen unter fortwährender mechanischer Belastung ein zeitlich veränderliches Deformationsverhalten, deren Ausprägungen und deren Ursachen sowohl im Eigenschaftsprofil der Werkstoffkomponenten selbst, deren Anbindung zueinander, wie auch im werkstoffaufbaubedingten Beitrag der Werkstoffkomponenten am Gesamteigenschaftsprofils begründet sind.

Für die Beschreibung des daraus resultierenden langfristigen Verformungsverhaltens unter statischer Last, auch über ausgedehnte Zeitbereiche hinweg, werden vorab mögliche Formen der Abbildung und Darstellung vorgestellt, ehe auf mögliche Konzepte zur extrapolativen Erweiterung limitierender Zeitbereiche in den Langzeitbereich eingegangen wird. Beschleunigte Prüfmethoden, basierend auf der Intensivierung ein oder mehrere deformationsbeschleunigender Belastungsfaktoren, meist mechanische Last oder Prüftemperatur, stellen das Kernstück dieser Dissertation dar, deren methodischer Ansatz zur experimentellen Erweiterung limitierter Zeitbereiche an ausgewählten publizierten, wie auch an neu entwickelten Konzepten vorgestellt und diskutiert wird. Beispiele deren Anwendbarkeit für unterschiedliche Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe, basierend auf unterschiedlichen Faser- und Matrixkomponenten, bilden den Abschluss dieses Dissertationsteils.

#### 6 Faserverstärkte Verbundwerkstoffe

Im Allgemeinen wird mit dem Begriff Verbundwerkstoffe eine Werkstoffklasse aus zwei oder mehreren unterschiedlichen Komponenten bezeichnet, welche ein makroskopisch homogenes Erscheinungsbild aufweisen und deren Komponenten nicht löslich miteinander verbunden sind. Mit der Kombination mehrerer Komponenten wird das Ziel verfolgt das Eigenschaftenpotential der Einzelkomponenten zu optimieren, wobei für die Steigerung der mechanischen Eigenschaften vorrangig lasttragende Verstärkungskomponenten in eine formgebende Komponente, der Matrixkomponente, eingebettet werden. Die Einbettungsmatrix übernimmt dabei die Lasteinleitung und Lastverteilung externer Belastungen auf die Verstärkungskomponente sowie den Schutz der Verstärkungskomponente gegen Umgebungseinflüsse und Umgebungslasten [1–8].

Eine Vielzahl an Werkstoffkombinationen erfüllt diese übergeordnete Bedingung einer verstärkenden Komponente eingebunden in einer formgebenden Komponente und kann somit als Verbundwerkstoffe bezeichnet werden. Eine bedeutsamste Unterteilung von Verbundwerkstoffen ist daher eine Gliederung nach der verwendeten Matrixkomponente, wobei aufgrund der aus der Zielsetzung dieser Dissertation resultierenden werkstofflichen Abgrenzung für sämtliche weitere Betrachtungen ausschließlich Polymer-Matrix Verbundwerkstoffe thematisiert werden [4,6,7].

#### 6.1 Fasern als Verstärkungskomponenten

Lastragende Verstärkungskomponenten zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften sind, im Gegensatz zu einfachen Füllstoffen, maßgebend am mechanischen Eigenschaftspotential des Verbundwerkstoffes beteiligt. Das Verhältnis zwischen Verstärkungskomponentenoberfläche zu -volumen ist dabei das ausschlaggebende Charakteristikum für eine optimale Lasteinleitung und Übertragung externer Lasten auf die Verstärkungskomponente. Einfache geometrische kugelige oder quaderförmige Strukturen, welche bei Füllstoffen zu finden sind, zeigen verglichen zu Verstärkungsfasern bei einem Einheitsvolumen von 1 eine sehr geringe Oberfläche. Hingegen besitzen Fasern, welche einem gestreckten Zylinder gleichen, bei einem konstanten Einheitsvolumen von 1 die größte mögliche Oberfläche bei zugleich dem größten möglichen Aspektverhältnis a (Verhältnis zwischen Länge zu Durchmesser), wie in Abbildung 6.1 illustriert, und bilden somit die optimalste geometrische Struktur als lasttragende Verstärkungskomponente [4,9].



**Abbildung 6.1:** Verhältnis Oberfläche zu Volumen in Abhängigkeit des Aspektverhältnisses a für das Einheitsvolumen in der Höhe 1 (nach [9]).

#### 6.2 Aufbau und Eigenschaften flächiger Faserverbundwerkstoffe

Ausgehend von Fasern als Verstärkungskomponente, welche in eine polymere Matrixkomponente eingebettet werden und eine flächige geometrische Grundstruktur aufweisen, wie beispielsweise Platten, Kuppeln, Schalen, Zylindermäntel und dergleichen sind Belastungshöhe und Belastungsrichtung externer Lasten für den Werkstoffaufbau entscheidend. In der Form von Kurzfaserverstärkungen dienen abgelängte Fasern auf Faserlängen von bis zu einem Millimeter durch eine regellose Faseranordnung vorrangig zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften der Matrixkomponente in alle Raumrichtungen, jedoch mit geringem Verstärkungspotential. Regellose, wirre jedoch langfaserige beziehungsweise endlose Fasereinbringung in Form von Faservliesen und Wirrfasermatten dienen zur quasiisotropen Erhöhung der mechanischen Eigenschaften entlang der Werkstoffebene, jedoch ebenso mit limitiertem Verstärkungspotential. Für Strukturanwendungen mit maximalen mechanischen Anforderungen hinsichtlich Festigkeit und Steifigkeit erfolgt die Orientierung der Verstärkungsfasern ausschließlich in gerichteter endloser Form in der als Hochleistungsfaserverbundwerkstoff benannten Werkstoffkombination [7,10,4]. Bei derartigen, aus Einzelschichten aufgebaute Verbundwerkstofflaminaten, erfolgt die Faserorientierung der Verstärkungsfasern unabhängig der äußeren Bauteilgeometrie und auch unabhängig der Faserausrichtungen weiterer Einzelschichten mit dem übergeordneten Ziel, richtungsabhängige Werkstoffeigenschaften entgegen wirkender Belastungen zu erreichen. Maximale richtungsabhängige Werkstoffcharakteristika mit nur einer Vorzugsrichtung werden durch eine parallele Faserausrichtung aller Einzelschichten erreicht, deren mechanische Eigenschaften entlang der Faserrichtung (0°-Richtung) ein Maximum einnehmen, jedoch geringste Festigkeit bei Belastung quer zur Faserorientierung besitzen [2,1,4].

Bei multiaxial belasteten Verbundwerkstoffen ist daher ein alternierender Werkstoffaufbau mit Faserorientierungen entgegen jeweilig auftretende Belastungsrichtungen erforderlich (zum Beispiel 0°/90°-Aufbau) oder eine Aufbauvariante zu wählen, deren Faserorientierung eine mehrachsige Belastung zulässt. Die Aufbauvariante des Winkelverbunds stellt eine dieser Aufbaumöglichkeiten dar, dessen Werkstoffaufbau aus um die Mittelebene symmetrisch angeordneten Einzelschichten mit wechselnden Faserorientierung der Einzelschichten entlang einer Hauptbelastungsrichtung besteht (zum Beispiel +30°/-30°-Aufbau). Dadurch können sowohl Belastungen entlang der Hauptbelastungsrichtung als auch Belastungen normal zur Hauptbelastungsrichtung aufgenommen werden. Wie in Abbildung 6.2 illustriert, nimmt die Zugfestigkeit bei Längsbelastung mit steigender Winkeldifferenz zwischen Belastungs- und Faserrichtung stetig ab, bei gleichzeitiger Zunahme der Festigkeit bei Querbelastung. Ab einer Winkeldifferenz größer 45° liegt die Verbundfestigkeit unter der Zugfestigkeit der Matrixkomponente, da aufgrund der spezifischen Faserorientierung die Faserkomponente keinen verstärkenden Beitrag liefert, externe Belastungen müssen bei geringer Anbindungslänge über die adhäsive Faser-Matrix-Anbindung übertragen werden, wodurch mit zunehmenden Faserwinkel eine Festigkeitsreduktion eintritt [1,9].



**Abbildung 6.2:** Zugfestigkeit der Winkelverbundlaminate in Abhängigkeit der Winkeldifferenz zwischen Faser- und Belastungsrichtung (nach [11,1]).

Bei Verbundwerkstoffen bei denen die Richtung einwirkender Belastungen wechselt, multiaxial oder undefiniert ist, erfordert dies einen multiaxial orientierten Werkstoffaufbau. Ein um die Mittelebene symmetrische aufgebautes Mehrschichtlaminat mit aufeinander abgestimmten Faserorientierungen, wie beispielshaft in Abbildung 6.3 dargestellt, führt zu quasiisotropen Materialeigenschaften, dessen mechanische Eigenschaften innerhalb der Werkstoffebene invariant bezüglich der Belastungsrichtung sind [5,3,2].

Ungeachtet der Aufbauvariante und der räumlichen Orientierung der Verstärkungsfasern müssen die jeweiligen Einzelfasern zum Erreichen einer optimalen verstärkenden und lasttragenden Wirkung innerhalb der für Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen verwendeten Einzelschichten einen geradlinigen, parallelen und ondulationsfreien Verlauf bei einer gleichmäßigen Faserverteilung über den Querschnitt aufweisen. Die Übertragung der Lasten zwischen den Einzelschichten hat verschiebungsfrei zu erfolgen und die Anzahl der Einzelschichten, der Faservolumengehalt, die Schichtdicke wie auch die Schichtreihenfolge nehmen Einfluss auf das Eigenschaftsprofil von Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen [2].



**Abbildung 6.3:** Schematische Darstellung eines symmetrischen Mehrschichtverbunds mit Angabe des Faserwinkels (nach [3]).

#### 6.3 Funktionen der Verbundwerkstoffkomponenten und deren Werkstoffe

Die Eigenschaften der polymeren Matrixkomponente und die der Verstärkungskomponente, im speziellen die Faserkomponente tragen durch ihr jeweiliges Eigenschaftsprofil am Eigenschaftsprofil des Gesamtverbundes anteilig bei, wobei jedem der Komponenten spezifische Funktionen zu teil werden. Abbildung 6.4 gibt dazu in grafischer Form einen groben Überblick, worin ersichtlich ist, dass beispielsweise die Verarbeitungseigenschaften sowie die chemische und thermische Beständigkeit von Verbundwerkstoffen primär durch das Eigenschaftsprofil der Matrixkomponente bestimmt werden. Hingegen beruhen die mechanischen Basiseigenschaften Festigkeit, Steifigkeit sowie das Impact- und Ermüdungsverhalten des Gesamtverbundes großteils auf den Fasereigenschaften [4,12].



Abbildung 6.4: Bedeutung von Faser- und Matrixeigenschaften im Verbundwerkstoff [13].

#### 6.3.1 Werkstoffe und Funktionen der Polymermatrix-Komponente

Die in Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen verwendete Matrixkomponente trägt aufgrund ihrer spezifischen Materialeigenschaften in großem Maße am thermischen, chemischen und verarbeitungstechnischen Aspekten des Gesamtverbundes bei, prägt aber auch das mechanische Eigenschaftsprofil derartiger Verbundwerkstoffe. Bei Verstärkungskomponenten aus nicht polymeren Werkstoffen, beispielsweise bei der Verwendung von Glasfasern als Verstärkungswerkstoff, limitiert der Matrixwerkstoff die Einsatztemperatur und liefert aufgrund seiner Barrierewirkung gegen eindiffundierende Feuchtigkeit, Medien und dergleichen die erforderliche Schutzfunktion für die Verstärkungskomponente und ist somit maßgebend für die Werkstoffbeständigkeit gegenüber sauren und alkalischen Chemikalien verantwortlich [1,14,15].

Abhängig von der Faserorientierung wird im Belastungsbereich in dem eine verstärkende Wirkung durch die Faserkomponente eintritt (Winkeldifferenz zwischen 0° und 45° zwischen Faser- und Belastungswinkel), der Matrixkomponente die Funktion der Lasteinleitung und Lastverteilung externer Lasten auf die Verstärkungskomponente zu teil, welches jedoch eine intakte Mikrostruktur der Matrixkomponente und deren Anbindung an die Faserkomponente voraussetzt [16]. Um in Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen die maximale Leistungsfähigkeit endloser Faserverstärkungskomponenten ausschöpfen zu können, erfordert dies Matrixwerkstoffe mit einem zur Faserkomponente vergleichbaren Deformationsvermögen bei Zugbelastungen, unter Druckbelastung hingegen eine ausreichende hohe Werkstoffsteifigkeit um eine Stützwirkung gegen Ausknicken der druckbelasteten Verstärkungsfasern aufbringen zu können [15].

Grundlegend zeigen thermoplastische und durplastische Kunststoffe eine Anwendbarkeit als polymerer Matrixwerkstoff, deren Auswahl steht jedoch aufgrund ihrer gravierenden Viskositätsunterschiede im verarbeitungsfähigen Zustand in direkter Wechselwirkung mit der Auswahl des Verarbeitungs- und Herstellungsprozesses. Flüssige beziehungsweise schmelzbare Reaktionsharzsysteme duroplastischer Kunststoffe bilden im Herstellungsprozess durch eine Härtungsreaktion aus molekular kurzkettigen Ausgangsstoffen ein dreidimensionales Matrixnetzwerk mit hoher Steifigkeit und Festigkeit bei limitierter Bruchdehnung, ermöglichen jedoch aufgrund ihrer geringen Verarbeitungsviskosität eine optimale Durchtränkung der Faserkomponente bei einer Vielzahl verwendbarer Verarbeitungstechnologien. Dementgegen zeigen Thermoplaste als Matrixkomponente eine deutlich höhere Viskosität im schmelzflüssigen Verarbeitungszustand, wodurch eine äußere Kraftbeaufschlagung für eine optimale Durchtränkung der Faserkomponente erforderlich ist, ermöglichen jedoch eine nachträgliche Geometrieänderung in Form von thermischen Umformprozessen oder auch stoffschlüssiges Fügen. Im Verbundwerkstoff zeigen thermoplastische Matrixkunststoffe limitierte Werkstoffsteifigkeiten bei gleichzeitigen Einschränkungen in der Wärmeformbeständigkeit mit einem deutlich höheren Deformationsvermögen, wodurch konstante statische Belastungen auf derartig basierende Verbundwerkstoffe zu einem stark zeitabhängigen Werkstoffverhalten mit tendenziell ausgeprägter Kriechneigung führen [1,2].

Daher wurde im Rahmen dieser Dissertation ausgehend von der übergeordneten anwendungsspezifischen Zielsetzung der Fokus auf ein ausgewähltes epoxidbasierendes duromeres Reaktionsharzsystem gelegt. Derartige Harzwerkstoffe werden in facheinschlägiger Literatur als hochwertige Harzwerkstoffe mit guten mechanischen Werkstoffeigenschaften und ausgeprägtem Haftvermögen an der Faserkomponente beschrieben, welche in Abhängigkeit der Reaktanten unterschiedliche Beständigkeiten gegen Säuren, Laugen und wässrige Flüssigkeiten aufweisen [1,4,17,18,15]. Epoxidbasierende Reaktionsharzsysteme, bestehen aus mehrfunktionellen Harz- und Härtungskomponente werden
unter eventueller Verwendung von Hilfsstoffen (Reaktionsbeschleuniger, Lösungsmittel usw.) im stöchiometrischen Verhältnis der Grundkomponenten zur Reaktion gebracht, wobei im Rahmen einer Additionsreaktion reaktionsaktive Wasserstoffatome der Härtungskomponente eine Ringöffnung der funktionellen Epoxidgruppe der Harzkomponente hervorrufen und durch Anlagerung an diesen freiwerdenden Saustoffatomen die Netzwerkbildung zwischen den verbleibenden Restmolekülen der Härtungskomponente und der Harzkomponente initiieren. Die beiläufig entstehenden Hydroxygruppen (OH-Gruppe) an den Sauerstoffatomen der Epoxidgruppen sind für die ausgeprägten Haftungseigenschaften derartiger Epoxidharzsysteme verantwortlich. Aktuell ist eine Vielzahl an Harz und Härtungskomponenten für die Herstellung epoxidharzbasierender duromerer Verbundwerkstoffe verfügbar, wobei Reaktionsharze auf Bisphenol-A-Basis am bedeutsamsten sind [1,2,15,19]. Flemming et. al. [15], Fink [20] aber auch Moser [19] geben hierzu umfangreichen Einblick.

## 6.3.2 Werkstoffe und Funktionen der Verstärkungsfaserkomponente

Werkstoffe mit geometrisch faserartiger Struktur finden für eigenständige Bauteilanwendungen geringe Bedeutung, erfüllen jedoch in Kombination mit einem Matrixwerkstoff einen maßgebenden Beitrag am Gesamteigenschaftsprofil resultierender Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe [1]. Belastungen auf derartige Verbundwerkstoffe werden ausgehend von der Matrixkomponente über die adhäsive Faser-Matrix-Anbindung auf die Faserkomponenten übertragen, wodurch in Abhängigkeit der Faserorientierung und unter der Voraussetzung intakter Mikrostruktur eine verstärkende Wirkung eintritt [1,16]. Das Eigenschaftsprofil der Faserkomponenten ist vergleichend zum Matrixwerkstoff bei Belastungen entlang der Faserlängsachse durch signifikant höhere Steifigkeiten und Festigkeiten geprägt, woraus bei Belastungen des Gesamtverbundes innerhalb einer Winkeldifferenz in der Höhe von maximal 45° zwischen Belastungs- und Faserrichtung eine Leistungssteigerung der mechanischen Eigenschaften des Gesamtverbundes resultiert [2].

Als Verstärkungsfaserwerkstoff steht ein breites Portfolio an Materialien zur Verfügung, wobei grundlegend zwischen organischen und anorganischen Verstärkungsfasern unterschieden wird, welche entweder natürlichen Ursprungs sind oder industriell hergestellt werden [21]. In Strukturanwendungen sind jedoch aufgrund ihrer ausgezeichneten physikalischen und chemischen Eigenschaften bei gleichzeitig geringer Dichte (in der Regel < 3000 kg/m<sup>3</sup>) die bedeutendsten Verstärkungsfasern Glas-, Carbon- und Aramidfasern, womit im Gesamtverbund bei spezifischer Auswahl der Fasertype und bei Belastungen entlang der Faserlängsachse teilweise deutlich überlegene Zugeigenschaften im Vergleich zu hochfesten Metallen erreichen werden können (Abbildung 6.5). Der industrielle Herstellungsprozess dieser Faserwerkstoffe gewährleistet die Möglichkeit einer endlosen Faserverstärkung, deren Faserlänge nur durch die Bauteilgeometrie begrenzt wird [22,4,8,13].

Wirtschaftlich betrachtet sind jedoch Glasfasern die bedeutsamsten Verstärkungsfasern. Deren geringeren Herstellungskosten verglichen zu Carbon- bzw. Aramidfasern bei akzeptablen mechanischen Eigenschaften führen zur Verwendung im hohen Prozentsatz in Faserverbundwerkstoffen [23,7,24,25].



**Abbildung 6.5:** Zugeigenschaften unidirektionaler Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe (Glas-, Aramid-, Kohlenstoff (C) – Faser mit Epoxid (EP) Harz) im Vergleich zu hochfesten Metallen (nach [1,12] auf Daten von [1]).

Technische Glasfasern für die Verwendung als Verstärkungskomponente in Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen werden aus geschmolzenem Quarzsand mit weiteren Zuschlagstoffen hergestellt, wobei mit in etwa 90% Marktanteil die Werkstoffzusammensetzung der daraus resultierenden E-Glasfasern die größte Bedeutung zu Teil wird [1]. Die Bezeichnung dieser Fasertype erfolgt nach deren ursprünglicher Verwendung in der Elektroindustrie, deren Zusammensetzung aus Aluminiumborsilikat-Glas mit weniger als 2 % Alkalioxiden zeichnet sich durch eine geringere Feuchteempfindlichkeit gegenüber anderen Glasfasertypen mit höherem Alkaligehalt aus. Das mechanische Eigenschaftsprofil, gemessen an der Fasersteifigkeit mit rund 73 GPa und der Faserfestigkeit in der Höhe von ungefähr 3500 MPa ist durchaus im akzeptablen Mittelfeld zu anderen Glasfasertypen, E-Glas zeichnet sich jedoch durch den deutlich günstigeren Preis zu anderen technischen Glasfasertypen aus [22,15]. Der Herstellungsprozess erfolgt großteils im Schmelzspinnverfahren, wo die schmelzflüssige Glasfaserzusammensetzung zu Ziehdüsen geleitet wird, an deren unterem Ende aufgrund Eigengewicht erste Glasfäden in geometrisch zylindrischer Form austreten, welche sogleich durch geeignete Abzugseinrichtungen mit erhöhter Abzugsgeschwindigkeit vom Düsenboden abgezogen werden, wodurch eine Faserverstreckung bei gleichzeitiger Reduktion des Faserquerschnittes auf einen Durchmesser in der Größenordnung zwischen 9 und 24 µm eintritt [22,1,2]. Nach dem Abkühlprozess liegt im Inneren der Glasfaser eine amorpher molekularer Zustand in Form eines dreidimensionalen Silizium-Sauerstoff-Netzwerks vor, welches als stark unterkühlte Schmelze bezeichnet wird und isotrope Material-eigenschaften aufweist, welche einer Flüssigkeit mit hoher Viskosität zuzuordnen sind [26,27,22,15].

## 6.3.3 Funktion der Faser-Matrix-Anbindung

Neben den makroskopisch dominierenden Verbundwerkstoffkomponenten, der Faserkomponente und der Matrixkomponenten, ist deren Anbindung zueinander eines der ausschlaggebenden Kriterien für eine erfolgreich Verwendung derartiger Kombinationswerkstoffe in Strukturanwendungen. Um die dazu erforderlichen adhäsiven Hafteigenschaften zwischen Faser- und Matrixkomponente zu erhöhen, werden kommerziell verfügbare Faserwerkstoffe mit oberflächlichen Haftsubstanzen und somit mit einer weiteren Werkstoffkomponente versehen, deren Auswahl unter der Berücksichtigung der Kompatibilität sowohl zum Matrix- wie auch zum Faserwerkstoff zu erfolgen hat [2,28]. Silanbasierende Haftsubstanzen zeigen dabei spezielle Eignung zur Haftoptimierung glasfaserverstärkter Epoxidharzverbunde, welche in der Lage sind Wasserstoff-Brückenbindungen mit der Glasoberfläche der Verstärkungsfaserkomponente einzugehen. Während der Harzreaktion der Epoxidharzmatrix im Herstellungsprozesse derartiger Verbundwerkstoffen bilden funktionelle Gruppen der Silanhaftsubstanzen kovalente Bindungen mit den Reaktanten des Matrixharzes wodurch eine Anbindung der Faserkomponente an das Matrixnetzwerk eintritt [1].

# 7 Faserverbundwerkstoffe unter statischer Last

Im Allgemeinen zeigen konstant belaststete Werkstoffe wie auch Faserverbundwerkstoffe unter fortwährender statischer Belastung eine zeitabhängige Veränderung der Deformation, welches als Werkstoffkriechen bezeichnet wird [29].

Bei Werkstoffen mit kombinatorischem Werkstoffaufbau wie eben bei Faserverbundwerkstoffen wo lasttragendend Faserkomponenten im Zusammenspiel mit formgebenden Matrixkomponenten den eigentlichen Werkstoff bilden, resultieren die Materialeigenschaften des zusammengesetzten Gesamtverbundes unter fortwährender statischer Belastung auf einem komplexen Zusammenspiel werkstofflicher und geometrischer Einflüsse, woraus ein zeitabhängiges Werkstoffverhalten resultiert. Werkstoffspezifische Faktoren wie das Kriechverhalten der Matrixkomponente und das Verformungs- und Bruchverhalten der Faserkomponente, Faktoren der Fasergeometrie, der Faserorientierung und des Faservolumengehaltes wie auch Aspekte der langfristigen Faser-Matrix Anbindung prägen unter statischen Belastungsbedingungen das Gesamteigenschaftsprofil derartiger Werkstoffe [30,31,16].

Bei bedeutsamen Verbundwerkstoffen für Strukturanwendungen erfolgt der Werkstoffaufbau in Form von zu Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen zusammengesetzten Einzelschichten mit Verstärkungsfasern in endloser und unidirektional gerichteter Anordnung, wodurch in Abhängigkeit des Werkstoffaufbaues stark anisotrope Werkstoffeigenschaften entstehen. Bei darauf einwirkenden Belastungen tritt mit der Änderung der Belastungsrichtung nicht nur eine Änderung der mechanischen Werkstoffeigenschaften ein, sondern auch ein Wechsel der dominierenden Werkstoffkomponente am Gesamteigenschaftsprofil, wodurch unterschiedliche Werkstoffverhalten unter statischer Belastung resultieren. Bei einer Winkeldifferenz von bis zu 45 ° zwischen Belastungs- und Faserrichtung prägt vorrangig die Faserkomponente die mechanischen Eigenschaften des Gesamtverbundes, wobei die Matrixkomponente bei intakter Mikrostruktur die Aufgabe der Lasteinleitung und Lastverteilung externer Werkstoffbelastungen auf die Faserkomponente übernimmt. Bei Winkeldifferenzen größer als 45 °, übernimmt hingegen die Matrixkomponente mit ihren Materialeigenschaften den dominierenden Beitrag am Gesamteigenschaftsprofil, da der ansteigende Faserwinkel zu einer Belastungsrichtung weit ab der Faserlängsachse führt, wodurch die Verstärkungskomponente nicht mehr in der Lage ist einen verstärkenden Beitrag am Gesamteigenschaftsprofil zu liefern [1,2,16].

## 7.1 Verformungsverhalten der Verbundwerkstoffkomponenten

## 7.1.1 Matrixwerkstoffe unter statischer Belastung

Bei Betrachtung des Werkstoffverhaltens der Einzelkomponenten unter statischer Belastung zeigen polymere Werkstoffe Bestrebungen, anliegende Belastungen durch molekulare Umlagerungs- und Platzwechselprozesse abzubauen und zeigen somit in ihrer Verwendung als Matrixkomponente in Verbundwerkstoffen ein Materialverhalten, welches durch die Höhe der Belastung, die Temperatur sowie der Beweglichkeit der molekularen Struktur geprägt ist [29,32,2]. Entgegen möglicher Einschränkungen aufgrund physikalische oder chemische Bindungen, sperrige Seitengruppen und gehinderter Drehbarkeit der Molekülhauptkette resultieren derartige molekulare Umlagerungs- und Platzwechselprozesse in reversible und irreversible Verformungsprozesse mit Anteilen spontaner und zeitabhängiger Verformung [29]. Ein derartiges Verformungsverhalten kann dabei weder durch das Hook'sche Gesetz (Verformung proportional zu Belastungshöhe) noch durch Newton'sche Stoffgesetz (Verformungsgeschwindigkeit proportional zu Belastungshöhe) beschrieben werden und wird als viskoelastisches Materialverhalten bezeichnet [33,34]. Werkstoffe mit derartigem viskoelastischen Materialverhalten zeigen bei konstanter statischer Belastung eine Gesamtverformung welche sich allgemein aus spontanelastischer, viskoelastischer und viskoser Teilverformung additiv zusammensetzt [29].

Bei der Verwendung thermoplastischer Matrixkunststoffe sind der Betrag und die Zeitabhängigkeit dieser Teilverformungsanteile spezifisch durch den molekularen Kunststoffaufbau ausgeprägt. Art der Monomerbausteine, Konformation der Hauptkette, Drehbarkeit der Hauptkette, Anwesenheit von Seitengruppen, Molmasse der Makromoleküle, Molmassenverteilung selbiger, Nebenvalenzbindungen und dergleichen sind nur eine unvollständige Aufzählung einflussnehmender Parameter auf das mechanische Langzeitverhalten [29,34].

Unter statischer Belastung resultieren daraus veränderliche Verformungsvorgänge, bei denen ein Zusammenhang zwischen Anzahl und Größe daran beteiligter Molekülbausteine besteht und welche zu einem Verformungsverhalten führen, bei dem nach einer initialen Deformation bei Lastbeaufschlagung, nach 3 separierbaren Deformationsbereichen (primärer, sekundärer und tertiärer Kriechbereich) das ultimative Materialversagen eintritt [34]. Spontan aufgebrachte Lasten resultieren in Abhängigkeit der Belastungshöhe in einer initialen Verformung bei der spontanelastische Valenzwinkel- und Valenzabstandsänderungen und Änderungen der molekularen Abstandslage entgegen zwischenmolekularer Kräfte (Van der Waals-Bindungen, Wasserstoffbrückenbinden und dergleichen) stattfinden. Höhere Belastungen, definitiv jenseits der Steckgrenze, führen bei chemisch unvernetzten Polymeren bereits zu ersten irreversiblen viskosen Verformungen, welches auf abgleiten aneinanderliegender Makromoleküle mit Veränderung der Schwerpunktslage schließen lässt. Fortlaufende Belastungen, auch unterhalb der Streckgrenze, resultieren im Anschluss an die Initialdeformation in einer kontinuierlichen Zunahme der Verformung im primären Kriechbereich, deren Verformungsgeschwindigkeit mit zunehmender Belastungszeit abnimmt. Eine asymptotische Annäherung an einen konstanten Betrag der Verformungsgeschwindigkeit basierend auf anfängliche makromolekulare Kettenstreckungen gefolgt von kettenorientierenden Platzwechselprozessen, welche in Entschlaufungsbewegungen zwischen den Makromolekülen und Kettenorientierung entlang der Belastungsrichtung bei zeitgleichen molekularen Relativbewegungen in den sekundären Kriechbereich münden. Nach deutlich ausgeprägter Zunahme der Kriechdeformation im Sekundärbereich folgt ein Bereich sukzessiv steigender Deformationsgeschwindigkeit, der tertiäre Kriechbereich, in dem das Versagen zwischenmolekularer Nebenvalenzbindungen zum finalen Versagen des Werkstoffes führt [35,34,29].

Duroplastische Kunststoffe in ihrer Anwendung als Matrixkomponente für Faserverbundwerkstoffe besitzen aufgrund ihrer vernetzten molekularen Werkstoffstruktur ein gehindertes Deformationsvermögen mit konträrem zeitabhängigem Werkstoffverhalten und deutlich geringerer Kriechdeformation verglichen zu thermoplastischen Kunststoffen [1,29]. Selbiges gilt auch für das im Rahmen dieser Dissertation verwendete epoxidbasierende Reaktionsharzsystem, wo im Herstellungsprozess der untersuchten Verbundwerkstoffe aus den Reaktanten Harz- und Härtungskomponente ein dreidimensionales Matrixnetzwerk gebildet wird. Unter statischer Belastung zeigen derartige Kunststoffe ein zu Thermoplasten vergleichbares Werkstoffverhalten bestehend aus einer belastungshöhenabhängigen Initialdeformation zu Belastungsbeginn gefolgt von einer primären Kriechphase mit Änderung der Molekülgeometrien im Harznetzwerk (Valenzwinkel- und Valenzabstandsänderungen). Anschließende Umlagerungsprozesse zwischen den Vernetzungspunkten beziehungsweise innerhalb der molekularen Struktur der Reaktanten führen bei einer kontinuierlich sinkenden Deformationsgeschwindigkeit zu einer asymptotischen Annäherung der Deformation an einen zeitlich konstanten Wert. Bei Erreichen einer maximalen Grenzdeformation der Kettensegmente zwischen den Vernetzungspunkten tritt das Werkstoffversagen derartiger vernetzter Polymerstrukturen durch Bruch der Hauptvalenzbindungen ohne signifikante Ausprägung eines tertiären Kriechbereichs ein [29,33–39].

## 7.1.2 Faserwerkstoffe unter statischer Belastung

Faserartig geformte Werkstoffe besitzen in ihrer Anwendung als Verstärkungskomponente in Hochleistungsverbundwerkstoffen verglichen zur Matrixkomponente aufgrund deutlich höherer Werkstoffsteifigkeit und Festigkeit ein geringfügiger ausgeprägtes zeitabhängiges Deformationsverhalten [27,16,40,41].

Werkstoffspezifisch zeigen unter den technisch bedeutsamsten Faserwerkstoffen Kohlenstofffasern die geringsten Kriechtendenzen, welches auf den starken kovalenten Bindungen innerhalb der planaren, als Kohlenstoffatomen bestehenden, Graphitebenen in Faserlängsrichtung beruht. Glasfasern bestehend aus einer isotropen dreidimensionalen Netzwerkstruktur mit kovalenten Bindungen zwischen Silizium und Sauerstoff zeigen bereits gesteigerte Kriechneigung, gefolgt von Aramidfasern mit der größten Verformungsgeschwindigkeit unter statischen Lastbedingungen, in dessen Werkstoffstruktur aromatisches Langketten-Polyamid mit zugehörigen zwischenmolekularen Wasserstoffbrücken den Aufbau bilden [1,15,18,22,42–44].

Die dabei resultieren zeitabhängigen Verformungsbeiträge aufgrund viskoelastischer Materialeigenschaften sind jedoch vernachlässigbar anzusehen wodurch oftmalig das Verformungsverhalten derartig technischer Verstärkungsfasern in ingenieurmäßiger Betrachtungsweise als ideal elastisch angenommen wird [45–49].

## 7.2 Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen unter statischer Belastung

Unidirektional faserverstärkte Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe zeigen bei konstanten statischen Belastungsbedingungen ein Verformungsverhalten, dass mit 3 separierbaren Deformationsbereichen in grober Näherung dem Verformungsverhalten unverstärkter polymerer Werkstoffe ähnlich ist, jedoch auf unterschiedliche werkstoffliche Effekte rückführbar ist. In Abbildung 7.1 ist das zeitabhängige Deformationsverhalten faserverstärkter Hochleistungsverbundwerkstoffe basierend auf vernetzter duroplastischer Matrixkomponente und unidirektionaler Faserverstärkung in allgemeiner Form unabhängig des Faserwinkels schematisch dargestellt.



**Abbildung 7.1.:** Deformation von Faserverbundwerkstoffen unter langfristiger statischer Belastung (nach [50,51]).

Unter statischer Werkstoffbelastung erfolgt bei Lastaufbringung eine erste Deformationsänderung in Form einer belastungshöhenabhängigen Initialdeformation, gefolgt von einer durch die Belastungsrichtung geprägten zeitabhängigen primären Kriechphase. Bei Belastungen in matrixdominanter Richtung erfolgt in der primären Kriechphase eine erste Dehnungszunahme aufgrund Änderungen der molekularen Netzwerkgeometrie (Valenzwinkel- und Valenzabstandsänderungen) entsprechend des viskoelastischen Materialverhaltens, bei faserdominanter Belastung wird dies durch eine Ausrichten und Begradigen der verstärkenden Faserkomponente bei möglichen Orientierungsimperfektionen der Faserkomponente innerhalb der Matrixstruktur begleitet [37,52,35].

In der nachfolgenden deutlich ausgeprägter sekundärer Kriechphase mit nahezu linearer Dehnungszunahme über weite Zeitbereiche hinweg entscheidet der Zustand der Mikrostruktur über das Werkstoffverhalten. Bei intakter Mikrostruktur, wo die Matrixkomponente die Übertragung und Verteilung von Lasten auf die Faserkomponente übernimmt, welches beispielshaft bei Matrixwerkstoffen mit ausreichendem Deformationsvermögen oder Anwendungstemperatur in der Nähe des Glasübergangstemperaturbereiches der Polymermatrix angenommen werden kann, erfolgt eine gleichförmige zeitabhängige Verformung des Gesamtverbundes entsprechend des anteiligen Verformungsverhaltens der Einzelkomponenten [16]. Bei Belastungen entlang der Faserrichtungen, hohe Faservolumengehälter und deutlich höheren Materialsteifigkeiten der Faserkomponente verglichen zur Matrixkomponente ist das Kriechverhalten daher vorrangig durch das langfristige Verformungsverhalten der Faserkomponente geprägt, welches abhängig vom verwendeten Faserwerkstoff in einer geringen bis nicht feststellbaren zeitabhängigen Deformationszunahme resultiert [27,16,40,41].

Bei Anwendungsbedingungen mit Einsatztemperaturen oft weit ab vom Glasübergangsbereich und somit eingeschränktem Deformationsvermögen der Matrixkomponente im energieelastischen Temperaturbereich, ist das langfristige Materialverhalten zusätzlich zu viskoelastischen Materialeffekten durch das zeitabhängige Versagen der Faser-Matrix Anbindung wie auch durch das Auftreten von Mikroschädigungen innerhalb der Matrixkomponente geprägt [16,53,54]. Defekte durch Faserenden und Faserdiskontinuitäten, Unterschiede in thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Faser und Matrix sowie allgemein spröder Werkstoffcharakter der großteils eingesetzten reaktiver Harzsysteme begünstigen die Initiierung von Mikrorissen, deren Ausbreitung vorrangig am Ende der sekundären Kriechphase durch unstetige sprungartige Anstiege in der Kriechdeformation in der Verformungskurve festzustellen ist [27,16,53,54]. Fortlaufende Belastung führt zu einer beschleunigten Dehnungszunahme im tertiären Kriechbereich, wobei entstandene Matrixmikrorisse und Faser-Matrixablösungen sich zur quer Belastungsrichtung makroskopische ausbreiten und somit die lastverteilende wie auch lastübertragende Wirkung der Matrix unterbinden. Kumulatives Faserversagen aufgrund Spannungskonzentration beziehungsweise Versagen der Matrixkomponente bei matrixdominierten Belastungsrichtungen führen zum ultimativen Bruch des Verbundwerkstoffes [53,50,41].

# 8 Langfristiges Verformungsverhalten von Faserverbundwerkstoffen

Faserverbundwerkstoffe mit kontinuierlicher Faserverstärkung zeigen unter statischen Belastungssituationen auch über ausgedehnte Belastungszeiten hinweg eine fortwährende Veränderung der Deformation. Die experimentelle Ermittlung des daraus resultierenden langfristigen Materialverhaltens ist unter Anwendung klassischer Prüfverfahren, beispielweise konventioneller Kriechversuche, mit Prüfzeiten analog geforderter Einsatzzeiten von mehreren Jahrzehnten unter konstanten Prüfbedingungen in ökonomisch Prüfprozessen faktisch nicht realisierbar. Folglich erfordert die Abbildung der langfristigen Materialeigenschaften entweder die Anwendung klassischer Charakterisierungsverfahren in Kombination mit extrapolativer Erweiterung experimentell bestimmter Messpunkte und Messkurven in den Langzeitbereich, oder alternative Prüfkonzepte, welche in der Lage sind werkstoffliche Veränderungsprozesse, welche unter langfristiger Belastung auftreten innerhalb limitierter Prüfzeiten abzubilden [55].

Zur Darstellung der Materialverformungen über ausgedehnte Belastungszeiten hinweg, besteht die Möglichkeit auf Darstellungsformen des Kriechverhaltens unverstärkter Kunststoffe zurückzugreifen, deren Gültigkeit auch für Faserverbundwerkstoffe gegeben ist [56,57].

## 8.1 Darstellungsformen des Verformungsverhaltens

Zur Veranschaulichung des Verformungsverhaltens von Faserverbundwerkstoffen unter langfristiger statischer Belastung stehen in Anlehnung an unverstärkte Kunststoffe mehrere Konzepte zur Verfügung, deren Darstellungen auf den Ergebnissen experimenteller Kriechversuche beruhen. Kriechkurven aufgenommen unter konstanter Belastung bei konstanten und isothermen Umgebungsbedingungen bilden die Ausgangsdaten für die nachfolgenden Darstellungsformen.

## 8.1.1 Darstellung in Form von Kriechkurven

Exemplarische Versuchsergebnisse konventioneller Kriechversuche in Form von lastabhängigen Kriechkurven sind schematisch in Abbildung 8.1 dargestellt. Kriechkurven bilden dabei ein Abbild des Verformungsverhaltens unter der anliegenden Lastsituation innerhalb des experimentellen Zeitbereichs, wobei höhere Belastungsniveaus zu einer höheren Initialdehnung und folglich zu höheren Deformationsraten im Sekundärkriechbereich führen. Derartiger Anstieg in der Kriechgeschwindigkeit resultiert aus gesteigerten Schädigungsraten innerhalb der Matrixkomponente, deren Anbindung zur Faserkomponenten wie auch aufgrund Akkumulation auftretender Einzelfaserbrüche innerhalb der Faserkomponente beim zeitlichen Übergang in Richtung Tertiärkriechen. Der nachfolgende tertiäre Kriechbereich mit dem ultimativen Materialversagen ist mit steigender Belastungshöhe zu kürzeren Versagenszeiten verschoben, wodurch bei entsprechend hohen Prüflasten innerhalb des zu betrachtenden Versuchszeitraumes bereits das Werkstoffversagen mittels Bruch eintritt. Die dabei festzustellenden Versagenszeiten in Kombination mit den anliegenden Prüfbelastungen bilden die Ausgangsdaten für die Darstellungsform der Zeitstandfestigkeit.



**Abbildung 8.1.:** Schematischer Verlauf der Gesamtdeformation (Kriechkurven) und statischer Belastung mit ansteigenden Prüflasten (nach [56]).

# 8.1.2 Zeitstandfestigkeit

Experimentell festgestellte Versagenszeiten unter konstanter statischer Werkstoffbelastungen in eigenen Zeitstandversuchen beziehungsweise Versagenszeiten von auftretenden Werkstoffbrüche bei der Durchführung konventioneller Kriechversuche bilden in Kombination mit den zugehörig angelegten Prüfspannungen eine einfache Möglichkeiten zur Beschreibung des mechanischen Langzeitverhaltens auf Basis der Werkstofffestigkeit. Wie in Abbildung 8.2 beispielhaft ersichtlich, erhält man aus diskreter Anzahl vorliegender Wertepaaren (Versagenszeit und Belastungshöhe) das Diagramm der Zeitstandfestigkeit, welches bei Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen durch lineare Interpolation bei doppellogarithmischer Achsenskalierung vervollständigt werden kann und das ultimative Werkstoffversagen repräsentiert [1]. Bei definiertem Belastungsniveau kann daraus die Lebensdauer des Werkstoffes aufgrund Bruchversagen bei statischer Belastungssituation eruiert werden. Bei matrixdominierter Belastungsrichtung und somit deutlich feststellbarer Kriechdeformation, kann ergänzend zum ultimativen Werkstoffversagen als weiteres Versagenskriterium der Zeitbereich bis zum Erreichen einer definierten Grenzdeformation festgelegt werden. Als Darstellungspendant zur Zeitstandfestigkeit kann daraus die Darstellung der Zeitdehngrenze abgeleitet werden [29,1,58].



**Abbildung 8.2.:** Schematische Ableitung der Zeitstandfestigkeit und der Zeitdehngrenze aus vorhandenen Kriechkurven mit ansteigendem Spannungsniveau.

### 8.1.3 Verlauf des Kriechmoduls

Als weitere Form der Darstellung des mechanischen Langzeitverhaltens besteht die Möglichkeit, ausgehend von dem experimentell ermittelten Deformationsverhalten den zeitabhängigen Kriechmodul E<sub>c</sub> zu bestimmen. Der Quotient aus angelegter Prüflast  $\sigma$  und zeitabhängiger Kriechdehnung  $\varepsilon$  (t) ergibt den zeitabhängigen Modul (Kriechmodul) des Materials E<sub>c</sub> (t) bei konstanter statischer Belastung (Gleichung 8.1).

$$E_{\mathcal{C}}(\boldsymbol{t}) = \frac{\sigma}{\varepsilon(t)}$$
(8.1)

Dieser sinkt bei zunehmender Belastungszeit aufgrund der Zunahme der Kriechdeformation und ist innerhalb des linear viskoelastischen Verformungsbereiches, welcher bei geringen Belastungshöhen vorliegt, spannungsinvariant, wie anhand der Spannungen  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  und  $\sigma_3$  in der schematischen Abbildung 8.3 dargestellt. Höheren Belastungen führen zu einer nichtlinear viskoelastischen Kriechdeformation und somit zu einer Verschiebung des zeitabhängigen Kriechmoduls zu geringeren absoluten Modulniveaus.



**Abbildung 8.3.:** Schematischer Verlauf des zeitabhängigen Kriechmoduls E<sub>c</sub> bei unterschiedlichen Belastungshöhen.

## 8.1.4 Isochrones Spannungs-Dehnungs-Diagramm

Für technische Anwendungen am bedeutsamsten ist die Darstellung des langfristigen Materialverhaltens in der Form von Spannungs-Dehnungs-Diagrammen erweitert durch den zusätzlichen Parameter der Beanspruchungszeit. Ausgehend von Kriechversuchen mit unterschiedlichen statischen Belastungsniveaus werden nach definierten Belastungszeiten (wie beispielsweise 10<sup>0</sup> h, 10<sup>1</sup> h, 10<sup>2</sup> h und so weiter) die Wertepaare der Verformung und der anliegenden Spannung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm zu den jeweiligen isochronen Zeiten veranschaulicht, wie in Abbildung 8.4 schematisch dargestellt. In dieser kompakten Darstellungsform kann auf den ersten Blick die zeitabhängige Veränderung der Werkstofffestigkeit, der Werkstoffdehnungen, wie auch die Veränderung der Materialsteifigkeit aufgrund langfristiger statischer Lasteinwirkung abgelesen werden. Ungeachtet der Veränderung der Werkstofffestigkeit lässt in erster Näherung eine unveränderte Materialsteifigkeit auf eine geringfügige Ausprägung viskoelastischer Verformungsanteile und somit auf ein nahezu zeitinvariantes Werkstoffverhalten schließen [51]. Bei geringen Werkstoffbelastungen, weit ab von der Bruchspannung, zeichnen sich Faserverbundwerkstoffe basierend auf duromeren Matrixsystemen durch ein linear viskoelastisches Materialverhalten aus, welches bedeutet, dass die Verformung linear mit der Belastungshöhe zunimmt und ausschließlich die Belastungszeit einen erhöhenden Verformungsbeitrag liefert. Belastungsbereiche mit nichtlinearen viskoelastischen Verformungsverhaltens sind ein Indiz für einen zunehmenden Spannungseinfluss auf das Verformungsverhalten wo lastbedingte

Schädigungen in der Werkstoffstruktur in eine zusätzlichen Verformungsbeitrag resultieren [2,53].



Abbildung 8.4.: Isochrone Spannungs-Dehnungs-Linien in Abhängigkeit der Belastungszeit (nach [2]).

## 8.2 Extrapolative Beschreibung des langfristigen Verformungsverhaltens

Experimentell bestimmte Kriechkurven und daraus ableitbare Darstellungsformen zeigen das Verformungsverhalten von Verbundwerkstoffen unter statischen Belastungsbedingungen innerhalb zeitlich begrenzter Betrachtungszeiträume abhängig experimenteller Prüfzeiten. Eine extrapolative Erweiterung der dargestellten Ergebnisse in den Langzeitbereich gilt als eine einfache und simple Möglichkeit, das Verformungsverhalten entgegen der vorliegenden zeitlichen Limitation im Langzeitbereich vorauszusagen, dessen Aussagekraft jedoch werkstofflichen wie auch prüftechnischen Bedingungen unterliegt und keineswegs durch experimentelle Versuchsdaten abgesichert ist. Als primäre Voraussetzung für deren Anwendung zählen, dass ablaufende Deformationsmechanismen (Werkstoffviskoelastizität und Schädigungsakkumulation) mit gleichbleibender kontinuierlicher Geschwindigkeit ablaufen, und dass Effekte der Werkstoffalterung eventuell hervorgerufen durch vorliegende Umgebungseinflüsse wie Beispielsweise erhöhte Umgebungstemperaturen beziehungsweise kontaktierende Medien keinen signifikanten Einfluss auf das mechanische Langzeitverhalten des zu untersuchenden Werkstoffes nehmen [18,56].

In der folgen Abbildung 8.5 sowie Abbildung 8.6 sind schematisch die Möglichkeiten zur extrapolativen Zeitbereichserweiterung von experimentell bestimmten Kriechkurven und unter anderem den daraus ableitbaren Verlauf der Zeitstandfestigkeit dargestellt. Gemäß Angaben von Ehrenstein und Pongratz [18], basierend auf den Daten von Sarabi [33], ist unter der Voraussetzung vorliegender Erfahrungswerte vergleichbarer Verbundwerkstoffe und angewandten experimentellen Prüfzeiten von mindestens einem Jahr eine lineare Extrapolation experimenteller Kriechkurven (Abbildung 8.6) über zwei Dekaden bei linearer Darstellungsskalierung in den Langzeitbereich anwendbar. Bei der Darstellung der Zeitstandfestigkeit (Abbildung 8.6) ist laut Ehrenstein [1] bei gleichbleibenden spannungsinvarianten Versagensmechanismen und somit einem linearen Verlauf der Zeitstandfestigkeit bei doppellogarithmischer Achsenskalierung entsprechend dem angeführten Beispiel faserverstärkter Kunststoffrohre, eine Extrapolation in den Langzeitbereich von bis zu 1,5 Zehnerdekaden über letzten Messpunkt hinweg durchaus zulässig.

Zusammenfassend bieten derartige extrapolative Zeitbereichserweiterungen eine Möglichkeit langfristiges Materialverhalten unter statischen Belastungssituationen abzubilden, erfordern dennoch aufgrund bestehender Extrapolationsgrenzen erhebliche Prüfzeiten um das Werkstoffverhalten mehrerer Jahrzehnte darzustellen.



**Abbildung 8.5.:** Schematisch Darstellung der extrapolativen Erweiterungsmöglichkeit bei experimentellen Kriechkurven (nach [59]).



**Abbildung 8.6.:** Schematisch Darstellung der extrapolativen Erweiterungsmöglichkeit bei der aus Kriechkurven ableitbaren Darstellung der Zeitstandfestigkeit (nach [59]).

# 8.3 Beschleunigte Prüfkonzepte zur Beschreibung des langfristigen Verformungsverhaltens

Die Bestimmung langfristiger Materialeigenschaften anhand etablierter Charakterisierungsmethoden, beispielsweise konventioneller Kriechversuche, unterliegt Limitationen bedingt durch ökonomisch vertretbare Prüfzeiten wodurch Darstellungsbereiche mit zeitlicher Begrenzung resultieren. Extrapolative Erweiterungen experimenteller Versuchsergebnisse bieten in einem definierten Ausmaß die Möglichkeit begrenzte Zeitbereiche in Richtung des Langzeitbereichs auszuweiten, vorausgesetzt, dass über den gesamten Betrachtungszeitraum gleichbleibende werkstoffverändernde Prozesse vorliegen. Alternative dazu sind in der Werkstoffprüfung spezielle Charakterisierungsverfahren, sogenannte beschleunigte Prüfverfahren verfügbar, welche durch die Intensivierung von Belastungsparametern, vorrangig Prüftemperatur oder mechanische Belastung Prüfbedingungen schaffen, die eine Ermittlung des realen langfristigen Werkstoffverhaltens innerhalb ökonomisch vertretbaren Prüfzeiten ermöglichen [60,61,18,30]. Zur Überführung beschleunigt bestimmter Versuchsergebnisse in die reale Zeitskalierung kommen Zeit-Temperatur- und Spannungs-Zeit-Verschiebungskonzepte zur Verwendung, deren prinzipielle Anwendbarkeit jedoch den Limitationen des Zeit-Temperatur-Superpositionsprinzips und dem Boltzmann'schen Superpositionsprinzips unterliegen. Entgegen der Anwendungseinschränkungen hinsichtlich einfacher thermorheologischer Werkstoffe und Belastungen im Bereich linear-viskoelastischen Deformationsverhaltens zeigt eine diskrete Auswahl an Prüfverfahren ihre Anwendbarkeit zur Charakterisierung des langfristigen Werkstoffverhaltens von Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen und deren Komponenten [56,34,62].

Im Folgenden werden bereits publizierte beschleunigte Verfahren, wie auch Prüfverfahren welche im Rahmen dieser Dissertation neu entwickelte wurden vorgestellt und hinsichtlich ihres methodischen Ansatzes diskutiert und anhand vorliegender Publikationen auf deren Eignung wie auch deren Limitationen für Hochleistungsverbundwerkstoffe abgegrenzt. Im zugehörigen experimentellen Beitrag, in Teil V dieser Dissertation, werden daraus ausgewählte Prüfkonzepte, welche ausschließlich durch die Variation der mechanischen Belastung eine beschleunigende Wirkung auf die langfristigen Materialeigenschaften ausüben zur Charakterisierung von kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe angewandt, deren experimentelle Umsetzung und die damit verbundene Versuchsdatenauswertung detailliert im besagten Teil V beschrieben wird.

#### 8.3.1 Time temperature superposition – TTS

Das Konzept der Zeit-Temperatur-Verschiebung (TTS) basiert auf der fundamentalen polymerphysikalischen Grundeigenschaft von Kunststoffen, dass molekulare Bewegungs- und Platzwechselvorgänge innerhalb der makromolekularen Struktur, wie sie auch während des Werkstoffkriechens auftreten, bei erhöhter Temperatur schneller ablaufen [63,64,38]. Demzufolge können Materialdeformationen, welche unter konstanter Belastung später stattfinden würden, durch Temperaturerhöhung zeitlich früher festgestellt werden. Die dabei auftretende Form der Deformationskurve bleibt bei logarithmischer Skalierung der Zeitachse erhalten [34]. Diese Eigenschaft kann bei Verbundwerkstoffen, wo die Matrixkomponente ebensolches Materialverhalten aufweist, zur Erstellung einer Masterkurve bei eine ausgewählten Referenztemperatur über ausgedehnte Zeitbereiche herangezogen werden. Dazu werden einzelne Segmente der Kriechmasterkurve bei erhöhten isothermen Temperaturen unter sonstigen Belastungssituation der Masterkurve innerhalb begrenzten Prüfzeiten experimentell bestimmt und derartig in den Langzeitbereich verschoben, dass die Einzelsegmente in Deckung mit vorergehenden und nachfolgenden Segmente gebracht werden. Prüftemperaturen unterhalb der Referenztemperatur würden eine Verschiebung zu kürzeren Zeiten bedeuten und sind daher für die Darstellung des Langzeitbereiches nicht praktikabel. Das Ausmaß der zeitlichen Verschiebung kann sowohl empirisch, mit den Hauptaugenmerk auf eine möglichst homogenen Masterkurve wie auch numerisch durch die Ermittlung entsprechender Verschiebungsfaktoren in Abhängigkeit des gemessen Temperaturbereichs zur Temperatur des Glasüberganges des Matrixwerkstoffes durch die Ansätze von Arrhenius beziehungsweise Williams, Landel und Ferry bestimmt werden [56,65]. Alternativ dazu besteht die Möglichkeit die Verschiebungsfaktoren aus der Aktivierungsenergie der Glasübergangsrelaxation zu bestimmen, wozu der frequenzabhängige Verlauf der Glasübergangtemperatur, experimentell bestimmbar mittels dynamisch mechanischer Analyse, erforderlich ist [66].

In Abbildung 8.7 ist schematisch die Versuchsauswertung der TTS dargestellt, wobei die bei den Temperaturen T2 und T3 experimentell bestimmten Kriechsegmente das erste Kurvensegmente bei Referenztemperatur T1 in den Langzeitbereich erweitern und somit ein Abbild der Kriechmasterkurve bei Referenztemperatur T<sub>1</sub> unter der für alle Einzelversuche identen Prüfbelastung  $\sigma_1$  jedoch mit erweitertem Zeitbereich bildet. Für die Anwendbarkeit der TSS für Faserverbundbundwerkstoffe ist sicherzustellen, dass das Werkstoffsystem bedingt durch vorrangig eingesetzte duromere Matrixsystemen durch die Temperaturerhöhung keine Veränderung erfährt (Nachhärtung unterregierter Matrixwerkstoffe), sowie dass durch die geänderten Temperaturbedingungen Schädigungsprozesse innerhalb der Verbundwerkstoffmikrostruktur keine Änderungen erfahren. Des Weiteren ist die Bestimmung des Verschiebungsfaktors für die Begrenzung des Temperaturbereichs, in denen Verschiebungen stattfinden ausschlaggeben. Bei duromeren Matrixwerkstoffen mit Glasübergangstemperatur weit über der Raumtemperatur wird bei Raumtemperatur als Referenztemperatur üblicherweise der Ansatz von Arrhenius angewandt, welcher einen konstanten Verschiebungsfaktor liefert, wo jedoch die erste feststellbare Erweichungstemperatur im Glasübergang (T<sub>g-onset</sub>) die obere Temperaturgrenze bis zu derer Kriechkurven aufgenommen und anschließend verschoben werden können darstellt [62,66–68].



**Abbildung 8.7.:** Auswerteprinzip der TTS zur Erstellung der Kriechmasterkurve bei Temperatur T<sub>1</sub> und Spannung  $\sigma_1$  (nach [65]).

#### 8.3.2 Stepped isothermal method – SIM

Die SIM-Methode basiert auf den gleichen polymerphysikalischen Grundlagen wie die TTS, welches im Wesentlichen bedeutet, dass durch Kriechversuche bei erhöhter Temperaturen und limitierter Prüfzeit die langfristigen Kriecheigenschaften von Kunststoffen bei Temperaturen kleiner der Prüftemperatur dargestellt werden können. In Kombination mit dem Boltzmann-Superpositionsprinzip, welches beschreibt, dass die Gesamtverformung bei aufeinanderfolgenden Belastungsereignissen gleich der Summe der Verformung jedes einzelnen Lastereignisses ist, ist es möglich, durch einen fortlaufenden Versuch das langfristige Verformungsverhalten von Kunststoffen experimentell abzubilden [64,69]. Wie an der schematischen Kriechkurve in Abbildung 8.8a dargestellt, erfolgt die Versuchsdurchführung an einer einzelnen konstant belasteten Probe, welche während der Aufzeichnung der Kriechdeformation eine stufenweise Erhöhung der Prüftemperatur erfährt. Die aufgezeichnete Kriechkurve beinhaltet daher neben der zeitlichen Zunahme der Deformation aufgrund Werkstoffkriechens eine weitere Zunahme der Deformation aufgrund der erhöhten Beweglichkeit der molekularen Werkstoffstruktur bedingt durch die Temperaturerhöhung in den einzelnen Temperatursegmenten. Ausgehende von der durchgehenden Kriechkurve erfolgt nach Segmentierung nach der entsprechend Prüftemperatur und nach Korrektur der Längenänderung aufgrund thermischer Ausdehnung des Probekörpers (strichlierte Kriechdeformation in Abbildung 8.8a), eine Verschiebung der einzelnen Verformungssegment entlang der Zeitachse in einen virtuellen Startpunkt, welcher empirisch die Verformung bei vorhergehenden Temperaturstufen berücksichtigt und zu einer gleichförmigen Kriechmasterkurve mit zusammengehörigen Kurvensteigungen der aufeinanderfolgenden Deformationssegmente führt (Abbildung 8.8b). Nach logarithmieren der Zeitachse kann analog zur TTS die Kriechmasterkurve durch Verschiebung der bei höherer Temperatur aufgenommen Segmente in den Langzeitbereich gebildet werden (Abbildung 8.8c). Die Temperatur bei Versuchsstart wird dabei üblicherweise als Referenztemperatur herangezogen. Beginnend mit dem zugehörigen Kriechdeformationssegment dieser Referenztemperatur und den weiteren Kriechsegmenten der höheren Prüftemperaturen bilden diese die Kriechmasterkurve bei der konstant anliegender Prüfspannung und Referenztemperatur und mit ausgedehntem Zeitbereich [70,71]. Erfolgte die Entwicklung dieser Messmethode ursprünglich aufgrund der schnellen Werkstofferwärmung bei Temperaturwechsel innerhalb des Messablaufes für die Charakterisierung faserartiger Werkstoffe beziehungsweise Geotextilien und Geogitter, zeigte sich deren Anwendbarkeit auch für thermoplastische Kunststoffe wie auch für kurzfaserverstärkte technische Polymere [69– 76]. Die explizite Anwendung an Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe wurden bis dato in facheinschlägiger Literatur noch nicht abgebildet, die Verwendung bei sowohl diskontinuierlich faserverstärkten Verbundwerkstoffen wie auch die Anwendbarkeit an textilen Faserwerkstoffen eröffnet jedoch durchaus das Potential für die Einsatztauglichkeit an derartigen Verbundwerkstoffen.



**Abbildung 8.8.:** Auswerteprinzip der SIM zur Erstellung der Kriechmasterkurve bei Temperatur  $T_1$  und Spannung  $\sigma_1$  bestehend aus (a) Rohdatenkriechkurve, segmentiert und korrigiert um thermische Längenausdehnung (strichlierte Linie) (b) Kriechkurvensegmente bei virtuellem Versuchsstartpunkt (c) Segmentverschiebung bei logarithmischer Zeitachsenskalierung (nach [70]).

#### 8.3.3 Time stress superposition – TSS

Die TSS ist ein semi-empirischer Ansatz, der darauf beruht, dass lange statische Belastungszeiten zu einem Materialverhalten führen, welches dem Materialverhalten bei höheren statischen Belastungen und kürzeren Belastungszeiten ähnlich ist [51,65,77,78]. Ausgehend von experimentell ermittelten Kriechkurven bei konstanter Prüftemperatur und unterschiedlichen Prüflasten werden zunächst aus den zeitlich begrenzten Versuchsdaten spannungsinvariante jedoch zeitabhängige Darstellungsformen, wie etwa der Kriechmodul (Gleichung 8.1) oder die Kriechnachgiebigkeit D(t) (Gleichung 8.2) aus den zeitabhängigen Kriechdeformationskurven  $\varepsilon$  (t) und der zugehörigen Belastung  $\sigma$  rechnerisch ermittelt.

$$D(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma}$$
(8.2)

Folglich werden wie in Abbildung 8.9 exemplarisch für die Kriechnachgiebigkeit dargestellt, ausgehend von der bei der niedrigsten statischen Belastung ( $\sigma_1$ ) gemessenen zeitabhängigen Kriechfunktion, die weiteren Segmente der höheren statischen Lastniveaus ( $\sigma_2$  bis  $\sigma_n$ ) zur Erweiterung des experimentellen Zeitbereichs in den Langzeitbereich verschoben. Beginnend bei der niedrigsten statischen Belastung erhält man durch dieses Prüfkonzept den zeitabhängigen Verlauf des Kriechmoduls beziehungsweise der Kriechnachgiebigkeit bei der niedrigsten Spannung ( $\sigma_1$ ) mit erweitertem Zeitbereich und der verwendeten isothermen Prüftemperatur T<sub>1</sub> [35,31,79].

In eigenständiger Anwendung fand diese Messmethode nach ihrer Erstpublikation durch O'Shaughnessy [80] selten Verwendung und ist oftmalig in Kombination mit der TSS im Prinzip der Spannungs-Zeit-Temperatur Superposition (TTSS) in Verwendung, wie sie auch für kohlenstofffaserverstärkten Epoxidharzverbundwerkstoffen in den Ausführungen von Griffith et al. [67,81] ihre Anwendung fand. Zur umfangreichen Zeitbereichserweiterung werden dazu mehrerer Last beziehungsweise Temperaturniveaus kombiniert eingesetzt wobei diese Autoren explizit anmerkten, dass für die wahrheitsgetreue Abbildung langfristiger Materialeigenschaften ein unveränderlicher Werkstoffzustand innerhalb des zeitlich begrenzten experimentellen Betrachtungszeitraumes ausschlaggebend ist und dass Nachhärte- und Alterungseffekte die Abbildungstreue negativ beeinflussen [82].



**Abbildung 8.9.:** Auswerteprinzip der TSS zur Erstellung der Kriechmasterkurve bei Spannung  $\sigma_1$  und Temperatur T<sub>1</sub> (nach [51]).

#### 8.3.4 Stepped isostress method – SSM

Die SSM basiert auf denselben Grundlagen wie die TSS, diese wären, dass unter konstanten statischen Belastungsbedingungen zwischen der Höhe der Belastung und der Dauer der Belastung ein empirischer Zusammenhang im daraus resultierenden Verformungsverhalten besteht. Die Methode wird jedoch um die Aspekte des Boltzmann'schen Superpositionsprinzip erweitert, welches besagt, dass die Gesamtverformung nachfolgender Belastungsereignisse der Summe der Verformung der Einzelbelastungsereignisse entspricht. Die experimentelle Vorgehensweise zur Erweiterung zeitlich limitierter Kriechversuche kann mit dem Versuchsablauf der SIM verglichen werden, wo lediglich ein Probekörper in einem fortlaufenden Versuch zur Bestimmung der Kriecheigenschaften herangezogen wird, wobei bei dieser Methode die Prüftemperatur auf einem isothermen Niveau gehalten wird und die angelegte Prüfspannung bis zum endgültigen Materialversagen in einzelnen Laststufen erhöht wird. Aus dem fortlaufenden Versuch können wiederrum nach Korrektur spontanelastischer Verformungsanteile und der Startzeiten der laststufenabhängigen Einzelsegmente bei einer Zeitskalierung in logarithmischer Auftragung die Teilverformungsbereiche in den Langzeitbereich verschoben werden und so zur Erweiterung des Messbereiches bei Startspannungsniveau und Prüftemperatur beitragen. Ergänzend zur zeitabhängigen Kriechverformung kann durch diese Methode auch die Zeitstandfestigkeit bei Startspannungsniveau bestimmt werden [76,83–87]. Der detaillierte Ablauf der Versuchsdurchführen und deren zugehöriger Versuchsauswertung inklusive dem Ablauf zur Erstellung der Kriechmasterkurve ist in Teil V dieser Dissertation dargestellt und wird anhand eigens experimentell durchgeführter Kriechversuchen diskutiert. Diese Messmethode zur Bestimmung der Kriecheigenschaften von Faserverbundwerkstoffe ist eine äußerst junge Verwendungsform. Die Autoren Tanks et al. [84] bezeichnen ihre Publikation aus dem Jahr 2017 als die erste vollständige SSM Studie zur Charakterisierung von unidirektionalen kohlenstofffaserverstärkten Laminaten, deren experimentelle Ausführungen auf Versuchsdaten von Tanks et al. [83] basieren.

#### 8.3.5 Time temperature stress superposition – TTSS

Die TTSS kombiniert die beschleunigende Wirkung von Belastungserhöhung und Temperaturerhöhung auf experimentelle Kriechversuche, basierend auf den Grundsätzen der TTS und TSS. Experimentell aufgenommene Kriechkurven bei höheren Prüftemperaturoder höheren Prüfspannungsniveaus ermöglichen die Erweiterung limitierter Zeitbereiche von Kriechexperimenten bei Referenzbelastung und Referenztemperatur. Die aufeinanderfolge Ausführung beider Konzepte (TTS, TSS) ermöglicht eine Erweiterung in größere Zeitbereiche, wie schematisch in Abbildung 8.10 dargestellt [31,50,51,88–94].



**Abbildung 8.10.:** Versuchswege zur Erstellung einer Kriechmasterkurve bei Spannung  $\sigma_1$  und Temperatur T<sub>1</sub> über ausgedehnten Zeitbereich mittels TTSS (nach [51]).

Griffith et al. [67,81] nutzten diese beschleunigte Prüfmethode TTSS vergleichend zur Prüfmethoden TTS bei umfangreichen Untersuchungen an kohlenstofffaserverstärkten Epoxidharzverbundwerkstoffen mit Belastungen gleich (0°-Richtung) und ungleich (10°, 30°, 45°, 60°, 90° - Richtung) zur Faserorientierung. Die Autoren merken an, dass für einen erfolgreichen Einsatz der Methoden eine ausreichende Härtung des Matrixharzwerkstoffes und somit eine unveränderlicher Werkstoffzustand sicherzustellen ist.

#### 8.3.6 Stress rate accelerated creep rupture test – SRCR

Das im Rahmen der Forschungsaktivitäten rund um diese Dissertation von Gloggnitzer et al. [95] entwickelte Prüfverfahren, mit dem Namen spannungsratenbeschleunigte Zeitstandversuche (SRCR), basiert grundlegend auf dem Versuchsablauf modifizierter Zeitstandversuche zur beschleunigten Beschreibung der Werkstofffestigkeit unter statischer Belastung. Bei klassischen Zeitstandversuchen tritt mit zunehmender Belastungszeit eine Reduktion der Werkstofffestigkeit ein, welches sich auf viskoelastische Materialeffekte wie auch auf zeitabhängiges Versagen der Verbundwerkstoffmikrostruktur rückführen lässt, woraus ein Zusammenhang zwischen anliegenden Belastungshöhe und daraus festzustellender Versagenszeit resultiert, welches das grundlegende Messprinzip für diese vorliegende Prüfmethode bildet [18,96]. Analog zu klassischen Zeitstandversuchen erfolgt die Prüfkörperbelastung am Beginn der Versuchsdurchführung mit einem definierten Anfangsspannungsniveau in der Höhe der Initialspannung, gefolgt von einem Belastungssegment mit einer definierten Spannungsrate anstelle des statischen Belastungssegments klassischer Zeitstandversuche. Bei einer Versuchsserie mit aufeinanderfolgen Einzelversuchen, wie schematisch in Abbildung 8.11 anhand der zeitabhängigen Prüfkörperbelastungen dargestellt, resultieren aus derartigen Versuchsfolgen bei identer Initialspannungshöhe mit unterschiedlichen, jedoch während des Versuchs konstanten Spannungsraten Versagenszeiten mit zugehörigen Bruchfestigkeiten abhängig der Spannungsraten. Eine Extrapolation der Versagenspunkte in Richtung der Spannungsrate von 0 MPa/s ermöglicht somit die Bestimmung der Versagenszeit bei der statischen Belastungssituation eines klassischen Zeitstandversuches bei dem anfänglichen Initialspannungsniveau. Durch die Anwendung dieser Prüfmethode an unterschiedlichen Initialspannungsniveaus kann in beschleunigter weise das Zeitstandverhalten analog zu klassischen Zeitstandversuchen bei unterschiedlichen Lastniveaus charakterisiert werden. Die experimentelle Anwendung dieser Messmethode ist in Teil V angeführt.



log (Belastungszeit)

**Abbildung 8.11:** Schematische Darstellung des Belastungsablaufes für die beschleunigte Messmethode SRCR für 3 unterschiedliche Spannungsraten bei identer Initialspannung (nach [95]).

## 8.3.7 Ermüdungsversuche mit R-Verhältnis Variation

Diese beschleunigte Prüfmethode ist ebenso neuwertig in ihrer Anwendung für die Bestimmung von langfristigen Materialeigenschaften von Faserverbundwerkstoffen und basiert auf der Tatsache, dass bei einer Versuchsserie von zyklischen Ermüdungsversuchen bei gleichbleibender Oberspannung (Maximallast in der zyklischen Belastungsfolge) mit dem Anstieg des R-Verhältnisses, dem Verhältnis zwischen Minimal- und Maximalspannung, wie in Abbildung 8.12 dargestellt, auch die Versagenszeiten bis zum Bruch der Probe zunehmen. Daher ist es naheliegend aus einer Serie von experimentell ermittelten Versagenszeiten mit ansteigendem R-Verhältnis, die Versagenszeiten in Richtung R=1 zu extrapolieren, um über die beschleunigende Wirkung der zyklischen Ermüdungsbelastung die Versagenszeit bei einer statischen Belastungssituation unter konstanter Belastung in der Höhe der Oberspannung innerhalb beschränkter experimenteller Versuchszeiten zu bestimmen. Voraussetzung dafür ist jedoch, dass ablaufende Schädigungsprozesse gleiche Versagensmuster unter statischen und zyklischen Belastungsbedingungen aufweisen.

Eine ähnliche Herangehensweise verwendete Frank [97] in seiner Dissertation, welche auf dem Prüfkonzept von Lang et al. [98] basiert. Zur Lebensbauerabschätzung von thermoplastischen Kunststoffen wurden dazu jedoch bruchmechanische Prüfkonzepte verwendet, wobei die Extrapolation experimenteller Messdaten in Richtung der statischen Lastsituation nicht direkt an der finale Versagenszeit sondern an der Risswachstumsgeschwindigkeit versagenshervorrufender Risse angewandt wurde. Da bei Kunststoffen mit kontinuierlicher Faserverstärkung ohne definierten Anfangsdefekt von einer multiplen Rissinitiierung an undefinierter Position entlang des Probekörpers auszugehen ist, wurde für die Untersuchung der Anwendbarkeit dieses beschleunigten Prüfkonzepts die ultimative Versagenszeit als Vorhersageparameter gewählt. Der experimentelle Beitrag zu dieser Messmethode sowie die detaillierte Vorgehensweise zur Bestimmung der Versagenszeiten aus den Versuchsrohdaten ist wiederrum in Teil V dieser Dissertation dargestellt



Belastungszeit

**Abbildung 8.12:** Schematische Darstellung des Belastungsablaufes der Ermüdungsversuche mit R-Verhältnis Variation bei konstanter Oberspannung mit den R-Verhältnissen R=0,1; R=0,4; R=0,7 und der extrapolativ zu bestimmenden statischen Lastsituation R=1.

# 8.4 Beispiele der Anwendbarkeit beschleunigter Prüfkonzepte für polymere Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe

Die im Folgenden beispielhaft dargestellten Publikationen zeigen die zuvor exemplarisch beschriebenen beschleunigten Prüfmethoden für die Charakterisierung der langfristigen Materialeigenschaften von Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen anhand unterschiedlicher Werkstoffkomponenten und Werkstoffaufbauten wie auch anhand Verbundwerkstoffkomponenten in Rohform und zeigen somit entgegen den Limitationen des Zeit-Temperatur-Superpositionsprinzips und dem Boltzmann'schen Superpositionsprinzips ihre Anwendbarkeit auch für mehrkomponentigen Werkstoffen im Lastbereich bis zur quasistatischen Kurzzeitfestigkeit.

Die Anwendbarkeit der TTS für Faserverbundwerkstoffe zeigten Goertzen und Kessler [66] anhand der Darstellung des langfristigen Materialverhaltens von bidirektional carbonfaserverstärkten zwei-komponenten Epoxidharz unter Biegebelastung, wobei der Glasübergang des Matrixwerkstoffes die Limitation des Temperaturbereiches bis zu dem eine Verschiebung durchgeführt wurde darstellt.

Meier et al. [62] nutzten ebenso die TTS zur Darstellung des langfristigen Kriechmoduls von glasmattenverstärktem ungesättigtem Polyesterharz über ausgedehnte Zeitbereiche hinweg und klassifizierten die Prüfmethode anhand vergleichender experimenteller Kriechdaten aus Langzeitversuchen (19 Jahre Prüfzeit) als geeignetes Werkzeug für die Vorhersage des Langzeitverhaltens in Forschungs- und Entwicklungsaufgaben.

Daugste [79] verglich die Eignung der TTS und TSS zur Langzeitcharakterisierung eines glasfaserverstärkten Epoxy-Phenol-Kunststoffes unter Zugbeanspruchung, 45° zur Faserrichtung, und stellte fest, dass durch die Kombination beider Methoden größere Vorhersagebereiche in Richtung Langzeitbereich möglich sind.

Amiri et al. [99] führten unter der Verwendung der TTS Untersuchungen an naturfaserverstärktem Vinylesterharz durch und stellten fest, dass Kriechversuche für 10 Minuten bei 100 °C das Werkstoffverhalten bei 30 °C in 20 Jahren repräsentieren.

Alwis und Burgoyne nutzen sowohl die TTS [100], wie auch die SIM [71] bei der beschleunigten Prüfung von Aramidfasern unter konstanter Zugbelastung, wobei bei der durchgeführten Ergebnisauswertung Variationen im Betrag der Horizontalverschiebung entlang der Zeitachse zu Korrelationsdefiziten zwischen den ermittelten Kriechmasterkurven und konventionell bestimmten Kriechversuchsergebnissen führten.

Giannopoulos und Burgoyne [73,74,85,86,101,102] nutzen zur beschleunigten Werkstoffcharakterisierung ebenfalls von Aramidfasern die Prüfmethoden SSM und SIM und zeigten, dass die Korrelation zu konventionell ermittelten Kriechkurven sowohl Lastabhängig, wie auch Abhängig von der Fasertype ist. Aus den Versuchsdaten bestimmte Zeitstandfestigkeiten zeigten unter Berücksichtigung einer gewissen Streubreite vergleichbare langfristige Materialeigenschaften und eine lineare Abhängigkeit zwischen Versagensspannung und Versagenszeit, bei logarithmischer Skalierung der Zeitachse.

Tanks et al. [84,83] nutzen die auf erhöhter Prüfspannung basierenden Methoden TSS und SSM zur Beschreibung des Kriechverhaltens kohlenstofffaserverstärkter Epoxidharzlaminate bei Belastung unter 90 ° zur Faserrichtung und zeigten anhand beschleunigt bestimmter Kriechkurven und daraus resultierender Zeitstandfestigkeiten die Praktikabilität der angewandten Prüfmethoden im Vergleich zu konventionellen Prüfergebnissen.

# 9 Literatur

- G. W. Ehrenstein, Faserverbund-Kunststoffe, Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften, Hanser, München, 2006.
- [2] H. Schürmann, Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden, Springer, Berlin, Heidelberg, New York, NY, 2007.
- [3] M. Flemming,S. Roth, Faserverbundbauweisen, Eigenschaften ; mechanische, konstruktive, thermische, elektrische, ökologische, wirtschaftliche Aspekte, Springer, Berlin, 2003.
- [4] F. Henning, K. Drechsler, L. Chatzigeorgiou in F. Henning, E. Moeller (eds.), Handbuch Leichtbau: Methoden, Werkstoffe, Fertigung, München, pp. 337–392, 2011.
- [5] AVK–Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e. V., Handbuch Faserverbundkunststoffe, Grundlagen, Verarbeitung, Anwendungen ; mit 46 Tabellen, Springer Vieweg, Wiesbaden, 2014.
- [6] B. Haspel, Werkstoffanalytische Betrachtung der Eigenschaften von mittels neuartiger RTM-Fertigungsprozesse hergestellten glasfaserverstärkten Polymerverbunden, KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2015.
- [7] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2012.
- [8] J. Karger-Kocsis in M. Neitzel, P. Mitschang, U. Breuer (eds.), Handbuch Verbundwerkstoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung, München, pp. 31–71, **2014**.
- [9] M. Bonnet, *Kunststoffe in der Ingenieuranwendung, Verstehen und zuverlässig auswählen*, Vieweg + Teubner, Wiesbaden, **2009**.
- [10] M. Flemming, G. Ziegmann, S. Roth, *Faserverbundbauweisen, Halbzeuge und Bauweisen*, Springer, Berlin [u.a.], **1996**.
- [11] R. Rieser. *Master Thesis*, Montanuniversität Leoben, Leoben, **2016**.
- [12] K. Drechsler. Textiltechnik und Flugzeugbau, Wechselwirkungen, Jahrbuch aus Lehre und Forschung der Universität Stuttgart, 41 **2004**.

- [13] R. Lässig, M. Eisenhut, A. Mathias, R. T. Schulte, F. Peters, T. Kühmann et al., Serienproduktion von hochfesten Faserverbundbauteilen, Perspektiven für den deutschen Maschinen- und Anlagenbau, 2012.
- [14] J. C. Seferis, L. Nicolais (eds.), *The Role of the Polymeric Matrix in the Processing and Structural Properties Composite Materials*, Springer US, Boston, MA, **1983**.
- [15] M. Flemming, G. Ziegmann,S. Roth, Faserverbundbauweisen, Fasern und matrices, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1995.
- [16] R. Barnes, H. N. Garden in L. Hollaway, M. B. Leeming (eds.), Strengthening of reinforced concrete structures: Using externally-bonded FRP composites in structural and civil engineering, Boca Raton, FL, Cambridge, England, pp. 183–221, 1999.
- [17] A. Kauffmann in F. Henning, E. Moeller (eds.), Handbuch Leichtbau: Methoden, Werkstoffe, Fertigung, München, pp. 313–335, 2011.
- [18] G. W. Ehrenstein, S. Pongratz, Beständigkeit von Kunststoffen, Hanser, München, 2007.
- [19] A. Moser. *Dissertation*, Montanuniversität Leoben, Leoben, 2017.
- [20] J. K. Fink, *Reactive polymers fundamentals and applications, A concise guide to industrial polymers*, William Andrew; Elsevier Health Sciences [distributor], Norwich, N.Y., London, 2013.
- [21] H. W. Bergmann, Konstruktionsgrundlagen f
  ür Faserverbundbauteile, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, s.l., 1992.
- [22] C. Freudenberg in C. Cherif (ed.), *Textile Werkstoffe für den Leichtbau: Techniken Verfahren Materialien Eigenschaften, Berlin, Heidelberg*, pp. 39–109, **2011**.
- [23] U. Breuer, J. Schlimbach, M. Neitzel in M. Neitzel, P. Mitschang, U. Breuer (eds.), Handbuch Verbundwerkstoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung, München, pp. 3– 14, 2014.
- [24] E. Witten, A. Schuster. Der Composites-Markt Europa: Marktentwicklungen, Herausforderungen und Chancen 2016.
- [25] H. Hagen, Glasfaserverstärkte Kunststoffe, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1956.

- [26] P. H. Selden (ed.), *Glasfaserverstärkte Kunststoffe*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, **1967**.
- [27] S. Matthys in M. Zoghi (ed.), *The international handbook of FRP composites in civil engineering*, *Boca Raton*, pp. 359–388, **2013**.
- [28] J. Brunbauer. Dissertation, Montanuniversität Leoben, Leoben, 2015.
- [29] G. Ehrenstein, *Polymer-Werkstoffe, Struktur ; Eigenschaften ; Anwendung*, Carl Hanser Fachbuchverlag, s.l., **2011**.
- [30] A. S. Maxwell, W. R. Broughton, G. Dean,G. D. Sims, Review of accelerated ageing methods and lifetime prediction techniques for polymeric materials, NPL Report, Teddington, 2005.
- [31] G. C. Papanicolaou, S. P. Zaoutsos in R. M. Guedes (ed.), *Creep and fatigue in polymer matrix composites, Oxford*, pp. 3–47, **2011**.
- [32] G. Pilz. Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, Leoben, 1995.
- [33] B. Sarabi. PhD thesis, Universität Gesamthochschule Kassel, Kassel, 1984.
- [34] F. R. Schwarzl, *Polymermechanik, Struktur und mechanisches verhalten von polymeren,* Springer, [S.I.], **2012**.
- [35] H. F. Brinson, L. C. Brinson, *Polymer Engineering Science and Viscoelasticity, An Introduction*, Springer US, Boston, MA, s.l., **2015**.
- [36] H. Käufer, Arbeiten mit Kunststoffen, Band 1: Aufbau und Eigenschaften, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1978.
- [37] L. W. McKeen, *The Effect of Creep and Other Time Related Factors on Plastics and Elastomers*, Elsevier Science, Burlington, **2009**.
- [38] M. T. Shaw, W. J. MacKnight, Introduction to polymer viscoelasticity, Wiley-Interscience, Hoboken, N.J, 2005.
- [39] W. N. Findley, J. S. Lai,K. Onaran, Creep and Relaxation of Nonlinear Viscoelastic Materials, Dover Publications, New York, 1976.
- [40] P. K. Mallick, Fiber-reinforced composites, Materials, manufacturing, and design, CRC Press, Boca Raton, FL, 2008.

- [41] D. W. Scott, J. S. Lai, A.-H. Zureick. Creep Behavior of Fiber-Reinforced Polymeric Composites: A Review of the Technical Literature, *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 14, 588 1995.
- [42] A. R. Hutchinson, J. Quinn in L. Hollaway, M. B. Leeming (eds.), Strengthening of reinforced concrete structures: Using externally-bonded FRP composites in structural and civil engineering, Boca Raton, FL, Cambridge, England, pp. 46–82, 1999.
- [43] K. Moser, Faser-Kunststoff-Verbund, Entwurfs- und Berechnungsgrundlagen, Springer, Berlin, **1992**.
- [44] VDI 2014 Blatt 1, Entwicklung von Bauteilen aus Faser-Kunststoff-Verbund; Grundlagen.
- [45] T. R. Bott, A. J. Barker. Creep in Glass Fiber Reinforced Plastics, *Industrial & Engineering Chemistry* 7, 46 **1967**.
- [46] L. C. Brinson, T. S. Gates. Effects of physical aging on long term creep of polymers and polymer matrix composites, *International Journal of Solids and Structures* 6, 827 **1995**.
- [47] R. Rafiee, B. Mazhari. Modeling creep in polymeric composites, International Journal of Mechanical Sciences, 112 2015.
- [48] T. Miyake in R. M. Guedes (ed.), Creep and fatigue in polymer matrix composites, Oxford, pp. 149–183, 2011.
- [49] G. C. Papanicolaou, S. P. Zaoutsos, E. A. Kontou. Fiber orientation dependence of continuous carbon/epoxy composites nonlinear viscoelastic behavior, *Composites Science and Technology* 16, 2535 2004.
- [50] L. S. Lee in V. M. Karbhari (ed.), Durability of composites for civil structural applications, Cambridge, 2007, pp. 150–169.
- [51] H. F. Brinson, L. C. Brinson, *Polymer engineering science and viscoelasticity, An introduction*, Springer, New York, **2008**.
- [52] B. Abdel-Magid, S. Ziaee, K. Gass, M. Schneider. The combined effects of load, moisture and temperature on the properties of E-glass/epoxy composites, *Composite Structures* 3-4, 320 2005.

- [53] J.-F. Jansson, H. Sundström in J. C. Seferis, L. Nicolais (eds.), The Role of the Polymeric Matrix in the Processing and Structural Properties Composite Materials, Boston, MA, pp. 397–406, 1983.
- [54] A. Asadi, J. Raghavan. Model for prediction of simultaneous time-dependent damage evolution in multiple plies of multidirectional polymer composite laminates and its influence on creep, *Composites Part B: Engineering*, 359 **2015**.
- [55] T. Gates, On the Use of Accelerated Test Methods for Characterization of Advanced Composite Materials, **2003**.
- [56] W. Grellmann, S. Seidler, *Kunststoffprüfung*, Hanser, München, **2011**.
- [57] C. Bierögel, W. Grellmann in K.-F. Arndt, M. D. Lechner (eds.), Polymer Solids and Polymer Melts–Mechanical and Thermomechanical Properties of Polymers, Berlin, Heidelberg, 2014.
- [58] R. Bürgel, H. A. Richard, A. Riemer, Werkstoffmechanik, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2014.
- [59] S. Gloggnitzer, P. Guttmann, presented at ECCM 17, Munich, June 26-30, 2016.
- [60] C. Dallner, G. W. Ehrenstein. Thermische Einsatzgrenzen von Kunststoffen, Zeitschrift Kunststofftechnik / Journal of Plastics Technologies 3, 1 **2006**.
- [61] W. B. Nelson, Accelerated Testing, Statistical Models, Test Plans, and Data Analysis, John Wiley & Sons Inc, Hoboken, 2004.
- [62] U. Meier, G. P. Terrasi, J. Gao, *The 7th International Conference on FRP Composites in Civil Engineering*, **2014**.
- [63] G. Pilz. *Dissertation*, Montanuniversität Leoben, Leoben, **2001**.
- [64] J. D. Ferry, Viscoelastic properties of polymers, Wiley, New York, 1980.
- [65] T. Naumann. *PhD thesis,* Universität des Saarlandes, Saarbrücken, **2012**.
- [66] W. K. Goertzen, M. R. Kessler. Creep behavior of carbon fiber/epoxy matrix composites, Materials Science and Engineering: A 1-2, 217 2006.
- [67] W. I. Griffith, D. H. Morris, H. F. Brinson. Accelerated characterization of graphite/epoxy composites 1980.

- [68] A. Moser. *Masterarbeit*, Montanuniversität Leoben, Leoben, **2013**.
- [69] S.-S. Yeo, Hsuan Y. G. in J. W. Martin, J. Chin, R. A. Dickie, R. A. Ryntz (eds.), *Service Life Prediction of Polymeric Materials: Global Perspectives, Boston, MA*, **2009**.
- [70] F. Achereiner, K. Engelsing, M. Bastian, P. Heidemeyer. Accelerated creep testing of polymers using the stepped isothermal method, *Polymer Testing* 3, 447 **2013**.
- [71] K. G. N. C. Alwis, C. J. Burgoyne. Accelerated creep testing for aramid fibres using the stepped isothermal method, *Journal of Materials Science* 14, 4789 **2008**.
- [72] F. Achereiner, K. Engelsing, M. Bastian in W. Grellmann, B. Langer (eds.), *Deformation* and Fracture Behaviour of Polymer Materials, Cham, s.l., pp. 389–402, **2017**.
- [73] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne, presented at 5th International Conference on Advanced Composite Materials in Bridges and Bridges and Structures (ACMBS-V), Winnipeg, Manitoba, Canada, 2008.
- [74] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne. Accelerated and real-time creep and creep-rupture results for aramid fibers, *Journal of Applied Polymer Science* 5, 3856 **2012**.
- [75] P. Guttmann, G. Pilz in W. Grellmann, B. Langer (eds.), *Deformation and Fracture Behaviour of Polymer Materials, Cham, s.l.*,pp. 377–388, **2017**.
- [76] M. Hadid, B. Guerira, M. Bahri, A. Zouani. Assessment of the stepped isostress method in the prediction of long term creep of thermoplastics, *Polymer Testing*, 113 **2014**.
- [77] O. Starkova, J. Yang, Z. Zhang. Application of time–stress superposition to nonlinear creep of polyamide 66 filled with nanoparticles of various sizes, *Composites Science and Technology* 13, 2691 2007.
- [78] Y. S. Urzhumtsev, R. D. Maksimov. Multiparametric prediction of the creep of polymer materials, *Polymer Mechanics* 3, 357 **1973**.
- [79] C. L. Daugste. Joint application of time-temperature and time-stress analogies to constructing unified curves, *Polymer Mechanics* 3, 359 **1975**.
- [80] M. T. O'Shaughnessy. An Experimental Study of the Creep of Rayon, *Textile Research Journal* 5, 263 **1948**.
- [81] W. I. Griffith, D. H. Morris, H. F. Brinson. The Accelerated Characterization of Viscoelastic Composite Materials 1980.

- [82] A. Akinay. Long-term service performance of polymeric materials from short-term tests, Polymer 10, 4527 2001.
- [83] J. D. Tanks, K. E. Rader, Sharp S. R. in C. Ralph, M. Silberstein, P. R. Thakre, R. Singh (eds.), *Mechanics of composite and multi-functional materials, Cham, Heidelberg, New York*, pp. 397–404, **2016**.
- [84] J. Tanks, K. Rader, S. Sharp, T. Sakai. Accelerated creep and creep-rupture testing of transverse unidirectional carbon/epoxy lamina based on the stepped isostress method, *Composite Structures*, 455 2017.
- [85] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne. Prediction of the long-term behaviour of high modulus fibres using the stepped isostress method (SSM), *Journal of Materials Science* 24, 7660 2011.
- [86] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne, presented at FRPRCS-9, Sydney, July 13 15 2009, 2009.
- [87] R. M. Guedes. A systematic methodology for creep master curve construction using the stepped isostress method (SSM), *Mechanics of Time-Dependent Materials* 1, 79 **2018**.
- [88] H. F. Brinson in J. T. Pindera (ed.), New physical trends in experimental mechanics, Wien, New York, pp. 1–70, 1981.
- [89] D. A. Dillard, M. R. Straight, H. F. Brinson. The nonlinear viscoelastic characterization of graphite/epoxy composites, *Polymer Engineering and Science* 2, 116 1987.
- [90] F.-C. Chang, F. Lam, J. F. Kadla. Application of time-temperature-stress superposition on creep of wood-plastic composites, *Mechanics of Time-Dependent Materials* 3, 427 2013.
- [91] W. Luo, C. Wang, X. Hu, T. Yang. Long-term creep assessment of viscoelastic polymer by time-temperature-stress superposition, *Acta Mechanica Solida Sinica* 6, 571 **2012**.
- [92] V. S. Chevali, D. R. Dean, G. M. Janowski. Flexural creep behavior of discontinuous thermoplastic composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 6-7, 870 2009.
- [93] S. Jazouli, W. Luo, F. Bremand, T. Vu-Khanh. Application of time–stress equivalence to nonlinear creep of polycarbonate, *Polymer Testing* 4, 463 **2005**.

- [94] C. Ma, N. H. Tai, S. H. Wu, S. H. Lin, J. F. Wu, J. M. Lin. Creep behavior of carbon-fiberreinforced polyetheretherketone (PEEK) [ ±45]4s laminated composites (I), *Composites Part B: Engineering* 4, 407 **1997**.
- [95] S. Gloggnitzer, P. Guttmann, G. Pinter, *Proceeding ECCM18 18th European Conference* on Composite Materials, **2018**.
- [96] VDI 2014 Blatt 3, Entwicklung von Bauteilen aus Faser-Kunststoff-Verbund -Berechnungen.
- [97] A. Frank. Disseration, Montanuniversität Leoben, Leoben, 2010.
- [98] R. Lang, G. Pinter, W. Balika. Konzept zur Nachweisführung für Nutzungsdauer und Sicherheit von PE-Druckrohren bei beliebiger Einbausituation, *3R international* 1 **2005**.
- [99] A. Amiri, N. Hosseini, C. A. Ulven. Long-Term Creep Behavior of Flax/Vinyl Ester Composites Using Time-Temperature Superposition Principle, Journal of Renewable Materials 3, 224 2015.
- [100] K. G. N. C. Alwis, C. J. Burgoyne. Time-Temperature Superposition to Determine the Stress-Rupture of Aramid Fibres, *Applied Composite Materials* 4, 249 **2006**.
- [101] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne. Creep and strength retention of aramid fibers, *Journal of Applied Polymer Science* 1, 91 **2012**.
- [102] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne. Stress limits for aramid fibres, *Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Structures and Buildings* 4, 221 **2009**.

TEIL III:

HERSTELLUNG UND CHARAKTERISIERUNG POLYMERER FASERVER-

BUNDWERKSTOFFE
### 10 Einleitung

Für die Charakterisierung der mechanischen Langzeiteigenschaften kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe sowie für die Entwicklung und Verifikation beschleunigter Prüfmethoden sind Prüfkörper basierend auf Prüfwerkstoffen mit optimaler reproduzierbarer Qualität unumgänglich. Variierende Faserorientierungen bei sonstig vergleichbarem Werkstoffaufbau bieten die Möglichkeit, den Einfluss der Faserorientierung auf das langfristige mechanische Werkstoffverhalten unter statischen Lasten systematisch zu untersuchen. Die Validierung beschleunigter Werkstoffcharakterisierungsprozesse anhand winkelvariant aufgebauter Verbundwerkstoffe dient zur Bildung eines Grundverständnisses für die Anwendbarkeit derartiger Konzepte bei anwendungsspezifischen Laminataufbauten, aufgebaut aus kontinuierlich faserverstärkten Verbundwerkstoffen. Aus dieses Gründen wird im diesem Abschnitt die Herstellung faserwinkelvarianter glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe im symmetrischen Winkelverbund aus unidirektional gerichtetem Glasfasergewebe in Kombination mit einem duromeren Reaktionsharzsystem als Matrixkomponente im Nasspressverfahren dargestellt.

Die anschließende Basischarakterisierung des mechanischen Eigenschaftsprofils umfasst die Bestimmung der Zugeigenschaften im uniaxialen Zugversuch in Abhängigkeit der Faserwinkelausrichtungen und der Prüfgeschwindigkeit sowie die Bestimmung der jeweiligen Materialsteifigkeiten in Form des Speichermoduls in Abhängigkeit der Temperatur und Winkelausrichtung der Verstärkungsfasern mittels dynamischer mechanischer Analyse (DMA).

### 11 Herstellung polymerer Verbundwerkstoffe

#### 11.1 Werkstoffkomponenten

Für die Herstellung faserwinkelvarianter Versuchsplatten wurde unidirektionales Glasfasergewebe aus E-Glas mit einem Flächengewicht von 220 g/m<sup>2</sup> des Vertriebspartners Lange+Ritter GmbH (Gerlingen, D) verwendet (Hersteller: Porcher Industries Germany GmbH, Erbach, D; Finish: FK-144). Wie in Abbildung 11.1 ersichtlich, zeigt diese Art der Textilverstärkung ein starkes Ungleichgewicht zwischen Kett- und Schussfäden wobei durch die signifikante Übergewichtung der Kettfäden, welche ohne Ondulationen im Gewebe verlaufen, diese Faserverstärkung als unidirektionale Faserverstärkung angesehen werden kann [1,2]. Als Matrixwerkstoff diente das Reaktionsharzsystem auf Epxidharzbasis EPIKOTE<sup>™</sup> Resin MGS<sup>™</sup> LR160 in Verbindung mit der Härtungskomponente EPIKURE<sup>™</sup> Curing Agent MGS LH160 der Herstellers Hexion Inc. (Columbus, USA).



Abbildung 11.1: Schematische Darstellung eines unidirektionalen Glasfasergewebes [3].

### 11.2 Laminataufbau

Anhand der trockenen Textilverstärkung wurde die in Tabelle 11.1 dargestellten Stapelaufbauten realisiert, worin durch Indexangabe die Anzahl der direkt aufeinanderfolgender Verstärkungslagen mit gleichem Faserwinkel (zum Beispiel: 6 Lagen mit Faserrichtung 0°: 0<sub>6</sub>) sowie die symmetrische Faserausrichtung der Einzellagen zur Mitteleben des Stapelaufbaus ([]<sub>s</sub>) gekennzeichnet ist [4]. In nachfolgenden Prozessschritten wurden diese Aufbauten zur Herstellung kontinuierlich faserverstärkter Laminatplatten mit winkelvarianter Faserorientierung verwendet. Alle Laminataufbauten bestehen aus zwölf, um die Mittelebene symmetrisch angeordneten Einzelschichten, welche im ausgeglichenem Winkelverbund (engl.: angle ply laminate) zueinander angeordnet sind. Die Laminataufbauten 0° und 90° stellen dabei das Extremum der Winkelaufbauten mit nur einer unidirektionalen Verstärkungsrichtung dar.

	1					
Bezeichnung	Lagenanzahl	Stapelaufbau				
0 °	12	[0 <sub>6</sub> ] <sub>s</sub>				
± 30 °	12	[+30 -30 +30 -30 +30 -30] <sub>s</sub>				
± 45 °	12	[+45 -45 +45 -45 +45 -45]s				
± 60 °	12	[+60 -60 +60 -60 +60 -60]s				
90 °	12	[90 <sub>6</sub> ] <sub>s</sub>				

Tabelle 11.1:Bezeichnung, Gesamtlagenanzahl und Stapelaufbau der verwendeten Laminat-<br/>aufbauten.

# 11.3 Herstellung winkelvarianter Faserverbundwerkstoffplatten

### 11.3.1 Herstellung textiler Faserstapel

Anhand des vorhergehend festgelegten Stapelaufbaues wurde unter Zuhilfenahme des Digitalcutters G3 der Firma Zünd Systemtechnik AG (Altstätten, CH) das beschriebene trockene Glasfasergewebe, vorliegend als endlose Rollenware, auf eine Länge von 110 cm abgelängt, entsprechend der geforderter Winkelausrichtung auf dem Arbeitstisch des Digitalcutters abgelegt und mittels Klebeband in der Position fixiert. Zur Manipulation des trockenen Textilgewebes wurden die Enden der Gewebebahn zwischen Aluminium Profilleisten geklemmt, wodurch ein möglichst geringer Verzug des Gewebes und eine optimale Winkelausrichtung auf dem Arbeitstisch bewerkstelligt werden konnte. Diese Arbeitsschritte wurden bis zum Erreichen der geforderten Anzahl ein Einzelschichten wiederholt und ist in Abbildung 11.2 am Beispiel des Laminates  $\pm$  30 ° ersichtlich. Folgend wurde der Stapelaufbau mittels Polymerfolie und Unterdruck auf dem Arbeitstisch fixiert und durch ein rotierendes Schneidrad auf das gewünschte Faserstapelformat in der Größe von 76 cm x 70 cm beschnitten (Abbildung 11.3). Exemplarisch ist der für die weiteren Prozessschritte fertiggestellte Textilstapel des Laminates  $\pm$  60 ° in Abbildung 11.4 dargestellt.



Abbildung 11.2: Stapelaufbau des textilen Glasfasergewebes auf dem Arbeitstisch.



Abbildung 11.3: Zuschnitt des Stapelaufbaues.



Abbildung 11.4: Finaler Textilstapel des Laminates ± 60 °.

# 11.3.2 Pressequipment

Zur Weiterverarbeitung der trockenen Textilfaserstapel polymeren zu Faserverbundwerkstoffplatten wurde das Verarbeitungsverfahren des Nasspressens verwenden [5,6]. Als Presse diente eine Composite Presse Type 3500 S der WICKERT Maschinenbau GmbH (Landau in der Pfalz, D), ausgerüstet mit Vakuumglocke und temperierbaren Aufspannflächen (Abbildung 11.5). Als Werkzeug zur Herstellung der Verbundwerkstoffplatten dienten auf dem Pressentisch aufgespannte polierte Edelstahlplatten, welche ringsum mit einem hochelastischen Vakuumdichtband (engl. tacky tape) versehen waren. Zur Gewährleistung einer einheitlichen Laminatdicke wurden in den Randbereichen der aufgespannten Edelstahlformplatten Distanzleisten aus Aluminium mit einer Dicke von 2 mm eingelegt, wodurch der Pressenhub im Pressprozess begrenzt wurde. Als

Trenneben zwischen Edelstahlformplatten und Fertiglaminat dienten oben und unten Polyimidfolien (Markennamen: Kapton-Folie, DuPont de Nemours (Deutschland) GmbH, Neu-Isenburg, D) welche vor dem Einbringen des Textilstapels auf die Formplatten aufgelegt und fixiert wurden.



Abbildung 11.5: Arbeitsbereich der Composite Presse mit aufgespannten Edelstahlformplatten.

### 11.3.3 Faserimprägnierung

Als nächster Prozessschritt erfolgte die Faserimprägnierung, welche direkt im Arbeitsbereich der Composite-Presse stattfand. Hierzu wurde der hergestellte Textilfaserstapel auf die vorbereiteten Edelstahlformplatten transferiert (Abbildung 11.6 a), die erforderliche Harzmenge für die Imprägnierung wurde entsprechend Herstellerangaben mit der Härtungskomponente versetzt, homogenisiert und manuell, in mäanderförmigen Bahnen auf den Textilfaserstapel aufgebracht (Abbildung 11.6 b). Eine Vortemperierung des Faserstapels auf 60 ° C führte zu einer Reduktion der Harzviskosität, welches die Imprägnierung des Textilfaserstapels mittel geeignetem Werkzeug (Pinsel beziehungsweise Rolle) deutlich vereinfachte. Bei

vollständiger Durchimprägnierung des Textilstapels, ersichtlich in Abbildung 11.6 c, lässt der Laminataufbau den braunen Farbton der unteren Polyimidfolie durchscheinen.



b)

a)



**Abbildung 11.6:** Imprägnierprozess des trockenen Glasfaserstapels mit a) trockenem Faserstapel, b) aufgebrachtem Imprägnierharz und c) durchimprägniertem Textilfaserstapel.

### 11.3.4 Nasspressen

Nach einbringen der Verbundwerkstoffkomponenten in den Arbeitsbereich der Presse Edelstahlformplatten die erfolgte zwischen den Laminatherstellung mittels Nasspressprozess. Die dazu verwendeten Prozessparameter und der Prozessablauf sind grafisch in Abbildung 11.7 dargestellt. Nach einer Vorpositionierung der oberen Formplatte auf einen Plattenabstand von 5 mm wurden unter Verwendung der Vakuumglocke das Presswerkzeug und somit auch die Verbundwerkstoffkomponenten entlüftet. Nach Erreichen eines relativen Unterdrucks von -0,95 bar erfolgte das Verpressen des Verbundwerkstoffaufbaues zu einem einheitlichen Laminat konstanter Dicke durch stufenweise Erhöhung der Presskraft auf 100 kN, 200 kN und schließlich 300 kN mit jeweiligen Setzzeiten von einer Minute. Bei der stufenweisen Erhöhung der Presskraft konnte eine sukzessive Kompaktierung des Laminataufbaues festgestellt werden, wobei der Werkzeugabstand durch die verwendeten Aluminium Distanzleisten bei einem Plattenabstand der Edelstahlformplatten in der Höhe von 2 mm begrenzt wurde. Nach erfolgreicher Kompaktierung des Laminataufbaues wurde das angelegte Vakuum entfernt und der gesamte Laminataufbau mittels der beheizbaren Aufspannplatten auf die Aushärtetemperatur von 80 °C erwärmt und für die Aushärtezeit von 3 h in diesem Zustand belassen. Geringfügige Abweichungen der Presskraft aufgrund thermischer Ausdehnungen der Werkzeugkomponenten beziehungsweise aufgrund des Harzaustriebs aus dem Laminataufbau wurden manuell nachgeregelt.



**Abbildung 11.7:** Prozessparameter Temperatur, Werkzeugabstand, Presskraft und relatives Vakuum des angewandten Nasspressprozesses.

### 11.3.5 Optische Beurteilung und Nachbearbeitung

Als finaler Schritt der Plattenfertigung erfolgte nach dem Ausformen der glasfaserverstärkten Laminatplatten mit winkelvarianter Faserorientierung eine optische Beurteilung der Plattenqualität. Mit Blick auf offensichtliche Lufteinschlüsse, trockene Faserbereiche und Verschiebungen der Verstärkungsfasern wurden die Platten, wie in Abbildung 11.8 dargestellt, im Durchlichtverfahren optisch kontrolliert. Nach der Beurteilung des Faserwinkels mit einfachen geometrischen Hilfsmitteln (Geodreieck, Lineal und Maßstab) wurden die hergestellten Platten gemäß angeben des Harzherstellers in waagrechter Position für 15 h bei 80 °C getempert, wobei die erreichten Härtungsqualitäten des Matrixharzsystems nicht explizit untersucht wurden. Mit dem finalen Beschnitt der äußeren Plattenkontur wurden diese für die weiteren Charakterisierungsmethoden herangezogen.



Abbildung 11.8: Optische Kontrolle der Plattenqualität im Durchlichtverfahren.

# 12 Basischarakterisierung

# 12.1 Experimentelles

# 12.1.1 Zugversuch

Zur Charakterisierung der mechanischen Basiseigenschaften unter Zugbelastung wurde der quasistatische Zugversuch in Anlehnung an die Prüfnormen ISO 527-4 und ISO 527-5 durchgeführt. Aus den hergestellten Verbundwerkstoffplatten mit winkelvarianter Faserorientierung wurden Flachproben mit Aufleimer mit genormten geometrischen Abmessungen (Länge 250 mm, Breite bei Laminataufbau 0 ° 15 mm, Breite für alle anderen Laminataufbauten 25 mm) gefertigt. Als Prüfmaschine diente eine Universalprüfmaschine des Typs Zwick Z250 (Ulm, D), ausgerüstet mit mechanischen Keilprobenhaltern und einer 250 kN Kraftmessdose. An mindestens 5 Prüfkörpern aller Laminataufbauten wurde der Versuch bis zum Bruch der Probe bei einer konstanten Prüfgeschwindigkeit in der Höhe von 2 mm/min durchgeführt, wobei zur Ermittlung der Prüfkörperverformung und der daraus resultierenden Längs- und Querdehnung das Bildkorrelationssystem Aramis 4M der Firma GOM GmbH (Braunschweig, D) verwendet wurde. Ergänzend dazu wurden an den ausgewählten Laminaten 0 °,  $\pm$  45 ° und 90 ° zur Untersuchung der Abhängigkeit der Materialeigenschaften von der Prüfgeschwindigkeit Zugversuche unter monotoner Belastung bei Prüfgeschwindigkeiten in der Höhe von 10<sup>-2</sup>, 10<sup>-1</sup>, 10<sup>1</sup>, 10<sup>2</sup> und 6 x 10<sup>2</sup> mm / min (maximale Prüfgeschwindigkeit an ausgewählter Prüfmaschine) durchgeführt. Bei diesen ergänzenden Versuchen, welche bedingt durch die Limitation der zur Verfügung stehenden Gesamtprobenanzahl an 1-3 Probekörpern erfolgte, wurde die Verformungsaufnahme nur in Längsrichtung durch den berührenden Wegaufnehmer makroXtens der Firma Zwick durchgeführt (Ulm, D).

#### 12.1.2 Dynamische Mechanische Analyse – DMA

Zur Ermittlung des Speichermodulverlaufes abhängig der Probentemperatur wurde das Messgerät DMA/SDTA861e/40N der Herstellerfirma Mettler-Toledo GmbH (Schwerzenbach, CH) verwendet. Streifenförmige Probekörper mit einer Geometrie von 10 mm Breite und 80 mm Länge wurden aus den jeweiligen Laminatplatten entnommen und in 3-Punkt-Biegeanordnung bei einem Auflagerabstand von 65 mm zur Messung herangezogen. Bei einer Prüffrequenz von 1 Hz wurde wegkontrolliert bei einer Prüfamplitude von 40 µm unter einer konstanten Vorspannkraft abhängig der Verstärkungsorientierung zwischen 6 und 20 N bei einer Aufheizrate von 2 K / min innerhalb des Temperaturbereiches von -40 °C bis 180 °C der Speichermodul aufgezeichnet.

### 12.2 Ergebnisse und Diskussion

#### 12.2.1 Zugversuch

Die Ergebnisse des uniaxialen Zugversuchs, dargestellt in Form von Spannungs-Dehnungs-Diagrammen in Abbildung 12.1 zeigen ausgehend von dem Laminat 0 ° mit unidirektionaler Faserverstärkung eine sukzessive Reduktion der Buchspannung mit steigendem Faserwinkel, bei gleichzeitiger Veränderung der Kurvenform. Zeigt das Laminat 0 ° einen nahezu linearen Verlauf bis zum Bruch, zeigen alle anderen Laminate einen 2 teiligen Kurvenverlauf bestehend aus einem nahezu linearen Anteil am Beginn des Zugversuches bei geringer Dehnungszunahme, gefolgt von einem zweiten Kurvenbestandteil mit deutlicher Dehnungszunahme jedoch vergleichsweise geringem Spannungsanstieg. Derartige Veränderungen in der Steigung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm sind Indizien für eine mit Belastungshöhe fortschreitenden Werkstoffschädigung und daraus resultierender Steifigkeitsreduktion bei gleichzeitigem Anstieg der Deformation [7].



**Abbildung 12.1:** Spannungs-Dehnungs-Diagramm der kontinuierlich glasfaserverstärkten Epoxidharz-Winkelverbundlaminate in Abhängigkeit des Faserwinkels.

Die skalaren Auswertungen der Zugversuche für die winkelvarianten Laminataufbauten, ersichtlich in Tabelle 12.1 und deren graphische Darstellung in Abbildung 12.2 unterstreichen die bereits zuvor getroffen subjektive Interpretationen der Spannungs-Dehnungs-Diagramme in Abbildung 12.1. Die Bruchspannungen sinken bei den im Winkelverbund aufgebauten Verbundwerkstoffen degressiv von 941 MPa auf 57 MPa mit steigendem Faserwinkel wie bereits in facheinschlägiger Literatur umfangreich beschrieben [8–10]. Das Versagen des Werkstoffes tritt dabei bei Belastungen entlang der Faserrichtung (Laminat 0 °) bis hin zu einer geringfügigen Winkelabweichung von wenigen Graden durch ein kumulatives Versagen der verstärkenden Faserkomponente ein [11,12,4,13]. Mit ansteigendem Faserwinkel der winkelaufgebauten Laminate und der damit verbundenen sukzessiven Übertragung der lasttragenden Funktion auf die Matrixkomponente tritt unter monotoner Zugbelastung aufgrund des höheren Deformationsvermögens des Matrixwerkstoffes eine Ausrichtung der Verstärkungsfasern in Richtung der Belastung ein, welches final im Verbundwerkstoffversagen aufgrund Versagen des Matrixwerkstoffes unter kombinatorischer Scherbelastung bei deutlicher Axialbruchdehnung Zugund Querkontraktion endet [14,11] [15,16]. Die maximale Bruchdehnung sowohl entlang der Belastung als auch quer dazu besitzt das Laminat ± 45 ° mit Beträgen in der Höhe von 10,2 % in Längs- und -10,0 % in Querrichtung. Der Zug E-Modul sinkt von in etwa 43 GPa beim Laminat 0 ° mit steigendem Faserwinkel des Winkelaufbaues auf ca. 11,4 GPa beim Laminat  $\pm$  60 ° und steigt beim Laminat 90 ° wiederrum auf 13,4 GPa an.

Bei dem Laminataufbau 90° verläuft der Schussfaden des Glasfasergewebes, obwohl anteilig deutlich geringer gewichtet zum Kettfaden, unidirektional in Belastungsrichtung und trägt somit zur Steifigkeitserhöhung bei, wie es auch von Rieser [17] bei ähnlichen Faserverbundwerkstoffen, basierend auf denselben Ausgangsmaterialien in seiner Masterarbeit festgestellt wurde. Neft et al. [18] untersuchten den Einfluss derartiger Schussbeziehungsweise Bindfäden und zeigten anhand vergleichender Untersuchungen an unidirektional glasfaserverstärkten Verbundwerkstoffen, hergestellt aus technischen unidirektionalen Textilien und vorimprägnierten Verbundwerkstoffmaterialien (engl.: Prepreg) mit ausschließlich unidirektionaler Faseranordnung, dass bei Zugbelastungen unter 90° zur Faserlängsachse Faserverbundwerkstoffe basierenden auf technischen Textilien einen 2 teiligen Kurvenverlauf im Spannungs-Dehnungsdiagramm aufweisen, wie bereits zuvor in der subjektiven Ergebnisinterpretation eigener Versuchsergebnisse beschrieben. Die Autoren führten weiter aus, dass der erste Kurvenbereich bis zu einem Schnittpunkt anzulegender Tangenten das eigentliche Werkstoffverhalten des unidirektional faserverstärkten Verbundwerkstoffs bei transversaler Belastung zuzuschreiben ist und der zweite Kurvenbereich und die dabei festzustellenden geringfügige Festigkeitserhöhung ausschließlich aus dem Werkstoff- und Verformungsverhalten des Bindfadens resultiert.

Laminat	Zugmodul		Zugfestigkeit		Bruchdehnung längs		Bruchdehnung quer	
	[MPa]		[MPa]		[%]		[%]	
	MW	StaAb	MW	StaAb	MW	StaAb	MW	StaAb
0 °	42098	487	941	16,6	2,4	0,03	-0,6	0,04
± 30 °	22521	395	427	5,4	3,1	0,13	-3,2	0,22
± 45 °	12552	151	138	3,7	10,2	0,61	-10,0	0,55
± 60 °	11355	97	75	0,5	3,1	0,13	-1,0	0,09
90 °	13411	151	57	1,8	1,3	0,08	0,0	0,01

Tabelle 12.1: Auswertung der uniaxialen Zugversuche für die untersuchten Laminataufbauten.



**Abbildung 12.2:** Graphische Darstellung der ausgewerteten Kennwerte Zugmodul, Zugfestigkeit und Bruchdehnung längs und quer zur Belastungsrichtung des monotonen Zugversuchs in Abhängigkeit des Faserwinkels.

Die Ergebnisse der ergänzenden Versuche an den ausgewählten Laminataufbauten 0°, ± 45° und 90° zur Charakterisierung des Einflusses des Prüfgeschwindigkeit auf die mechanischen Basiseigenschaften sind in Abbildung 12.3 bis Abbildung 12.5 dargestellt. Bedingt durch die geringe Anzahl an geprüften Proben je Prüfgeschwindigkeit zeigen sich deutlich größere Standardabweichungen bei den ausgewerteten Kennwerten, dennoch ist ein Trend steigender Materialfestigkeit mit steigender Prüfgeschwindigkeit bei allen ausgewählten Laminataufbauten erkennbar. Dieser Effekt der Materialverfestigung mit steigender Prüfgeschwindigkeit ist sowohl an unverstärkten Kunststoffen, wie beispielsweise von Grellmann und Seidler [19], aber auch bei Hochleistungsverbundwerkstoffen unabhängig der Faserorientierung mehrfach publiziert und beruht auf den beschränkten zeitlichen Möglichkeiten für Relaxations- und Retardationsprozesse innerhalb des makromolekularen Kunststoffaufbaues aufgrund rasch aufbauender Werkstoffspannung [20,10,21,7]. Des Weiteren ist in den dargestellten Diagrammen ein Anstieg des Zugmoduls bei dem Laminat ± 45 ° mit steigender Prüfgeschwindigkeit klar feststellbar, über den Zusammenhang zwischen Zugmodul und Prüfgeschwindigkeit der beiden anderen Laminate sowie über den Einfluss der Prüfgeschwindigkeit auf den Verlauf der Bruchdehnung kann Anhand der vorliegenden Ergebnisse keine definitive Aussage getroffen werden.



**Abbildung 12.3:** Abhängigkeit der mechanischen Kennwerte Zugfestigkeit, Zugmodul und Bruchdehnung entlang der Belastungsrichtung von der Prüfgeschwindigkeit bei dem Laminat 0 °.



**Abbildung 12.4:** Abhängigkeit der mechanischen Kennwerte Zugfestigkeit, Zugmodul und Bruchdehnung entlang der Belastungsrichtung von der Prüfgeschwindigkeit bei dem Laminat ± 45 °.



**Abbildung 12.5:** Abhängigkeit der mechanischen Kennwerte Zugmodul, Zugfestigkeit und Bruchdehnung von der Prüfgeschwindigkeit am Laminat 90 °.

#### **12.2.2** Dynamische Mechanische Analyse

Der Verlauf des Speichermoduls in Abhängigkeit der Probentemperatur ist als Ergebnis der Dynamischen Mechanischen Analyse (DMA) ist in Abbildung 12.2 dargestellt und dieser zeigt für alle untersuchten winkelvarianten Laminattypen eine geringe Abhängigkeit von der Temperatur im energieelastischen Bereich vor Glasübergang. Im Temperaturbereich der Raumtemperatur und somit Prüftemperatur des Zugversuches zeigen sich Analogien zwischen den Ergebnissen des Zugversuchs und der DMA. Die Materialsteifigkeit sinkt mit steigendem Faserwinkel des Winkelverbundes mit Ausnahme des Laminates 90°, welches aufgrund der steifigkeitserhöhenden Wirkung des Schussfadens im Verstärkungstextil höhere Absolutwerte besitzt. Im Glasübergangsbereich tritt eine deutliche Steifigkeitsreduktion der Laminate ein, wobei die Übergangstemperatur vom Laminataufbau mitbestimmt ist [22]. Das Laminat UD 0° zeigt mit 93°C die höchste Onset-Temperatur, hingegen das Laminat UD 90 ° mit einer Temperatur von 83 °C die niedrigste, da mit zunehmenden Faserwinkel der Beitrag der verstärkenden temperaturstabilen Glasfasern am Gesamteigenschaftsprofil abnimmt und mechanische Lasten zunehmende über die Faser-Matrix-Anbindung mit Faserbelastungen quer zur Faserlängsachse übertragen werden müssen [23–25]. Im nachfolgenden entropieelastischen Bereich setzt sich mit Ausnahme des Laminat ± 45 ° die Reihung der Steifigkeitsverläufe abhängig des Faserwinkels fort, wobei mit

steigendem Faserwinkel und somit mit steigendem Beitrag der Matrixkomponente am Gesamteigenschaftsprofil eine deutliche steigende Steifigkeitsreduktion im Glasübergangsbereich eintritt.



Abbildung 12.6: Verlauf des Speichermoduls der kontinuierlich glasfaserverstärkten Epoxidharz-Winkelverbundlaminate in Abhängigkeit der Probentemperatur.

# 13 Zusammenfassung

Durch den gewählten Herstellungsprozess des Nasspressens ist es möglich aus den Komponenten unidirektionales Glasfasergewebe und duromeres Reaktionsharzsystems Verbundwerkstofflaminate mit winkelvarianter Faserorientierung bei sonst identem Werkstoffaufbau herzustellen.

Die nachfolgende Charakterisierung der mechanischen Basiseigenschaften der hergestellten kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe zeigt hinsichtlich deren mechanischen Kurzzeiteigenschaften eine deutliche Abhängigkeit der Materialeigenschaft von der Faserorientierung und von der Prüfgeschwindigkeit. Die Materialsteifigkeit, charakterisiert mittels DMA und uniaxialem Zugversuch, sinkt mit zunehmendem Faserwinkel der winkelaufgebauten Verbundwerkstoffplatten mit Ausnahme des Laminats 90 ° aufgrund der Struktur der textilen Glasfaserverstärkung. Ausgehend vom Laminat 0 ° mit Faserorientierung gleich der Belastungsrichtung sinkt ebenso die Materialfestigkeit kontinuierlich mit steigendem Faserwinkel und steigt hingegen mit zunehmender Prüfgeschwindigkeit. Die Kurzzeiteigenschaften der hergestellten Verbundwerkstoffplatten zeigen bereits publizierte Abhängigkeiten hinsichtlich Prüfgeschwindigkeit und Faserorientierung.

### 14 Literatur

- Porcher Industries Germany GmbH. Glasfilamentgewebe f
  ür die Kunststoffverst
  ärkung: Produktspezifikation, https://www.swiss-composite.ch, 03.05.2018.
- F. R. Jones in J. W. S. Hearle (ed.), *High-performance fibres, Boca Raton, Cambridge,* England, pp. 191–238, 2001.
- [3] Tissa Glaswerberei AG. Gewebe, http://www.tissa.ch/home, 03.05.2018.
- [4] H. Schürmann, Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden, Springer, Berlin, Heidelberg, New York, NY, 2007.
- [5] M. Neitzeland P. Mitschang, U. Breuer (eds.), *Handbuch Verbundwerkstoffe, Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung*, Hanser, München, **2014**.
- [6] M. Flemming, G. Ziegmann, S. Roth, *Faserverbundbauweisen*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, **1999**.
- [7] S. V. Thiruppukuzhi, C. T. Sun, *Composites Science and Technology* 61, 1 2001.
- [8] P. K. Mallick, Fiber-reinforced composites, Materials, manufacturing, and design, CRC
   Press, Boca Raton, FL, 2008.
- [9] G. W. Ehrenstein, Faserverbund-Kunststoffe, Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften, Hanser, München [u.a.], 2006.
- [10] G. H. Staab, A. Gilat, Journal of Composite Materials 10, 1308, 2016.
- [11] Z. Hashin, A. Rotem, Journal of Composite Materials 4, 448, 1973.
- [12] Z. Hashin, Journal of Applied Mechanic, 2, 329, **1980**.
- [13] C. Zweben, AIAA Journal 12, 2325, **1968**.
- [14] E. J. Barbero, Introduction to composite materials design, CRC Press Taylor & Francis Group CRC Press is an imprint of the Taylor & Francis Group an informa business, Boca Raton, 2018.

- [15] C. Hull, An Introduction to Composite Materials, Cambridge Univ. Press, Cambridge, 1996.
- [16] J. N. Reddy (ed.), Mechanics of Composite Materials, Selected Works of Nicholas J. Pagano, Springer Netherlands, Dordrecht, 1994.
- [17] R. Rieser. *Master Thesis*, Montanuniversität Leoben, Leoben, **2016**.
- [18] J. F. Neft, K. Schulte, P. Schwarzer, presented at Symposium, Phoenix, 26 27 March 2001, 2002.
- [19] W. Grellmann, S. Seidler, Kunststoffprüfung, Hanser, München, 2011.
- [20] A. E. Armenàkas, C. A. Sciammarella, Experimental Mechanics, 10, 433, 1973.
- [21] M. M. Shokrieh, M. J. Omidi, *Composite Structures*, 4, 595, 2009.
- [22] J. H. S. Almeida, H. L. Ornaghi, N. P. Lorandi, B. P. Bregolin, S. C. Amico, Polymer Composites 39, 2017.
- [23] R. Chandra, S. Singh, K. Gupta, Composite Structures 1, 41, 1999.
- [24] P. S. Theocaris, G. C. Papanicolaou, Colloid and Polymer Science 9, 1044, 1980.
- [25] K. E. Reed, Polymer Composites 1, 44 1980.

TEIL IV: BESTIMMUNG DES EINFLUSSES DER FASERORIENTIERUNG AUF DAS LANGFRISTIGE MATERIALVERHALTEN KONTINUIERLICH FASERVER-STÄRKTER VERBUNDWERKSTOFFE

# 15 Einleitung

Faserverbundwerkstoffe bestehend aus kontinuierlicher Faserverstärkung und polymerer Matrixkomponente verändern über die Beanspruchungsdauer hinweg ihr Eigenschaftsprofil. Langfristige, mechanische statische Lasten führen zu einem zeitabhängigen Verformungsund Materialverhalten aufgrund viskoelastischer Materialeigenschaften der Werkstoffkomponenten einerseits. Anderseits resultiert die Akkumulation von Mikroschäden in den Werkstoffkomponenten und der dazwischenliegenden Faser-Matrix-Anbindung zu einer Änderung des mechanischen Eigenschaftsprofiles, wobei eine einhergehende Reduktionen der Werkstofffestigkeit zum Verbundwerkstoffversagen innerhalb limitierter Belastungszeiten führt. Bei der Charakterisierung der Kurzzeiteigenschaften als ein Bestandteil der Basiseigenschaften in Teil III wurde dargestellt, dass die Faserorientierung des Werkstoffaufbaues einen erheblichen Einfluss auf das Werkstoffverhalten nimmt, selbiges gilt es daher für die langfristigen Materialeigenschaften unter langfristiger statischer Lastbeaufschlagung zu überprüfen.

Das Materialverhalten kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe ist dahingehend geprägt, dass durch die Veränderung der Belastungs- beziehungsweise Faserrichtung auch eine Veränderung der lasttragenden Werkstoffkomponente eintritt. Bei Zugbelastung faserverstärkter Verbundwerkstoffe unidirektional mit Belastungen entlang der Faserrichtung, werden Lasten entlang der Verstärkungsfaser geführt und somit lässt sich das langfristige Materialverhalten des Gesamtwerkstoffes primär auf das Eigenschaftsprofil des Faserwerkstoffes zurückführen, wobei die Matrixkomponente die Lasteinleitung und verteilung innerhalb ihres Deformationsvermögens übernimmt. Mit steigendem Faserwinkel trägt die Matrixkomponente immer mehr an der Lastübertragung zwischen den Verstärkungsfasern bei und hindert gleichzeitig das Entstehen von Relativbewegungen der Einzelfasern zueinander. Das entscheidende Kriterium für die verstärkende Wirkung der Faserkomponente, die in Lastrichtung wirksame Anbindungslänge, nimmt dabei sukzessive ab, bis hin zur reinen Zugbelastung der Matrixkomponente mit defektartig eingebetteten Verstärkungsfasern normal zur Belastungsrichtung.

Zur Untersuchung des Einflusses der Faserorientierung kontinuierlich glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffe auf das langfristige Materialverhalten werden Kriechversuche unter langfristiger statischer Belastung mit mehreren Belastungsniveaus an Laminatwerkstoffen mit winkelvarianter Faserorientierung als Charakterisierungsmethode ausgewählt.

### **16** Experimentelles

#### 16.1 Werkstoffe und Prüfkörper

Als Werkstoffe zur Charakterisierung des langfristigen Materialverhaltens kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe dienten ausgewählte Laminate aus gefertigten Verbundwerkstoffplatten wie in Teil III beschrieben. Aus den aus unidirektionalem E-Glasfasergewebe und duromeren epoxidbasierendem Reaktionsharzsystem bestehenden Laminaten mit der Faserorientierung von 0°, ± 45 ° und 90° wurden analog zu den quasistatischen Zugversuchen in Teil III Prüfkörper mit Aufleimer gemäß den Prüfnormen ISO 527-4 und ISO 527-5 (Länge 250 mm, Breite bei Laminattype 0° = 15 mm, Breite bei den Laminattypen ± 45 ° und 90° = 25 mm) gefertigt und für die weiterführenden Kriechversuche verwendet.

#### 16.2 Prüfequipment

Die Kriechversuche unter konstanter statischer Belastung wurden auf einer Universalprüfmaschine Zwick Retro Line (Ulm, D) mit einem 100 kN Lastrahmen inklusive Temperierkammer durchgeführt. Die Aufnahme der Prüfkraft erfolgte mittels 100 kN Kraftaufnehmer, die Probenverformung wurde mit einem berührenden induktiven Ansetzwegaufnehmer mit einer Messlänge von 50 mm gemessen. Zum Spannen der Probe in der Prüfmaschine wurden pneumatische Keilprobenhalter verwendet.

#### 16.3 Versuchsdurchführung

Um mögliche Umgebungseinflüsse der Raumtemperatur auf das zu bestimmende Kriechverhalten zu minimieren, wurden sämtliche Kriechexperimente innerhalb der Temperierkammer der Prüfmaschine bei einer konstanten Temperatur in der Höhe von 25 °C durchgeführt. Nach der Temperierung der Prüfkörper über eine Zeitspanne von 20 min wurde der jeweilige Prüfkörper nach Erreichen der konstanten Prüftemperatur der Temperierkammer in der Höhe von 25 °C in den Probenhalter der Universalprüfmaschine gespannt und der Prüfkörper auf eine statische Last in Höhe von 0,5 MPa vorbelastet. Nach dem Anbringen des Ansetzwegaufnehmers mit einer Messlänge von 50 mm wurde abhängig von Lastniveau und Laminataufbau mit Belastungsraten von bis zu 250 MPa/s in einem möglichst raschen Zeitfenster (2 s < t<sub>Belastung</sub> < 5 s) das statische Belastungsniveau auf den jeweiligen Prüfkörper aufgebracht, wobei die Regelgenauigkeit der Belastungsrampe und die maximal möglichen Prüfgeschwindigkeit der verwendeten Universalprüfmaschine die limitierenden Faktoren darstellten. Nach einmaliger Belastung blieb der Belastungszustand bis zum Buch des Probekörpers beziehungsweise bis zum Erreichen der limitierten Prüfzeit unverändert, wobei kontinuierlich die Prüfkörperverformung aufgezeichnet wurde. Um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse zwischen den Faserorientierungen zu ermöglichen, wurden die statischen Belastungen o an den ausgewählten Laminaten in Abhängigkeit der Bruchspannung der quasistatischen Zugversuche  $\sigma_B$  gewählt, wodurch sich nach Gleichung 16.1 ein normiertes Spannungsniveau  $\sigma_N$  errechnen lässt. Die Auswahl der jeweiligen normierten Spannungsniveaus erfolgte nach dem Bestreben, innerhalb einer Belastungszeit von 1000 h ein Versagen des Prüfkörpers durch Bruch zu erzielen. Hierzu wurden für das Laminat 0° normierte Spannungen zwischen 60% und 85%, für das Laminat ± 45° normierte Spannungen zwischen 60 % und 100 % und für das Laminat 90 ° normierte Spannungen zwischen 60 % und 80 % bezogen auf die Kurzzeitfestigkeit verwendet, wobei mit Ausnahme des Laminates ± 45 ° bei einer Lastabstufung von 5 % jeweils ein Probekörper zur Prüfung kam. Bei dem Laminat ± 45  $^\circ$  kam zwischen 75 % und 100 % die 5 %Lastabstufung zur Anwendung, wobei das Belastungsniveau von 100 % der quasistatischen Kurzzeitfestigkeit entspricht, welches dadurch zur Anwendung kommt, da durch die rasche Belastungsphase im Kriechversuch eine deutlich geringere Gesamtbelastungszeit im verglichen zur Belastungsdauer des monotonen Zugversuch besteht.

$$\sigma_N = \frac{\sigma}{\sigma_B} \tag{16.1}$$

#### 16.4 Versuchsauswertung

Anhand des abhängig von Faserorientierung und Belastungshöhe experimentell aufgenommenen Verformungsverhaltens der kontinuierlich glasfaserverstärkten Verbundwerkstoffe, wurden die Versuchsergebnisse in Form von Kriechkurven über der Belastungszeit dargestellt. Ausgehend von diesen experimentellen Kriechkurven wurden Isochrone-Spannungs-Dehnungsdiagramme und zeitabhängige Verläufe der Materialsteifigkeit in Form des Kriechmoduls für die 3 ausgewählten Laminattypen mit unterschiedlicher Faserorientierung abgeleitet. Die eingetretenen Brüche der Probekörper während der limitierten Prüfzeit wurden zur Darstellung der Zeitstandfestigkeit herangezogen. Ausgehend von diesen Darstellungsformen des langfristigen Materialverhaltes wurden die Werkstoffeigenschaften unter statischen Belastungen abhängig des Faserwinkels diskutiert.

### 17 Ergebnisse und Diskussion

#### 17.1 Kriechkurven

In der Abbildung 17.1 bis Abbildung 17.3 ist das zeitabhängige Verformungsverhalten der Laminate 0°, ± 45° und 90° sowohl in logarithmischer als auch linearer Skalierung der Zeitachse dargestellt. Im Allgemeinen zeigen glasfaserverstärkte Kunststoffe abhängig der Belastungshöhe nach einer Setzphase bei Lastaufbringung (Primärkriechen) einen linearen Anstieg der Dehnung über Jahre hinweg [1–7]. Dieser Effekt ist jedoch nur bei linear Darstellung der Zeitachse zu beobachte, bei logarithmischer Zeitskalierung zeigt der Verlauf der Kriechdehnung einen scheinbaren beschleunigten Anstieg, welcher jedoch nur auf mathematischen Effekten beruht [1,8]. Daher wurden für die Darstellung der experimentell ermittelten Kriechkurven beide Formen der Achsenskalierung gewählt und ergänzend zur Kriechdeformation, Deformationszunahme der unter konstanter Belastung, die Deformationen während der Lastaufbringung mit dargestellt.

Belastungen entlang der Faserrichtung wie beim Laminat 0° dargestellt (Abbildung 17.1), führen mit steigender Belastungshöhe zu einem Anstieg der Initialverformung gefolgt von einer minimalen, aber dennoch nahezu linear zunehmender Kriechdeformation. Unter Werkstoffkriechen der Matrixkomponente erfolgt aufgrund der anliegenden Belastung eine Ausrichtung der verstärkenden Faserkomponenten, gefolgt von einer anfänglichen Kriechphase basierend auf den Werkstoffeigenschaften der Faserkomponente bei gleichzeitiger lastverteilender Wirkung des Matrixwerkstoffes. Mit zunehmender Belastungszeit auftretenden Schäden der Verbundwerkstoffmikrostruktur und einhergehendem Versagen der Faser-Matrix-Anbindung resultiert im gesamten Prüfkörperversagen aufgrund Faserversagen überbelasteter Einzelfasern [9]. Die dabei festzustellende Deformationsgeschwindigkeit während der Kriechdeformation steigt mit der Höhe des Belastungsniveaus der statischen Kriechbelastung an welches schließlich zu einer Reduktion der Zeit bis zum Bruch des Prüfkörpers führt. Prüfkörper mit einem Faserwinkel von ± 45 ° zur Belastungsrichtung zeigen bei logarithmischer Achsenskalierung nach der Aufbringung der Prüflast eine stetige Zunahme der Kriechdeformation, wobei bei den vorliegenden Kriechdaten in Abbildung 17.2 keine klare Abgrenzung zwischen Initialdehnung und Kriechdehnung getroffen werden kann [10,11]. Nach der Initialdeformation und der auf viskoelastischen Matrixeigenschaften dominierten primären Kriechphase, führen in der sekundären Kriechphase Schädigungen und Verformungen aufgrund viskoelastischer Materialeigenschaften innerhalb des Zwischenfasermatrixbereichs und der Faser-Matrix-Anbindung zu einer Relativbewegung der Fasern zueinander, bei gleichzeitiger Rotation der Verstärkungsfasern in Richtung der Belastung, welches sowohl mit einer deutlichen Zunahme der axialen Kriechdehnung aber auch durch eine deutliche Reduktion des Probenbreite festzustellen ist [6]. Die dabei auftretende Deformationsgeschwindigkeit zeigt bei zunehmenden Belastungszeiten einen gleichbleibenden und belastungshöhenunabhängigen Betrag, wodurch die Steigungen der einzelnen Kriechkurven unterschiedlicher Lasten im Kriechdiagramm nahezu ident sind und bei lastbedingter Reduktion der Versagenszeiten bis zum Prüfkörperversagen auch eine Reduktion der Bruchdehnung einhergeht.

Bei der Laminattype 90° (Abbildung 17.3), deren Verformungsverhalten primär auf dem zeitabhängigen Deformationseigenschaften des duromeren Matrixharzes fußt, ist in der logarithmischen Darstellungsform der Kriechergebnisse bei geringen Belastungsniveaus ein Art Plateau geringer Absolutdehnung mit geringer zeitabhängiger Dehnungszunahme bei geringen Belastungszeiten erkennbar, welches schließlich mit zunehmender Belastungszeit in einen Bereich deutlicher Kriechdehnung bis hin zum Prüfkörperversagen mündet. Bei der normierten Spannungsbelastung in der Höhe von 60 % der quasistatischen Kurzzeitfestigkeit befindet sich die Belastungsspannung noch in dem annährend linearen ersten Bereich der Spannungs-Dehnungskurven wie in Abschnitt 12 beschrieben. Mit zunehmender Belastungszeit steigt die Kriechdeformation, die Werkstoffschädigung nimmt zu, eine Steifigkeitsreduktion tritt ein und somit resultiert der beschleunigte Anstieg der Kriechdeformationsgeschwindigkeit. Mit steigender normalisierter Spannung ist dieser Bereiche des signifikanten Kriechdehnungsanstieges zu kürzeren Belastungszeiten verschoben. Vergleichend dazu wird bei dem Laminat ± 45 ° bereits bei Belastung in der Höhe von 60 % bis zum diesem Übergangsbereich im Spannungs-Dehnungsdiagramm belastet, wodurch in den dargestellten Kriechkurven in (Abbildung 17.2) kein Plateau bei geringen Deformationen feststellbar ist.



**Abbildung 17.1**: Kriechkurven des Laminats 0 ° mit logarithmischer und linearer Zeitskalierung bei 6 normierten Belastungsniveaus.



**Abbildung 17.2:** Kriechkurven des Laminats ± 45 ° mit logarithmischer und linearer Zeitskalierung bei 7 normierten Belastungsniveaus.



**Abbildung 17.3:** Kriechkurven des Laminats 90 ° logarithmischer und linearer Zeitskalierung bei 5 normierten Belastungsniveaus.

#### 17.2 Zeitstandfestigkeit

Ausgehend von den experimentell ermittelten Kriechkurven wurden die während der Versuchsabläufe aufgetretenen Probenbrüche, prinzipiell festzustellen bei höheren Belastungsniveaus beziehungsweise bei längeren Belastungszeiten zur Darstellung des Zeitstandfestigkeit genutzt. Als Ergebnisse dieser einfachen Darstellungsform, welche experimentell keine Aufnahme der Verformungsinformation erfordern würde, sind für die Laminate 0°, ± 45° und 90° in Abbildung 17.4 die Zeitstandfestigkeit, in absoluter und normierter Spannungsauftragung über der Belastungszeit in einem kompakten Diagramm mit doppellogarithmischer Achsenskalierung dargestellt. Die Abbildung 17.4 a zeigt analog zu den Ergebnissen der Basischarakterisierung (Abschnitt 12), dass die Werkstofffestigkeit auch unter statischen Belastungsbedingen mit zunehmendem Winkel der Faserorientierung abnimmt. Über die Belastungszeit hinweg zeigen die 3 untersuchten Laminataufbauten ein sehr ähnliches zeitabhängiges Werkstoffverhalten, gemessen an den Steigungen der linearen Regressionsgeraden bei doppellogarithmischer Darstellung der Datenpunkte [1].

Selbiges stellten auch Kawai et al. [12,13] an unidirektional faserverstärkten Kohlenstofffaser/Epoxidharz Laminaten bei Belastungsrichtungen gleich und ungleich der Faserlängsachse (0°, 10°, 30°, 45° und 90°) fest und führten weiter aus, dass bei Normierung der Kriechbelastungen auf die Kurzzeitfestigkeit des monotonen Zugversuchs analog zu Gleichung 16.1 der Verlauf der zeitabhängigen Zeitstandfestigkeit invariant der Faserorientierung ist. Bei normierten Auftragung des Belastungsniveaus bei den experimentell ermittelten Zeitstandfestigkeiten, wie in Abbildung 17.4 b ersichtlich, ist wiederrum bei allen 3 Laminaten eine ähnliches zeitabhängiges Werkstoffverhalten feststellbar, jedoch bei deutlich höherer normierten Versagensspannungen des Laminates  $\pm$  45° verglichen zu den Laminate 0° und 90°, welches auf zweierlei Ursachen beruht.

Wie in der Basischarakterisierung, in Abschnitt 12 gezeigt, verändert die monotone Prüfgeschwindigkeit während des Zugversuches die Festigkeit der zu prüfenden Laminate. Bei quasistatischer Bruchdehnung von in etwa 10 % des Laminates ± 45 ° ergibt sich somit bei normgerechter Ermittlung der Zugfestigkeit mit einer Prüfgeschwindigkeit in der Höhe von 2 mm / min eine Gesamtprüfzeit von ca. 10 min, wodurch sich bereits erste zeitabhängige Werkstoffschädigungen während des quasistatischen Zugversuchs ausbreiten können und somit zu einer Entfestigung des Werkstoffes führen. Im Kriechversuch sind somit Versagenszeiten bei Belastung in der Höhe der quasistatischen Bruchfestigkeit ( $\sigma_N$ =100 %) in der Größenordnung von 5x10<sup>-2</sup> h (3 min) als realistisch anzusehen und führen somit zu einer Verschiebung der normierten Zeitstandfestigkeit des Laminats ± 45 ° zu höheren normierten Spannungen verglichen zu den anderen Laminataufbauten. Anderseits stellen die unter ± 45 ° alternierend eingebrachten Verstärkungsfasern der jeweiligen Einzelschichten des im Winkelverbund aufgebauten Verbundwerkstoffes eine Barriere entgegen etwaig sich ausbreitender Risse und Defekte innerhalb matrixdominierter Zwischenfaserbereiche dar, welches wiederrum eine Erhöhung der Zeitstandfestigkeit mit sich bringt, wie es auch von Ellyin und Kujawski [14] anhand einfacher monotoner Zugversuche gezeigt wurde. Die Autoren stellten dar, dass glasfaserverstärkte Epoxidharzlaminate aufgebaut im ±45° Winkelverbund deutlich höhere Festigkeit und auch ein deutlich höheres Deformationsvermögen besitzen verglichen zu unidirektional faserverstärkten Laminaten mit einer Belastungsrichtung unter 45 ° zur Faserrichtung.

Trotz der Unterschiede im normierten Spannungsbereich ist bei allen untersuchten Laminataufbauten der zeitabhängige Abfall der Zeitstandfestigkeit unter der statischen Belastung deutlich festzustellen und stellt sich bereits nach kurzer Belastungsdauer ein. Nach 1 h statischer Belastung beträgt die Festigkeit der Laminate 0 ° beziehungsweise 90 ° nur mehr ungefähr 75 % der Kurzzeitfestigkeit bei dem Laminat ± 45 ° sind 90 % der Kurzzeitfestigkeit feststellbar. Über die Belastungszeit hinweg setzt sich dieser Effekt linear fort, die Festigkeiten sinkt bei Extrapolation in den Langezeitbereich für Belastungszeiten von 100 Jahren auf 50 % für 0 ° und 90 ° aufgebaute Laminate beziehungsweise auf 75 % der Kurzzeitfestigkeit für das Laminat ± 45 °. Ausgehend von den experimentellen Messzeiten in der Höhe 1000 h und derzeit gültigen Extrapolationsgrenzen in der Größenordnung von 1,5 Dekaden über den letzten Messpunkt hinaus können jedoch ausschließlich bis zu einem Zeitbereich von 5 x 10<sup>4</sup> h (ungefähr 6 Jahre) gesicherte Aussagen getroffen werden.

Renaud und Greenwood [15], das Unternehmen Schöck Bauteile GmbH [16], Knab et at. [17] sowie Weber [18–20] zeigten bei deutlich längeren Versuchszeiten (über 10<sup>4</sup> h) und somit gesicherte Extrapolationsbereiche bis circa 50 Jahre einen ähnlichen Abfall der Zeitstandfestigkeit und somit ein ähnliches langfristiges Werkstoffverhalten an unidirektional faserverstärkten Verbundwerkstoffstäben, vergleichbar mit dem Laminat 0°, wobei festgestellt wurde, dass kontaktierende alkalische Umgebungsmedien diese Festigkeitsreduktion deutlich beschleunigen können. Johal [21] gibt in seiner Masterarbeit einen umfangreichen Überblick über bestehende publizierte Versuchsergebnisse an ebensolchen glasfaserverstärkten Verbundwerkstoffstäben für die Armierung von Betonstrukturen und zeigt darin und anhand eigens durchgeführter Versuche ebenso einen zeitabhängigen Abfall der Zeitstandfestigkeit unter fortwährender Belastung. Zur Aufklärung der Gründe dieser Festigkeitsreduktion geben Shivakumar und Guggari [22] einen umfangreichen Einblick in bestehende Literatur mit möglichen Sichtweisen auf die ablaufenden Prozesse. Die genauen Hintergründe sind bis dato nicht final aufgeklärt, liegen jedoch im Versagen der Mikrostruktur von Verbundwerkstoffen, wobei Schäden in der Matrixkomponente und in der Faser-Matrixanbindung und die damit einhergehende Konzentration beaufschlagter Lasten auf die verbleibende Anzahl lasttragender Verstärkungsfasern ein Werkstoffversagen an statistisch verteilten Defekten innerhalb der Faserstruktur herbeiführen [23–25]. Bei Belastungen ungleich der Faserrichtung läuft das Versagen der dominierenden Matrixstruktur offensichtlich im gleichen Tempo ab, woraus man den Schluss ziehen könnte, dass das finale Faserversagen bei faserdominierter Lastleitung nicht ausschlaggebend für das langfristige Zeitstandverhalten ist, sondern dass das Matrixversagen auch bei Belastungen entlang der Faserverstärkung die Werkstofflebensdauer limitiert.



**Abbildung 17.4:** Zusammengefasste Ergebnisse der Zeitstandfestigkeit für die Laminate 0°, ± 45° und 90° dargestellt mit (a) absoluter Spannung (b) normierter Spannung. (Anmerkung: Bei der Laminattype ± 45° stellt der letzte Datenpunkt die Prüfzeit eines fortlaufenden Versuch dar, da bei dem angeführten Lastniveau innerhalb der Prüfzeit kein Versagen eintrat.)

#### 17.3 Kriechmodul

Die Darstellung der zeitabhängigen Materialsteifigkeit in Form des Kriechmoduls E<sub>c</sub> für die Laminate 0°, ± 45° und 90° folgt in der Abbildung 17.5. Der Kriechmodul des Laminats 0° (Abbildung 17.5 a) zeigt nach einem kurzen Steifigkeitsabfall zu Beginn der Belastung nur einen geringen Abfall des Modulniveaus über die verbleibende Belastungszeit hinweg bis zum ultimativen Versagen des Prüfkörpers. Die einzelnen Belastungsniveaus führen zu Anfangsmodulwerte in der Größenordnung von 40 GPa mit einer Streubreite von 2 GPa (E<sub>t</sub>=42,1 GPa), wobei kein direkter Zusammenhang zwischen Belastungshöhe und ausgewertetem Kriechmodul gezogen werden kann. Dieses würde daher auf ein spannungshöheninvariantes Werkstoffverhalten für das Laminat 0° schließen lassen. Mit steigendem Belastungsniveau steigt jedoch die Geschwindigkeit der Steifigkeitsreduktion und die Gesamtbelastungszeit bis zum Versagen des Probekörpers sinkt, welches mit steigender Werkstoffschädigung mit zunehmender Belastungshöhe zu begründen ist. Für ausschließlich ein normiertes Spannungsniveau in Höhe von 80% zeigten Basaid et al. [26] ein ähnliches Werkstoffverhalten.

Das Laminat ± 45 ° zeigt im zeitabhängigen Verlauf des Kriechmoduls, dargestellt in Abbildung 17.5 b, bei Lastaufbringung beziehungsweise am Beginn der statischen Belastungsphase einen rapiden Abfall in der Materialsteifigkeit auf wenige Gigapascal an Werkstoffsteifigkeit. Mit steigendem Belastungsniveau tritt der Steifigkeitsabfall bei immer kürzer werden Belastungszeiten auf und findet innerhalb kürzer werdenden Zeitspannen statt. Die sich ausbreitende Werkstoffschädigung läuft offensichtlich unter höheren Belastungsniveaus schneller ab und setzt zu früheren statischen Belastungszeiten ein. Nach dem ersten rapiden Abfall des Modulniveaus verläuft die Materialsteifigkeit unabhängig der Belastungshöhe asymptotisch in Richtung eines Steifigkeitswertes in der Höhe von 0,8 bis 1 GPa bei dessen Steifigkeitsniveau das Prüfkörperversagen eintritt.

Das zeitabhängige Steifigkeitsverhalten des Laminates 90 ° setzt sich wie in Abbildung 17.5 c dargestellt, subjektiv beurteilt aus 3 Bereichen zusammen. Nach Lastaufbringung zeigt sich eine Art Steifigkeitsplateau mit nur geringer zeitabhängiger Steifigkeitsreduktion, einem 2. Bereich mit deutlichem Steifigkeitsabfall welcher schließlich vor dem Prüfkörperversagen in eine 3. Bereich, wiederrum ein Art Plateau mit geringem zeitlichem Steifigkeitsabfall mündet. Mit steigendem statischem Belastungsniveau wird die Zeit bis zum Eintreten des Steifigkeitsabfalls im 2. Bereich der Kriechmodulkurve verkürzt bis dahin, dass dieser rapide Steifigkeitsabfall direkt bei Lastaufbringung einsetzt. Bei Lastaufbringung werden dabei derartige steifigkeitsreduzierende Schädigungen in den Werkstoff eingebracht, welche sich bei geringeren Lastniveaus über die Belastungszeit entwickeln. Des Weiteren führen höhere Belastungsniveaus zu abfallenden Absolutwerten des Anfangsmoduls nach Lastaufbringung welches auf eine signifikante Abhängigkeit des Materialverhaltens von Spannungshöhe und somit vom Schädigungszustand schließen lässt. Das endgültige Materialversagen tritt wiederrum unabhängig der Belastungshöhe bei einem Kriechmodul in der Höhe von ungefähr 5 GPa ein.



a)



c)

Abbildung 17.5: Zeitabhängiger Verlauf des Kriechmoduls für das Laminat (a) 0°, (b) ± 45° und (c) 90°.

#### 17.4 Isochrones Spannungs-Dehnungsdiagramm

Die isochronen Spannung-Dehnungsdiagramme der Laminate 0°, ± 45° und 90°, dargestellt in Abbildung 17.6, zeigen nochmalig in übersichtlicher graphischer Darstellung die zeitabhängige Veränderung der Werkstoffparameter Steifigkeit, Festigkeit und Bruchdehnung unter statischer Belastungssituation. Bei dem Laminat 0° (Abbildung 17.6 a) ist eine deutliche Reduktion der Bruchfestigkeit mit marginaler Veränderung der Materialsteifigkeit über die Belastungszeit hinweg zu beobachten. Höhere Belastungsniveaus zeigen nur geringfügige Veränderung des linearen Kurvencharakters wodurch das Spannungs-Dehnungsverhalten bis zu einem Beanspruchungsniveau von etwa 80% der quasistatischen Kurzzeitfestigkeit als invariant von der Belastungshöhe bezeichnet werden kann. Unstetigkeiten im Kurvenverlauf, wie sie beispielsweise am Kurvenende der Isochronen Spannungs-Dehnungslinie bei einer Belastungszeit in der Höhe von 10<sup>-2</sup> h feststellbar sind, lassen sich auf geringfügige Differenzen im Materialverhalten zwischen den einzelnen Probekörper zurückführen. Diese Diagramme werden aus experimentellen Versuchsdaten mehrerer Probekörper und mehrerer eigenständiger Einzelversuche zusammengesetzt.

Das in der Abbildung 17.6 b dargestellte isochrone Spannung-Dehnungsdiagram des Laminates  $\pm$  45 ° zeigt dazu ein konträres Bild. Beginnend mit dem geringsten Belastungsniveau in der Höhe von 60% der quasistatischen Zugfestigkeit ist eine sukzessive Zunahme der Dehnung aufgrund viskoelastischer und schädigungsbasierenden Werkstoffeffekte in Abhängigkeit der Höhe und der Dauer der Belastung feststellbar [6]. Die Materialsteifigkeit sinkt somit mit zunehmender Belastungszeit ebenso ist eine Reduktion der Materialfestigkeit mit steigender Belastungszeit feststellbar. Die zu Laminat 0 ° vergleichbaren Unstetigkeiten im Kurvenverlauf der Isochronen Spannungs-Dehnungslinien ( $10^{-2}$  h,  $10^{-1}$  h) sind ebenso auf geringfügig differenziertes Materialverhalten der Probekörper zurückzuführen, wobei die Kriechversuchsergebnisse unter einer normierten Belastung in der Höhe von 85 % aufgrund eine konträren Materialverhaltens zu den weiteren Probekörper ganzheitlich für die Erstellung des Isochronen Spannungs-Dehnungsdiagramms unberücksichtigt blieben.

Beim Laminat 90 ° mit Faserorientierung quer zur Belastungsrichtung zeigt das isochrone Spannung-Dehnungsdiagram (Abbildung 17.6 c) bei geringen Beanspruchungszeiten bis zu 10<sup>0</sup> h ein Spannungs-Dehnungsverhalten welches dem Kurvenhabitus des quasistatischen Zugversuchs sehr ähnlich ist, jedoch aufgrund der konstanten statischen Lasteinwirkung zu geringeren Spannungsniveaus verschoben ist. Die Abhängigkeit der Materialeigenschaften von der Belastungshöhe und somit vom Schädigungszustand ist darin klar ersichtlich. Mit steigender Belastungszeit größer als 10<sup>°</sup> h finden eine deutliche Zunahme der Kriechdehnung und damit einhergehend der Rückgang der Materialsteifigkeit sowie auch ein Rückgang der Materialfestigkeit statt. Weidmann und Ogorkiewicz [27] zeigten anhand Isochroner Spannungs-Dehnungsdiagramme, dass durch Wickeltechnologie hergestellte unidirektional glasfaserverstärkte Epoxidharzlaminate bei Belastungen unter 45 ° und 90 ° zur Faserlängsachse ein zeit- wie auch belastungshöhenabhängiges Werkstoffverhalten besitzen, wobei die Abhängigkeit von der Spannungshöhe bei der Belastung unter 45 ° zur Faserlängsachse deutlich stärker ausgeprägt ist. Papanicolaou et at. [28] sowie Tuttle und Brinson [29] veranschaulichten durch Isochrone Spannungs-Dehnungsdiagramme ebenso eine zeit- sowie belastungshöhenabhängiges Werkstoffverhalten bei Belastungen ungleich der Faserlängsachse achse von unidirektional verstärkten Laminaten, basierend auf mit Epoxidharz vorimprägnierten Kohlenstofffasern.



**Abbildung 17.6:** Isochrones Spannungs-Dehnungsdiagramm für das Laminat (a)  $0^{\circ}$ , (b) ± 45  $^{\circ}$  und (c) 90  $^{\circ}$  in Abhängigkeit der Belastungszeit.

# 18 Zusammenfassung

Zusammenfassend lässt sich das langfristige Materialverhalten kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe in Abhängigkeit der Winkelorientierung der Faserverstärkung wie folgt beschreiben. Bei andauernder statischer Belastungen entlang der Faserorientierung (Laminat 0°) zeigt die Materialsteifigkeit aufgrund des dominierenden Beitrags der Materialeigenschaften der Verstärkungsfasern am Gesamteigenschaftsprofil nur eine geringfügige Abhängigkeit von Belastungszeit- und Belastungshöhe. Dennoch zeigt sich eine deutliche Reduktion der Materialfestigkeit, welche auf signifikante lastinduzierte Schädigungen der Verbundwerkstoffmikrostruktur bei Belastungen vor allem im hohen Lastbereich zurückzuführen ist.

Mit steigendem Faserwinkel und somit mit zunehmendem Beitrag der Matrixkomponenten am Gesamteigenschaftsprofil, zeichnet sich ein Werkstoffverhalten ab, dass deutlich von Belastungshöhe und Belastungszeit geprägt ist. Steigende Belastungsdauer und steigende konstante Belastungsniveaus haben einen signifikanten Anstieg der Kriechdehnung und somit einem deutlichen Abfall des Kriechmoduls zu Folge. Das zeitabhängige Materialverhalten bei Laminataufbauten im ±45 ° Winkelverbund, welches vorrangig auf viskoelastischem und schädigungsinduziertem Abgleiten der Verstärkungsfasern zueinander unter Zug- Scherbeanspruchung der Matrixkomponente basiert, setzt bei den gewählten Lastniveaus unmittelbar mit Belastungsbeginn ein und führt zu einer Steifigkeitsreduktion gemessen an einem deutlichen Abfall des Kriechmoduls und ebenso einhergehender zeitabhängiger Festigkeitsreduktion.

Bei dem Laminat 90°, worin die Matrixkomponente die Funktion der lasttragenden Verbundwerkstoffkomponente mit eingebrachten Störstellen der in Form Verstärkungsfasern übernimmt, zeigt das geprüfte Materialverhalten eine deutliche Abhängigkeit von der Belastungshöhe wie auch von der Belastungszeit. Bei geringen Belastungshöhen zeigen sich anfänglich geringe Kriechdeformationen und somit hohe Werkstoffsteifigkeiten, jedoch führen zunehmende Belastungszeiten bedingt durch Materialviskoelastizität Schädigungsprozesse zu einem Zustand deutlicher und Kriechdeformation und einhergehender Steifigkeitsreduktion, welcher bei hohen Belastungsniveaus von Belastungsbeginn an erreicht wird.

# **19 Literatur**

- [1] G. W. Ehrenstein, *Faserverbund-Kunststoffe, Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften,* Hanser, München, **2006**.
- [2] M. F. Sá, A. M. Gomes, J. R. Correia, N. Silvestre, *Composite Structures* 9, 2409, 2011.
- [3] M. F. Sá, A. M. Gomes, J. R. Correia, N. Silvestre, *Composite Structures* 10, 2450, 2011.
- [4] G. Nkurunziza, A. Debaiky, P. Cousin, B. Benmokrane, *Progress in Structural Engineering* and Materials 7, 194, 2005.
- [5] V. P. Berardi, M. Perrella, L. Feo, G. Cricrì, *Composites Part B: Engineering* 136, **2017**.
- [6] A. V. Movahedi-Rad, T. Keller, A. P. Vassilopoulos, *International Journal of Fatigue* 144, 2019.
- [7] T. R. Bott, A. J. Barker, Industrial & Engineering Chemistry 7, 46 1967.
- [8] G. W. Ehrenstein, S. Pongratz, Beständigkeit von Kunststoffen, Hanser, München, 2007.
- [9] L. W. McKeen, The Effect of Creep and Other Time Related Factors on Plastics and Elastomers, Elsevier Science, Burlington, 2009.
- [10] J. B. Sturgeon, Journal of Materials Science 7, 1490, 1978.
- [11] S. Y. Zhang, X. Y. Xiang, Journal of Reinforced Plastics and Composites 10, 1187, 1992.
- [12] M. Kawai, T. Sagawa, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 3, 523,2008.
- [13] M. Kawai, Y. Masuko, T. Sagawa, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2, 257, 2006.
- [14] F. Ellyin, D. Kujawski, *Construction and Building Materials* 6, 425, **1995**.
- [15] C. Renaud, M. Greenwood, Proceedings of 9 EFUC Meeting, Wroclaw, Poland, 2005.
- [16] Schöck Bauteile GmbH, Schoeck ComBAR, Technische Information, 2014.
- [17] F. Knab, A. Weber, J. Schweinfurth, Beton- und Stahlbetonbau 12, 822, 2015.
- [18] A. Weber, presented at Fourth International Conference on FRP Composites in Civil Engineering, Zurich, Switzerland, July 22-24, 2008.

- [19] A. Weber, presented at The 7th International Conference on FRP Composites in Civil Engineering, Vancouver, Canada, August 22-24, 2014.
- [20] A. Weber, presented at COBRAE 2007, Stuttgart, Germany, 2007.
- [21] K. S. Johal. *Master thesis,* University of Toronto, Toronto, **2016**.
- [22] Shivakumar S., Guggari G. S., International Journal of Advances in Engineering & Technology 5, 218, **2011**.
- [23] J.-F. Jansson, H. Sundström in J. C. Seferis, L. Nicolais (eds.), The Role of the Polymeric Matrix in the Processing and Structural Properties Composite Materials, Boston, MA, pp. 397–406, 1983.
- [24] A. Asadi, J. Raghavan, Composites Part B: Engineering, 359, 2015.
- [25] R. Barnes, H. N. Garden in L. Hollaway, M. B. Leeming (eds.), Strengthening of reinforced concrete structures: Using externally-bonded FRP composites in structural and civil engineering, Boca Raton, FL, Cambridge, England, pp. 183–221, 1999.
- [26] D. Basaid, C. Aribi, J. Kari, A. Benmounah, B. Safi, *Scientific Research and Essays* 6, 59, 2017.
- [27] G. W. Weidmann, R. M. Ogorkiewicz, Composites 3, 117, 1974.
- [28] G. C. Papanicolaou, S. P. Zaoutsos, E. A. Kontou, *Composites Science and Technology* 16, 2535, 2004.
- [29] M. E. Tuttle, H. F. Brinson, *Experimental Mechanics* 1, 89, **1986**.

TEIL V: ANWENDUNG BESCHLEUNIGTER PRÜFMETHODEN ZUR BESTIMMUNG DES LANGFRISTIGEN MATERIALVERHALTENS KONTINUIERLICH FASERVERSTÄRKTER VERBUNDWERKSTOFFE

# 20 Einleitung

Im vorhergehenden Teil IV wurde deutlich dargestellt, dass die Materialeigenschaften kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe mit zunehmender Belastungszeit unter statischen Belastungssituationen veränderlich sind. Viskoelastisches Materialverhalten der Verbundwerkstoffkomponenten, die zeitabhängige Veränderungen der Grenzfläche die dazwischenliegenden Faser-Matrix und Akkumulation von Mikroschädigungen führen unter statischer Belastung mit ansteigender Belastungszeit und mit ansteigender Belastungshöhe zur Zunahme von Werkstoffverformungen einhergehend mit einer Reduktion von Materialfestigkeit und Materialsteifigkeit.

Bei der realen Abbildung von Materialeigenschaften über Zeithorizonte von mehreren Jahrzenten unter der Verwendung von konventionellen Prüfmethoden würde dies Prüfzeiten im analogen Ausmaß unter anwendungsnahen und konstanten Belastungssituationen bedeuten, welches für ökonomische Prüf- und Charakterisierungsprozesse nicht realisierbar wäre. Die Verwendung beschleunigter Prüfmethoden, welche vorrangig durch die Intensivierung von Prüfparameter wie Temperatur beziehungsweise Belastung eine zeitraffende Wirkung auf das Änderungsverhalten der Materialeigenschaften ausüben in Kombination mit nachfolgende Verschiebungskonzepten auf den Grundlagen der Zeit-Temperatur- sowie Spannungs-Zeit-Verschiebung sind daher in der ökonomischen Werkstoffprüfung etabliert.

In Teil II dieser Dissertation, werden aus facheinschlägiger Literatur bekannte beschleunigte Prüfmethoden vorgestellt und hinsichtlich ihres methodischen Ansatzes diskutiert und Anhand bestehender Publikationen für die Verwendung für Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe abgegrenzt. Im Folgenden finden aus den vorgestellten Prüfkonzepten ausgewählte Methoden ihre experimentelle Anwendung, wobei für die beschleunigte Abbildung langfristiger Materialeigenschaften ausschließlich Methoden ausgewählt wurden, bei denen die mechanische Belastungshöhe und die Form der mechanischen Belastung (statisch, monoton, zyklisch) eine beschleunigende Wirkung auf das Verformungsverhalten von Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe unter konstanter Belastungen ausüben. Die Prüftemperatur sowie andere Umgebungsbedingungen werden dabei konstant gehalten und gelten als versuchsinvariante Parameter.
Zur Darstellung der damit feststellbaren langfristigen Materialeigenschaften werden Abbildungsmethoden konventioneller Charakterisierungsmethoden angewandt, welche je nach Prüfmethodik und damit verbundenen erzielbaren Versuchsergebnissen (belastungsund zeitabhängige Kriechkurven beziehungsweise lastabhängiges Zeitstandverhalten) die Basis für die Beurteilung der Anwendbarkeit der Charakterisierungsmethoden für die Abbildung langfristige Materialeigenschaften bilden. Konventionell bestimmte langfristige Materialeigenschaften in der Form der Zeitstandfestigkeit ergänzen die direkte Gegenüberstellung und Anwendbarkeit der beschleunigten Charakterisierungsmethoden für die Abbildung langfristiger Materialeigenschaften von winkelvariant aufgebauten Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen.

Als ausgewählte Methoden dienten, das bereits bekannte und etablierter und Prüfkonzept "stepped isostress method - SSM" woraus als Ergebnis der beschleunigten Abbildung von Kriechprozessen Kriechkurven resultieren, welche in weiterer Folgende zur Darstellung des Zeitstandverhaltens, des Kriechmoduls und der isochronen Spannungs-Dehnungsdiagrammen herangezogen werden können. Das im Rahmen dieser Dissertation neuartige entwickelt Prüfmethode stress rate accelerated creep rupture tests - SRCR nutzt für die beschleunigte Charakterisierung langfristiger Materialeigenschaften die Versagensspannung und Versagensgezeit gezielt herbeigeführter Werkstoffbrüche, welche im Folgenden zur Bestimmung des Zeitstandverhaltens unter statischen Belastungsbedingungen herangezogen werden. Das weitere Prüfkonzepte basierend auf Ermüdungsversuchen mit ansteigendem R-Verhältnis dient ebenso ausschließlichen zur beschleunigten Bestimmung des Zeitstandverhaltens und führt zum Prüfresultat von Versagenszeiten in Abhängigkeit der Belastungshöhe unter statischer Belastung.

# **21** Experimentelles

#### 21.1 Werkstoffe und Prüfkörper

Analog zu den vorhergehenden experimentellen Charakterisierungen in Teil IV wurden wiederrum aus den Teil III kontinuierliche glasfaserverstärkten Verbundwerkstoffplatten Prüfkörper aus den ausgewählten Laminate 0°,  $\pm$  45° und 90° gefertigt und diese den Versuchen zugeführt.

# 21.2 Prüfmethoden

Zur beschleunigten Charakterisierung der mechanischen Langzeiteigenschaften kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe mit winkelvarianter Faserorientierung wurden 3, auf Spannungsvariation basierende Prüfmethoden, verwendet, wo folgend die Prüfmethodik, die experimentelle Herangehensweise wie auch die Versuchsauswertung beschrieben wird.

## 21.2.1 Stepped isostress method – SSM

Wie bereits in Teil II beschrieben, basiert die Messmethode SSM auf den Grundlagen der TSS welche besagen, dass höhere statische Belastungen zu einem Materialverhalten führen, dass dem Materialverhalten bei langfristigen Belastungszeiten jedoch geringerem Belastungsniveau ähnlich ist. Im experimentellen Versuchsablauf besteht die SSM aus nur einem fortlaufenden Versuch, woraus das langfristige Materialverhalten unter statischer Belastung bei Initialspannung und Prüftemperatur bestimmt werden kann. Die Belastungsabfolge besteht dabei aus einer raschen Erstbelastung auf das gewünschte Belastungsniveau zur Ermittlung der Kriechverhaltens (Initialspannung) analog zu klassischen Kriechversuchen, gefolgt von belastungserhöhenden stufenförmigen Lastsegmenten bis zum Erreichen des Werkstoffversagens durch Bruch des Probekörpers (Abbildung 21.1). Durch eine entsprechende Auswertemethodik mit Verschiebung gemessener Kriechverhalten unter statischen Lastbedingungen bei Initialspannung in erweiterten Zeitbereichen zu beschreiben.



Abbildung 21.1: Schematische Darstellung der Belastungsabfolge der SSM.

#### 21.2.1.1 Versuchsdurchführung

Die Initialspannungen für die experimentelle Durchführung der SSM Einzelversuche wurden analog zu den Belastungsniveaus der Kriechversuche aus Teil IV gewählt, wodurch für die Laminate 0° und 90° normierte Spannungen in der Höhe von 60% bis 80% bei einer Unterteilung in 5% Schritte verwendet wurden. Bei dem Laminat ± 45° wurden ebenso in 5% Schritten normierter Spannung Versuche innerhalb des normierten Spannungsbereiches von 70% bis 90% durchgeführt. Die Auswahl der Belastungsdauer und der Belastungshöhe der Einzelsegmente in der SSM Belastungsabfolge, erfolgte empirisch nach vorhergehenden Vorversuchen. Bei den geringen Initialspannungsniveaus konnte bei Belastungszeiten in der Höhe von 1 h je Segment und bei einer Belastungserhöhung um 2,5% normierter Spannung je Segment für die untersuchten Laminataufbau eine optimale Aneinanderreihung der Segmente im nachfolgenden Auswerteprozess erreicht werden. Mit steigender Initialspannung in der Versuchsabfolge verringert sich jedoch die Gesamtbelastungszeit bis zum Einsetzten des Werkstoffversagens rapide (siehe Teil IV), daher wurden für die 3 höheren Initialspannungsniveaus je Laminattype (bei Laminattype 90° nur die 2 höheren Initialspannungsniveaus) bei gleicher Lastabstufung die Belastungsdauer auf 0,2 h verkürzt.

Die Begründer dieser Prüfmethode Giannopoulos und Burgoyne [1,2] wählten für ihre Untersuchungen an trockenen Aramidfaserbündel die Prüfzeiten so, dass bei 3-5 aufeinanderfolgenden Belastungssegment bis zu Bruch der Prüfkörper einen täglichen Testzyklus möglich war, woraus eine Belastungszeit von 5 h je Segment resultierte, wobei bei schon deutlich kürzeren Belastungszeiten je Segment (< 1 h) ein stationärer Kriechprozess festgestellt wurde. Alternative Anwender wie Tanks et al. [3,4] und Hadid et al. [5] verwendeten vorrangig für höhere Prüflasten auch kürzere Segmentprüfzeiten in der Höhe von 1 h beziehungsweise 2 h. Van Deursen [6] gibt dazu einen umfassenden Überblick über die verwendetet Prüfparameter der gegenwertigen Publikationen gibt.

# 21.2.1.2 Prüfequipment

Zur experimentellen Durchführung der SSM Versuchsreihe wurde eine Universalprüfmaschine Typ Zwick Z250 (Ulm, D) mit 250 kN Maximallast und softwareseitig programmierbarem Ablaufeditor verwendet. Die Probenaufnahme in der Prüfmaschine erfolgte mittels mechanischer Keilprobenhalter, die Ermittlung der Prüfkörperverformung mittels berührenden makroXtens Wegaufnehmer, welcher werksseitig auf der Prüfmaschine verbaut war. Zur Ermittlung der anliegenden Prüfkörperbelastung diente ein 250 kN Kraftaufnehmer.

#### 21.2.1.3 Versuchsauswertung

Die Auswertung der SSM mit ansteigender Belastungsabfolge zur Bestimmung des langfristigen Materialverhaltens erfolgte im Groben nach der bereits publizierten Methodik von Hadid et al. [5] beziehungsweise Thanks et al. [3], welche schematisch in Abbildung 21.2 dargestellt ist. Nach Aufteilung der gesamten Dehnungskurve in Segmente entsprechenden der Belastungsstufen (Abbildung 21.2a) erfolgt als erster Schritt in der Auswerteprozedur die vertikale Verschiebung der einzelnen Dehnungssegmente. Die jeweiligen Dehnungssegmente werden um den Anteil der Spontandehnung bei Lasterhöhung zu geringeren Dehnungswerte verschoben, damit die gesamte Deformationskurve nach der Initialdehnung bei Belastung mit der Initialspannung ausschließlich aus zeitabhängigen Kriechdeformationsanteilen unterschiedlicher Laststufen besteht (Abbildung 21.2b).

Als nächster Schritt erfolgt die zeitliche Skalierung der Deformationssegmente entsprechend dem Messprinzip dieser Methode, dass höhere statische Belastungen zu einem Materialverhalten führen, dass dem Materialverhalten bei langfristigen Belastungszeiten jedoch geringerem Belastungsniveau ähnlich ist. Dazu ist es zunächst erforderlich die einzelnen Deformationssegmente entlang der Zeitachse zu geringeren Belastungszeiten zu verschieben, welche jedoch aufgrund dessen, dass die jeweiligen Belastungssegmente im Prüfablauf zu Deformationen führen, welche auf der Gesamtdeformation von vorergehenden Belastungssegmente aufbauen, diese nicht in den Zeitpunkt des Versuchsstartes geschoben werden können (Abbildung 21.2c). Es ist daher notwendig die Deformationssegmente unter die Annahme eines virtuellen Versuchsstartpunks derartig entlang der Zeitachse zu positionieren, dass einerseits die gemessene Probendeformation dem Kriechverhalten einer unbelasteten Probe, ohne jegliche Vorbelastung aus den vorergehenden Lastsegmenten entspricht, anderseits die Deformationssegmente in der final Kriechdeformationskurve zusammengesetzten eine homogene und stetige Deformationskurve bilden.

Dazu extrapolierten Thanks et al. [3] Kriechdeformationskurven, welche mittels Prony-Reihe alternativ mittels Potenzansatz approximiert wurden, bis zu einer Kriechdehnung von 0 % und fanden somit den virtuellen Startzeitpunkt des jeweiligen Kriechsegments. Giannopoulos und Burgoyne [7] verwenden bei analoger Herangehensweise für die Approximation eine Funktion dritter Ordnung. Hadid et al. [5] schlagen primär zur Bestimmung des Versuchsstartpunktes ebenso eine Approximation mittels Potenzfunktion vor, zur Endpositionierung der Segmente empfehlen diese jedoch eine empirische grafische Positionskorrektur anhand der finalen Masterkurve. Guedes [8] stellte analytische Betrachtungen an, um den Empirismus und jegliche Subjektivität bei der Verschiebung entlang der Zeitachse zu eliminieren und zeigte, dass nach Approximation realer Kriechkurvensegmente durch eine Potenzfunktion Verschiebungsfaktoren in Abhängigkeit der Belastungsdifferenz zwischen Realer und Referenzbelastung eine optimale Positionierung entlang der Zeitachse zulassen. Alternative Ansätze zur Positionierung der Kurvensegmente zeigten Achereiner et al. [9,10] beziehungsweise Alwis und Burgoyne [11] bei der Auswertung der Stepped isothermal method (SIM), welche ein sehr ähnliches Auswerteprozedere besitzt. Achereiner et al. [9,10] nutzten eine iterative Positionsanpassung der Einzelsegmente mit dem Ziel identer Steigung der Kurvensegmente am Beginn und am Ende des jeweilig vorergehenden Segmentes. Alwis und Burgoyne [11] verwenden für die Auswertung der SIM eine grafische Vorpositionierung mit Schätzung des Versuchsstartpunktes und nachfolgender numerisch Adaption für eine möglichst kontinuierliche Kriechmasterkurve.

Im Rahme dieser Dissertation erfolgte aufgrund der Vielzahl an Lastniveaus und das bedingt durch den Werkstoffaufbau stark variierende Deformationsverhalten die Positionierung der experimentell gemessen Deformationssegmente entlang der Zeitachse mittels grafischer Vorpositionierung und grafisch iterativer Anpassung der Segmentlage mit dem Hauptaugenmerk einer möglichst homogenen und kontinuierlichen Kriechmasterkurve. Dazu wurde die Segmentposition bei linearer Zeitachsenskalierung so lange entlang der Zeitachse verändert, dass bei nachfolgender logarithmieren der Zeitachse idente Steigungen der Segmentendund Segmentanfangsbereich aufeinanderfolgender Elemente vorlagen. Nach dem Auswerteschritt der Segmentpositionierung entlang der Zeitachse erfolgt die logarithmische Skalierung der Zeitachse und Überführung der Deformationssegmente höherer Belastungsstufen in den Langzeitbereich durch Verschiebung entlang der Zeitachse zu höheren Belastungszeiten (Abbildung 21.2d). Ausgehend vom Deformationssegment bei Initialspannung setzen die Deformationen nächst höherer Belastungsstufen das Abbild des langfristigen Deformationsverhaltens fort und bilden final eine Kriechmasterkurve bei Initialspannung, mit Darstellung des Werkstoffverhaltens über ausgedehnte Zeitbereiche mit all den Informationen und weiterführenden Auswertemöglichkeiten einer klassischen Kriechkurve, vergleichbar mit Teil IV dieser Dissertation.



Abbildung 21.2: Auswertemethodik der beschleunigten Prüfmethode SSM mit (a) Aufteilung in Kriechdeformationssegmente, (b) Vertikalverschiebung um Spontandehnungsanteil, (c) Horizontalverschiebungen in virtuellen Versuchsstartpunkt, (d) Überführung in den Langzeitbereich bei logarithmische Zeitskalierung, (nach [3]).

# 21.2.2 Stress rate accelerated creep rupture test – SRCR

Das im Rahmen dieser Dissertation entwickelte Prüfverfahren, der spannungsratenbeschleunigten Zeitstandversuche (SRCR), nützt zur beschleunigten Werkstoffcharakterisierung modifizierte Zeitstandversuche zur Bestimmung der Werkstofffestigkeit unter langfristiger statischer Belastung, wie bereits in Teil II beschrieben [12]. In Anlehnung an den Prüfablauf konventioneller Zeitstandversuche mit nur einmaliger und konstanter Prüfkörperbelastung bis zu ultimativen Bruchversagen erfolgt bei dieser Methode die Prüfkörperbelastung am Beginn der Versuchsdurchführung mit einem definierten Anfangsspannungsniveau in der Höhe der Initialspannung, gefolgt von einem Belastungssegment mit einer definierten und konstanten Spannungsrate anstelle des statischen Belastungssegments klassischer Zeitstandversuche, wie in Abbildung 8.11 anhand der Prüfkörperbelastung zweier zusammengehörigen Prüfserien für zwei unterschiedliche Initialspannungsniveaus dargestellt. Aufeinanderfolgende Einzeltests mit identer Initialspannungshöhe und weiterführender Belastung mit unterschiedlicher, jedoch während der Einzeltestdurchführung gleichbleibender Spannungsrate resultiert in Bruchfestigkeiten mit zugehörigen Versagenszeiten abhängig der Spannungsrate, welche eine Extrapolation der Versagenspunkte in Richtung der Spannungsrate von 0 MPa/s ermöglichen und somit die Bestimmung der Versagenszeit bei der statischen Belastungssituation eines klassischen Zeitstandversuches bei dem anfänglichen Initialspannungsniveau zulässt. Für die Anwendbarkeit der Methode ist jedoch zu gewährleisten, dass durch die unterschiedlichen Spannungsraten keine Änderung im Schädigungsmechanismus, welcher zum Versagen der Werkstoffstruktur führt, eintritt und dieser mit dem statischen Versagensmechanismus korreliert.

Die Auswahl der Spannungsraten erfolgt dabei anhand experimenteller Gegebenheiten wobei der explizite Wert der Spannungsrate für die Funktion der Messmethode unbedeutend ist. Das Messprinzip beruht auf der Gegebenheit, dass nachfolgend, nach einer ersten Initialspannungsaufbringung sinkende Belastungsgeschwindigkeiten zu einer Festigkeitsreduktion aufgrund sich ausbreitender Werkstoffschädigung und polymerphysikalischer Relaxationsprozesse bei ansteigenden Versagenszeit entsprechend dem Werkstoffverhalten in Abhängigkeit der Prüfgeschwindigkeit, wie in Teil III dargestellt, führt. Die Auswahl der Belastungsgeschwindigkeiten in Form von variierenden Spannungsraten ist dabei immer in Abhängigkeit der Werkstofffestigkeit, beispielsweise bestimmbar im quasistatischen Zugversuch, und der Höhe der Initialspannung zu bestimmen. Hohe Spannungsraten, wie zum Beispiel 100 MPa/s, können nur bei einer entsprechenden Spannungsdifferenz zwischen Initialspannung und Bruchspannung verwendet werden da diese zu Versagenszeiten von wenigen Sekunden führen. Umgekehrt führen besonders geringe Spannungsrate, wie zum Beispiel 0,001 MPa/s, bei großer Spannungsdifferenz zwischen Initialspannung und zu erwartender Bruchspannung zu erheblichen Messzeiten womit die Methode den Anspruch einer beschleunigten Messmethode verliert. Durch die Anwendung dieser Prüfmethode an unterschiedlichen Initialspannungsniveaus kann analog zur Versuchsanwendung klassischer Zeitstandversuche das langfristige Materialverhalten mit teilweise erheblichen Versagenszeiten innerhalb eines definierten Lastbereichs bestimmt werden, jedoch mit deutlich

reduzierten experimentellen Prüfzeiten, wie schematisch in Abbildung 8.11 anhand einer Zeitstandmasterkurve, bestimmt mittels SRCR dargestellt. Generell ist jedoch für die Anwendung der Methode zu gewährleisten, dass durch die unterschiedlichen Spannungsraten keine Änderung im Schädigungsmechanismus, der zum Versagen der Werkstoffstruktur führt, eintritt und dieser mit dem statischen Versagensmechanismus korreliert.



log (Belastungszeit)

**Abbildung 21.3:** Schematische Darstellung des Belastungsablaufes für 2 Messserien mit unterschiedlicher Initialspannung zur Bildung der Zeitstandmasterkurve.

#### 21.2.2.1 Versuchsdurchführung

Für die Verifikation der Anwendbarkeit der Prüfmethode wurden an den Laminaten 0° und 90° die Initialspannung, als normierte Spannung in Abhängigkeit der quasistatischen Zugfestigkeit, in relativer Höhe von 40%, 60%, 70%, 80%, bei dem Laminat  $\pm$ 45° die Initialspannungslevel bei 60%, 80% und 90% gewählt. Die Auswahl der Prüfspannungsraten erfolgte nach vorhergehend beschriebenen Gegebenheiten in einer logarithmischen Abstufung, wobei für die Laminate  $\pm$ 45° und 90° mindestens 4 unterschiedliche Spannungsraten je Initialspannungsniveau verwendet wurden und für das Laminat 0° wurden 5 unterschiedliche Spannungsraten gewählt. Die Auswahl der Maximalrate je Laminattype erfolgte nach den quasistatischen Festigkeiten der Laminate mit einer Spannungsrate in der Höhe von 100 MPa/s für das Laminat 0°, 10 MPa/s für das Laminat  $\pm$ 45° und 1 MPa/s für das Laminat 90°, wobei bei geringer Spannungsdifferenz zwischen Initialspannung und Bruchspannung die Spannungsrate um eine Dekade reduziert wurde.

## 21.2.2.2 Prüfequipment

Analog zur experimentellen Durchführung der SSM Versuchsreihe wurde dieselbe Universalprüfmaschine Typs Zwick Z250 (Ulm, D) mit 250 kN Maximallast und softwareseitig programmierbarem Ablaufeditor verwendet. Die Probenaufnahme in der Prüfmaschine erfolgte wiederrum mittels mechanischer Keilprobenhalter und die Aufnahme der Prüfkörperbelastung mittels 250 kN Kraftaufnehmer. Da bei dieser beschleunigten Messmethode ausschließlich die Festigkeit und die Versagenszeit zur Charakterisierung des langfristigen Materialverhaltens herangezogen werden, wurde auf die Verwendung eines berührenden Wegmesssystems direkt auf dem Probekörper verzichtet und ausschließlich der Weg der Prüfmaschinentraverse aufgezeichnet.

#### 21.2.2.3 Versuchsauswertung

Im Zuge der Versuchsauswertung dieser beschleunigten Prüfmethode SRCR wurden die spannungsratenabhängigen Versagenspunkt bei doppellogarithmischer Auftragung im Spannungs-Zeit-Diagramm linear zum Niveau der Initialspannung extrapoliert. Der somit entstehende Schnittpunkt zwischen linearer Regressionsgerade und Initialspannungsniveau stellt die Versagenszeit bei einer Belastungsrate von 0 MPa/s dar, welches einem statischen Belastungsszenario analog zum Versuchsablauf klassischer Zeitstandversuche entspricht. Die Durchführung dieser Auswertung bei Versuchsergebnisse basierend auf mehreren Initialspannungsniveaus führt zu Versagenszeiten bei mehrere statischen Initialspannungslevel und ermöglicht somit weiterführend durch eine weitere Regressionsgerade das langfristige Materialverhalten analog zur Auswertung klassischer Zeitstandversuche darzustellen. Die zulässigen Extrapolationsgrenzen in den Langzeitbereich können für diese Methode derzeitig noch nicht explizit angegeben werden, da aufgrund der Neuwertigkeit der Messmethode langfristige Untersuchungen und Studien mit Verifikation realer Versagenszeiten aus dem Langzeitbereich fehlen.

#### 21.2.3 Ermüdungsversuche mit R-Verhältnis Variation

Diese beschleunigte Prüfmethode basiert wie in Teil II beschrieben auf einem ähnlichen experimentellen Versuchsablauf wie dieser auch für bruchmechanische Prüfkonzepte angewandt wird. Bei aufeinanderfolgende zyklischen Ermüdungsversuchen ist zu beobachten, dass bei gleichbleibender Oberspannung (Maximallast in der zyklischen Belastungsfolge) mit ansteigendem R-Verhältnisses, dem Verhältnis zwischen Minimal- und Maximalspannung, die jeweiligen Versagenszeiten bis zum Bruch der zugehörigen Probekörper zunehmen [13,14]. Aus einer Serie experimentell ermittelter Versagenszeiten mit ansteigendem R-Verhältnis ist es somit möglich die Versagenszeiten in Richtung R=1 zu extrapolieren, welches die statische Lastsituation bei Oberspannung darstellt und somit die Versagenszeit eines klassischen Zeitstandversuches repräsentiert. Versuchsserien mit unterschiedlichen Oberspannungen erlauben somit ein Abbild der langfristigen Zeitstandfestigkeit innerhalb experimentell beschränkter Prüfzeiten aufgrund der beschleunigenden Wirkung zyklisch ermüdender Werkstoffbelastung jedoch nur unter der Voraussetzung, dass unter zyklischer und statischen Belastung dieselben Schädigungsmechanismen im Werkstoff stattfinden.

## 21.2.3.1 Versuchsdurchführung

Für die Verifikation der Eignung der Prüfmethoden wurden an den ausgewählten Laminaten im Zugschwellbereich bei konstanter normierter Oberspannung Versuche bei R-Verhältnissen in der Höhe von R=0,1, R=0,4 und R=0,7 bis zum Bruchversagen des Prüfkörpers durchgeführt. Bei den Laminaten 0° und 90° erfolgte die zyklische Sinusbelastung bei einer einheitlichen Prüffrequenz von 10 Hz. Aufgrund hysteretischer Erwärmung wurde die Prüffrequenz bei der Laminattype ± 45° auf Frequenzen im Bereich von 3 bis 7 Hz reduziert, wobei bei niedrigem R-Verhältnis und hoher Oberspannung die geringste Prüffrequenz verwendet wurde.

El Kadi und Ellyin [15] wie auch Justo et al. [16] zeigten, dass eine geringfügige Variation der Prüffrequenz zu identer Anzahl an Versagenszyklen führt, daher wurden die Versuchsergebnisse in den nachfolgenden Auswertungen und in den Ergebnisdarstellungen kombiniert unabhängig der Prüffrequenz dargestellt. Die Auswahl der Höhe der Versuchsoberspannung je Einzelversuch erfolgte analog zu den vorergehend vorgestellten Prüfmethoden in Abhängigkeit der quasistatischen Zugfestigkeit, in der Höhe von 30 % bis 70 % normierter Oberspannung bei dem Laminat 0 °, 50 % bis 90 % normierter Oberspannung bei dem Laminat ± 45 ° und 50 % bis 80 % normierter Oberspannung bei dem Laminat 90 ° bei jeweiliger 10 protziger Abstufung des Oberspannungslevels.

# 21.2.3.2 Prüfequipment

Die erforderlichen zyklischen Ermüdungsversuche im Zugeschwellbereich wurden auf einer servohydraulischen Prüfmaschine vom Typ MTS 322.31 des Herstellers MTS Systems GmbH (Berlin, D) mit einer möglichen Maschinenmaximalbelastung von 250 kN durchgeführt. Die Aufnahme der mit Aufleimer versehenen Flachproben erfolgte mittels hydraulischer Wedge-Grips des Maschinenherstellers, die Kraftaufzeichnung erfolgte mittels 250 kN Kraftaufnehmer. Zum entgegenwirken eventueller hysteretischer Prüfkörpererwärmung wurde die Prüfkörpertemperatur mittels Infrarot-Temperaturfühler wie auch die Prüfkörperverformung mittels berührendem Ansetzextensometer kontinuierlich mitaufgezeichnet.

#### 21.2.3.3 Versuchsauswertung

Ausgehend von der experimentell bestimmten Anzahl an Lastzyklen ( $N_B$ ) bis zum Versagen der Proben bei den unter unterschiedlichen Belastungshöhen und unter Prüffrequenzen in der Höhen von 10 Hz für die Laminate 0 ° und 90 ° beziehungsweise 3 bis 7 Hz für die Laminattype ± 45 ° durchgeführten Einzelversuchen wurden unter der Annahme einer für alle Versuche identer Prüffrequenz (f) in der Höhe von 10 Hz die Versagenszeiten ( $t_B$ ) bis zum Prüfkörperversagen nach Gleichung 21.1 bestimmt. Diese rechnerisch ermittelten Versagenszeiten entsprechen einerseits (Laminattype 0 ° und 90 °) den während der Versuchsdurchführung real auftretenden Versagenszeiten, anderseits für die Laminattype ± 45 ° unter dem Vorbehalt konstanter Prüffrequenz als vergleichbares Pendant, welches zur Ergebnisdarstellung herangezogen werden können. Bei dieser Prüfmethode werden ausschließlich durch die Variation des R-Verhältnisses prüffrequenzinvariante Versagenszeiten bestimmt, daher können diese realen Versagenszeiten beziehungsweise gleichwertige rechnerisch ermittelte Zeiten zur Bestimmung der Versagenszeit unter der gewünschten statischen Lastsituation (R=1) mittels Extrapolationsmethode herangezogen werden.

$$t_B = \frac{N_B}{f} \tag{21.1}$$

Diese Versagenszeiten wurden folgend in Kombination mit der anliegenden Prüfspannung zur Ergebnisdarstellung in der Form von Wöhlerdiagramm verwendet, wobei ungleich der üblichen Darstellungsform die Oberspannung (Maximalspannung der zyklischen Prüfkörperbelastung) auf der Ordinate aufgetragen wurde. Bei der gemeinsamen Ergebnisdarstellung der Versuchsserien mit unterschiedlichem R-Verhältnisses würde bei üblicher Auftragung, mit Auftragung der Spannungsamplitude auf der Ordinate, die Spannungsamplitude mit steigenden R-Verhältnis sinken und im Extrapolationsfall bei R=1 den Wert 0 annehmen. Aus diesem Grund wurden die experimentell bestimmten Versagenszeiten in Kombination mit der jeweils zugehörigen Oberspannung und dem zugehörigen R-Verhältnis in Wöhlerdiagrammen dargestellt. Ausgehen davon wurden nach der Erstellung linearen

106

Regressionsgeraden die jeweiligen Versagenszeiten identer Oberspannung in einem weiteren Diagramm über der Höhe des R-Verhältnisses aufgetragen. Dieses Versagenszeiten je R-Verhältnis wurden bei semilogarithmischer Achsenskalierung (Versagenszeit logarithmisch, R-Verhältnis linear) durch einen lineare Regressionsgerade extrapolativ in Richtung R=1 erweitert, wodurch die Versagenszeit für das statische Belastungsszenario bei Belastung mit Oberspannung bestimmt wurde. Die dadurch ermittelten Versagenszeiten wurden wiederrum im Wöhlerdiagramm ergänzt und zeigen somit die daraus resultierende Wöhlerlinie, bestehend aus den Versagenszeiten bei entsprechender Spannungsbelastung und R-Verhältnis in der Höhe von 1, welches der statischen Belastungssituation entspricht.

Da bei dieser Versuchs- und Extrapolationsmethode bei gleichbleibender Oberspannung mit der Veränderung des R-Verhältnisses auch unweigerlich das Niveau der Mittelspannung zu höheren Spannungen mitverändert wird, wurden alternativ zur vorgestellten Auswertemethodik die vorhanden Messdaten auch dahingehend ausgewertet, dass die Mittelspannung als konstante Größe bei analoger Variation des R-Verhältnisses für die Versuchsserie angenommen wurde. In Abbildung 21.4 sind schematisch die zyklischen Prüfkörperbelastungen bei konstanter Mittelspannung und variierendem R-Verhältnis inklusive der zu bestimmenden statischen Lastsituation mit R-Verhältnis in der Höhe von 1 dargestellt. Nach der Auftragung der Versagenszeiten der bei konstanter Oberspannung experimentell bestimmten Messdaten in einem Wöhlerdiagramm mit der Mittelspannung als Ordinate erfolgte analog zur vorhergehenden Versuchsauswertung die Auftragung der Versagenszeiten in Abhängigkeit des R-Verhältnisses, die Extrapolation der Versagenszeit zu einem R-Verhältnis in der Höhe von R=1 und wiederrum die Darstellung der statischen Belastungssituation im Wöhlerdiagramm. Die experimentelle Durchführung der zyklischen Messmethode bei konstanter Mittelspannung birgt das Problem, dass bei geringem R-Verhältnis wie R=0,1 und moderater Mittelspannung, beispielsweise bei 80 % normierter Spannung, die Oberspannung in der zyklischen Belastungsabfolge einen Wert in der Höhe von 145 % der quasistatischen Kurzzeitfestigkeit einnehmen müsste, welches mit großer Wahrscheinlichkeit bereites bei dem ersten Belastungszyklus zum Probenversagen führen würde.



**Abbildung 21.4:** Schematische Darstellung des Belastungsablaufes der Ermüdungsversuche mit R-Verhältnis Variation bei konstanter Mittelspannung mit den R-Verhältnissen R=0,1; R=0,4; R=0,7 und der extrapolativ zu bestimmen statischen Lastsituation R=1.

# 22 Ergebnisse und Diskussion

# 22.1 Stepped isostress method – SSM

In der Abbildung 22.2 und Abbildung 22.2 ist das Kriechverhalten der Laminate 0°, ± 45° und 90° dargestellt. Darin wird der zeitabhängige Verlauf der Deformation, ermittelt mittels SSM Versuchen den Ergebnissen konventioneller Kriechversuche bei konstanter statischer Lastbeaufschlagung gegenübergestellt. Die experimentell ermittelten SSM Kriechkurven wurden dazu aus den Einzeldeformationssegmenten entsprechend der stufenweisen ansteigenden Lastbeaufschlagung nach dem Auswerteprozedere, dargestellt in Abschnitt 21, zusammengesetzt. Die aufgenommenen Einzelsegmente der Kriechdeformation sind dem Anhang zu entnehmen.

Bei dem Laminat 0°, dessen Kriechverhalten bei 5 unterschiedlichen normierten Lastniveaus im Bereich von 60% bis 80% in Abbildung 22.2a dargestellt ist, zeigt sich, dass unter Verwendung der SSM bei der ersten Lastaufbringung vergleichbare Initialdehnungen zu den konventionellen Kriechversuchen auftreten welche proportional mit der Belastungshöhe ansteigen. Des Weiteren ist eine geringe Verschiebung der Dehnungszunahme bei Lastaufbringung zu geringeren Zeiten feststellbar, welches jedoch ausschließlich auf die Regelparameter bei Lastbeaufschlagung der unterschiedlich verwendeten Prüfmaschinen zurückzuführen ist. Der auf die Lastaufbringung folgende zeitabhängige Anstieg der Kriechdehnung kann als ähnlich beziehungsweise ident zu den konventionell ermittelten Kriechkurven bezeichnen werden. In den Ergebnissen ist jedoch ersichtlich, dass durch die beschleunigte Prüfmethode SSM bei den Belastungsniveaus 70 %, 75 % und 80 % ein Prüfkörperversagen zu späteren Versagenszeiten eintritt, welches bedeuten würde, dass durch den beschleunigten Prüfprozess SSM der bei konventionellen Kriechversuchen stattfindenden zeitabhängigen Schädigungsausbreitung innerhalb der Mikrostruktur zu wenig Bedeutung angemessen wird und somit scheinbar eine höhere Zeitstandfestigkeit festzustellen ist. Bei der Laststufe von 60 % ist der konventionelle Kriechversuch aufgrund Limitation der Prüfzeit nicht bis zum Prüfkörperversagen ausgeführt worden, wodurch hier keine Information bezüglich der Korrelation des Versagenspunkts bei diesem Belastungslevel abzuleiten ist.

Die Korrelationen der SSM Ergebnisse vergleichend zu den konventionellen Kriechversuchsergebnissen des Laminat ±45° sind in Abbildung 22.2b dargestellt. Bei wiederrum 5 normierten Belastungsniveaus, wobei die erste Belastungshöhe zwischen den SSM Versuchen und den konventionellen Kriechversuchen variiert, zeigt sich wiederrum bedingt durch prüfmaschinenabhängige Regelparameter eine Verschiebung der ersten Dehnungszunahme zu geringeren Zeiten. Die folgenden Kriechkurven der SSM Versuchsreihe zeigen mit Ausnahme des Lastniveaus 85 % eine geringere Absolutdehnung bei identer Belastungshöhe und gleicher Belastungszeit verglichen zu den konventionell ermittelten Kriechkurven bei annähernd identen Kurvenform. Konträr zu dem Laminat 0° zeigen die SSM Versuche am Laminataufbau ± 45 ° jedoch eine deutlich reduzierte Versagenszeit und somit einhergehend auch eine deutlich reduzierte Bruchdehnung, welches folgend bei der Auswertung der Zeitstandfestigkeiten diskutiert wird. Ergänzend ist jedoch anzumerken, dass bei den konventionellen Kriechversuchen bei den Belastungsniveaus in der Höhe von 60 %, 75 % und 80 % kein Prüfkörperversagen innerhalb der limitierten Belastungszeit von 10<sup>3</sup> Stunden erreicht werden konnte und daher diese Belastungsniveaus nicht in Betracht gezogen werden dürfen.

Die gegenüberstellenden Versuchsergebnisse des Laminataufbaues 90° sind in Abbildung 22.2 dargestellt, wo bei den 5 normierten Belastungshöhen im allgemeinen eine vergleichbare Kurvencharakteristik bezüglich Kurvenform und Höhe der Initialdehnung zwischen SSM und konventionellen Kriechversuchen feststellbar ist. Jedoch findet die Phase deutlicher Dehnungszunahme welche schließlich in das Prüfkörperversagen mündet bei den SSM Versuchen bei späteren Zeiten statt, wobei dieses Verhalten nicht unmittelbar auf einen Effekt der Prüfmethode rückzuführen ist. Aufgrund dessen, dass konventionelle Kriechversuche bei gleicher Belastungshöhe wie die erste Laststufe der SSM Versuche stattfindet, sollte trotz der Verwendung der beschleunigter Prüfmethode die Initialdehnung wie auch Kriechdehnung am Beginn der Kriechkurven, direkt nach Lastaufbringen, keinen Unterschied zwischen den beiden Prüfmethoden zeigen. Da jedoch die vorliegenden SSM Ergebnisse vorrangig bei höheren Initialspannungsniveaus eine Verschiebung der sonst eher ähnlichen Kriechkurven zu höheren Versuchszeiten zeigen, können sowohl Imperfektionen in der Herstellung der Prüfplatten aber auch der geringfügige Temperaturunterschied in der Prüftemperatur zwischen 25 °C bei den konventionellen Versuchen und Raumtemperatur in der Höhe von circa 23 °C bei den SSM Versuchen als mögliche Ursachen für die Differenz in der festgestellten Kriechverformung gewertet werden.

Vorzeit hervorgerufene Werkstoffschäden aufgrund von Problemen bei der Lastaufbringung in Form eines möglichen Überschwingens der Belastungsrampe konnte anhand des aufgezeichneten Kraftsignales nicht festgestellt werden. Aufgrund der zu höheren Zeiten verschobenen Kriechdeformation findet folgend auch das Prüfkörperversagen bei den Lastniveaus von 70 % bis 80 % bei den mittels SSM ermittelten Kriechkurven bei höheren Versagenszeiten statt. Für das Lastniveau von 60 % gilt selbiges wie bei Laminat 0 ° womit zusammenfassend für die beiden Laminate 0 ° und 90 ° bei den SSM Versuchen ein verschobenes Prüfkörperversagen zu höheren Versagenszeiten feststellbar ist, welches konträr zum Versagensverhalten des Laminats  $\pm$  45 ° ist.



**Abbildung 22.1:** Kriechkurven der Laminate (a) 0 ° und (b)  $\pm$  45 ° bestimmt mittels SSM-Methode (durchgezogenen Linie) und konventionellen Kriechversuchen (CR - strichlierte Linie).



**Abbildung 22.2:** Kriechkurven des Laminattype 90 ° bestimmt mittels SSM-Methode (durchgezogenen Linie) und konventionellen Kriechversuchen (CR - strichlierte Linie).

# Die Gegenüberstellung der ausgewerteten Zeitstandfestigkeiten, der mittels SSM und konventionellen Versuchen bestimmten Kriechkurven, ersichtlich in

Abbildung 22.3, zeigt die bereits zuvor erwähnte Verschiebung der Versagenszeiten für die untersuchten Faserwinkel. In der Darstellung ist ersichtlich, dass bei den Laminaten 0 ° und 90 ° die Kurven der Zeitstandfestigkeiten durch die Verwendung SSM Methode bei annähernd identer Steigung zu höheren Versagenszeiten verschoben sind. Bei dem Laminat ± 45 ° zeigt sich hingegen vor allem bei geringerem Belastungsniveaus ein deutlich früheres Prüfkörperversagen und somit ein verändertes Zeitstandverhalten durch die Prüfmethode SSM, welches die Zuverlässigkeit der Messmethode mit den gewählten Prüfparameter für Laststufenabstand und Belastungszeit je Laststufe für die Bestimmung der Zeitstandfestigkeit von winkelvarianten Hochleistungsverbundwerkstoffen in Frage stellt.

Wie bereits anhand der konventionell durchgeführten Kriechversuche in Abschnitt IV festgestellt und diskutiert führen bei Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen langfristige statische Belastungen zu einem auf Viskoelastizität und Mikroschädigung basierendem zeitabhängigen Verformungsverhalten, welches bei normierter Lastauftragung, in Relation zur quasistatischen Kurzzeitfestigkeit, in einem faserwinkelinvarianten Zeitstandverhalten resultiert [17–20]. Durch die stufenweise Erhöhung der statischen Belastung bei der Durchführung der SSM, wird die Gesamtbelastungszeit bis zum Hervorrufen eines Werkstoffzustandes bei dem das Versagen eintritt deutlich verringert, welches jedoch vorrangig aufgrund der geringen Zeitabhängigkeit der Werkstoffeigenschaften der Laminate 0° und 90° innerhalb der SSM-Gesamtbelastungszeiten von wenigen Stunden nur geringfügige Auswirkungen auf das Zeitstandverhalten mit sich bringt, wie in den Isochronen Spannungs-Dehnungsdiagrammen in Abbildung 17.6 ersichtlich.

Hingegen bei dem Winkelverbundlaminat ± 45 ° tritt bei konventioneller Charakterisierung von Belastungsbeginn an eine deutliches zeitabhängiges Werkstoffverhalten aufgrund Faserrelativbewegung und Faserrotation innerhalb der viskoelastischen Verbundwerkstoffmatrix auf, welche bei ausgedehnten Belastungszeiten in einer erheblichen Kriechdeformation resultiert [21]. Die rasche stufenförmige Belastungserhöhung bei der SSM Anwendung reduzieret diese erforderlichen Belastungszeiten jedoch deutlich, wodurch verglichen zu konventionellem Zeitstandverhalten ein frühzeitiges Versagen bei geringer Gesamtdeformation eintritt, wie es auch bei den konventionellen Kriechversuchen in Abbildung 17.2 bei hohen Laststufen zu beobachten war. Eine explizite Aufklärung dieses Effektes würde jedoch weitere umfangreichere Untersuchungen erfordern, auch unter der Anwendung längerer Belastungszeiten je Belastungsstufe um den Einfluss der Gesamtbelastungszeit auf die Prüfmethode verifizieren zu können.

Aus facheinschlägiger Literatur kann lediglich entnommen werden, dass es sich nach Angaben von van Deursen [6] bei dieser Prüfmethode um eine von Giannopoulos und Burgoyne [1] im Jahr 2009 entwickelte Methode handelt, welche auch die aktuell geringe Anzahl verfügbarer Publikationen rechtfertigt. Unter der Anwendung der Methode konnten dennoch Giannopoulos und Burgoyne [1,2,7,22,23] zeigen, dass die Bestimmung der Zeitstandfestigkeit von Aramid-Fasern entlang der Faserrichtung mittels SSM und der ebenso beschleunigten Prüfmethode SIM gute Korrelation mit klassischen Zeitstandversuchen liefert, welches dem dargestellten Verhalten der Laminate 0° entspricht. Tanks et al. [3,4] zeigte ähnlich korrelierende Ergebnisse unidirektional kohlenstofffaserverstärke Laminate unter transversaler Belastung, welches der Belastungsrichtung des Laminates 90° entspricht. Für das im Winkelverbund aufgebaute Laminat ±45° konnte anhand vorliegenden Publikationen keine Erkenntnis über das Zeitstandverhalten inklusive dem vorzeitigen Prüfkörperversagen durch die beschleunigte Messmethode SSM gewonnen werden, wodurch eine allgemeine Stellungnahme zur Anwendbarkeit und Zuverlässigkeit der Prüfmethode für Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe mit winkelvariantem Aufbau keine seriöse Aussage bedeuten würde. Auf Basis der vorliegenden Versuchsergebnisse zeigt die SSM Methode einen nicht konservatives Vorhersageverhalten (Laminattype 0°) und somit eine Überschätzung realer Zeitstandzeiten wobei die Anwendbarkeit der SSM Methode gewisse Defizite, im Konkreten für die Laminate ± 45 ° und 90 °, zeigt. Zu dessen Erforschung bedarf es weiterer Untersuchungen, welche definitiv auch die Charakterisierung der ablaufenden Schädigungsprozesse innerhalb der winkelvarianten Laminataufbauten zu beinhalten haben.



**Abbildung 22.3:** Zeitstandfestigkeit der Laminate 0°,  $\pm$  45 ° und 90° bestimmt mittels SSM-Methode (durchgezogenen Linie) und konventioneller Kriechversuche CR (strichlierte Linie).

## 22.2 Stress rate accelerated creep rupture test – SRCR

Die Ergebnisse der beschleunigten Prüfmethode SRCR, basierend auf modifizierten Zeitstandversuchen sind in Abbildung 22.4 dargestellt, wobei diese Prüfmethode ausschließlich zur Bestimmung des Zeitstandverhaltens verwendet werden kann. In Abbildung 22.4 a sind für das Laminat 0° die Bruchspannungen mit den zugehörigen Versagenszeiten für die gewählten Initialspannungen in der Höhe von 40%, 60%, 70% und 80% normierter Spannung in doppellogarithmischer Diagrammdarstellung aufgetragen. Die Versagenspunkte sind anhand der Darstellungsfarbe den jeweiligen Initialspannungen zuzuordnen und zeigen, dass bei Variation der Spannungsrate mit sinkender Belastungsgeschwindigkeit die Bruchspannungen sinken und die zugehörigen Versagenszeiten bis zum Bruch der jeweiligen Probekörper zunehmen [24–26].

Bei hoher Initialspannung ist generell ein rasches Prüfkörperversagen bei geringem Einfluss der nachfolgenden Spannungsraten feststellbar. Im Gegensatz dazu, zeigt sich bei den geringeren Initialspannungen, dass die Auswahl der Belastungsgeschwindigkeit einen deutlichen Einfluss auf die Bruchspannung und somit auf die Versagenszeit hat. Die Extrapolation dieser experimentell ermittelten Versagenspunkte zum Level der Initialspannung ermöglicht die Bestimmung der Versagenszeit bei jeweiliger Initialspannung, welches das Belastungsszenario bei konstanter statischer Belastung darstellt. Hier ist eine Zunahme der Versagenszeit mit sinkender Initialspannung zu beobachten, wobei bei Initialspannung in der Höhe von 40 % der Schnittpunkt zwischen Extrapolationsgeraden und Initialspannungslevel den relevanten Darstellungsbereich bei weitem überschreitet. Eine Regressionsgerade durch die extrapolativ ermittelten Versagenszeiten bei den zugehörigen Initialspannungsniveaus zeigt analog zur Ergebnisdarstellung klassischer Zeitstandversuche die Zeitstandfestigkeit für das Material 0 ° welche bei Bestimmung mittels SRCR von 87 % normierter Spannung bei sehr kurzen statischen Belastungszeiten in der Höhe von 10<sup>-3</sup> h auf 57 % normierter Spannung bei einer Belastungszeit von 10<sup>6</sup> h abfällt.

Für das Laminat ± 45 ° sind die Ergebnisse der SRCR Prüfmethode in Abbildung 22.4 b dargestellt, wobei die Initialspannungen in der Höhe von 60 %, 80 % und 90 % zur Anwendung kamen. Durch die vergleichsweise langsame Belastungsgeschwindigkeit bei der Durchführung der quasistatischen Zugversuche ist als erstes ersichtlich, dass durch die rasche Prüfkörperbelastung bei der Durchführung der SRCR Versuche Bruchspannungen bei weit über 100 % der quasistatischen Bruchfestigkeit erreicht werden können. Analog zu dem Laminat 0 ° ist auch bei dieser Laminattype ersichtlich, dass nur geringe Initialspannungslevels eine ausgeprägte Abhängigkeit der Bruchspannung von der Belastungsrate zeigen. Die daraus ermittelten Versagenszeiten für die jeweiligen Initialspannungslevels liegen deckungsgleich auf der Regressionsgeraden der Zeitstandlinie, welche von 103 % auf 70 % normierter Spannung innerhalb des Zeitintervalls von  $10^{-3}$  h auf  $10^{6}$  abfällt.

Das Laminat 90°, dessen SRCR Ergebnisse in Abbildung 22.4 c dargestellt sind, zeigt bei gleichen normierten Initialspannungsniveaus zum Laminat 0° ähnlich Versagenszeiten. Die daraus resultierende Zeitstandfestigkeit sinkt von 92 % auf 56 % innerhalb des Zeitintervalls



von 10<sup>-3</sup> h auf 10<sup>6</sup> h und somit fallen diese etwas rascher mit zunehmender Versagenszeit bei etwas höherer Anfangsfestigkeit verglichen zu dem Laminat 0°.

**Abbildung 22.4:** SRCR Zeitstandfestigkeit des Laminat (a) 0 °, (b)  $\pm$  45 ° und (c) 90 ° bestimmt Anhand der dargestellten Versagenspunkte für die jeweiligen Initialspannungsniveaus.

Bei gemeinsamer Ergebnisdarstellung der mittels SRCR untersuchten Laminate, ersichtlich in Abbildung 22.5, zeigt die Gegenüberstellung der Zeitstandfestigkeiten zu konventionell ermittelten Ergebnissen, dass diese entwickelte Prüfmethode eine gute Übereinstimmung zu konventionell ermittelten Ergebnissen liefert, wobei die zu vergleichenden konventionellen Ergebnisse ebenso auf Messdaten mit experimenteller Versuchszeitlimitation in der Höhe von 1000 h und extrapolativer Zeitbereichserweiterung beruhen. Durch die beschleunigte Prüfmethode zeigt sich zwar bei geringeren Belastungslevels und somit größeren Versagenszeiten eine Verschiebung der Zeitstandfestigkeit zu größeren Versagenszeiten, welches ein Indiz ist, dass durch die kurzen Gesamtprüfzeiten bei der Anwendung der beschleunigten Prüfmethode zeitlich ablaufende Werkstoffänderung, basierend auf Viskoelastizität und Schädigung der Verbundwerkstoffmikrostruktur, verglichen zu den extrapolativ bestimmten Referenzmessdaten nicht ganzheitlich abgebildet werden können. Deren absolute Abweichung ist jedoch als geringfügig einzustufen und die Charakteristik, dass alle Laminataufbauten einen in etwa identen zeitlichen Abfall der Zeitstandfestigkeit besitzen bleibt beachten erhalten [17,18]. Zu ist jedoch, dass bei den durchgeführten Ergebnisauswertungen in Abbildung 22.4 die experimentell ermittelten Versagenspunkte über weite Zeitbereiche in den Langzeitbereich extrapoliert wurden, um die Versagenszeiten bei den jeweiligen Initialspannung zu bestimmen. Nach Angaben von Ehrenstein [27] sind bei faserverstärkten Kunststoffen bei der Durchführung von klassischen Zeitstandversuchen Extrapolationsbereiche von bis zu 1,5 Dekaden üben den letzten Messpunkt hinaus in den Langzeitbereich zulässig, welche bei der SRCR Ergebnisauswertung bei weitem überschritten werden. Da bei dieser neuartigen Prüfmethode die Bestimmung der Versagenszeit bei einem bestimmten Lastlevel durch ein Reihe von Einzelversuchen mit unterschiedlichen Spannungsrate und sonst identem Belastungsablauf erfolgt, ist es durchaus zu erwarten, dass eine Erweiterung des limitierten Extrapolationsbereichs in den Langzeitbereich zulässig wäre, insofern keine ratenabhängigen Änderungen in den zugrundliegenden Schädigungsmechanismen stattfinden. Die Festlegung derartiger Extrapolationsgrenzen erfordert jedoch neben Untersuchungen der Bruchoberflächen zur Charakterisierung der Schädigungsmechanismen der Anwendung auch unter weiter reduzierter Beanspruchungsgeschwindigkeiten und damit resultierender ausgedehnter experimenteller Prüfzeiträume weiterführende Untersuchungen.



**Abbildung 22.5:** Zeitstandfestigkeit der Laminate 0°,  $\pm$  45 ° und 90° bestimmt mittels SRCR-Methode (durchgezogenen Linie) und konventioneller Kriechversuche CR (strichlierte Linie).

# 22.3 Ermüdung mit R-Verhältnis Variation

Im Folgenden sind die Ergebnisse der auf den zyklischen Ermüdungsversuchen basierenden beschleunigten Prüfmethode dargestellt. Die dazu notwendigen experimentellen Charakterisierung wurden bei variierendem R-Verhältnis bei jedoch konstanter Oberspannung durchgeführt und die daraus resultierenden Versagenszeiten hinsichtlich konstanter Oberspannung und hinsichtlich konstanter Mittelspannung ausgewertet und in Richtung der statischen Lastsituation mit einem R-Verhältnis in der Höhe von R=1 extrapoliert. Zusammenfassend werden die jeweiligen Versagenszeiten für den statischen Belastungsfall den Ergebnissen konventionell ermittelter Zeitstandfestigkeiten gegenübergestellt.

## 22.3.1 Ermüdung bei konstanter Oberspannung

In der Abbildung 22.6 sind die Wöhlerlinien, bestimmt mittels R-Verhältnisvariation bei konstanter Oberspannung, für die untersuchten Laminate 0°, ± 45° und 90° mit den jeweils zugehörigen Diagrammen zur Extrapolation der Versagenszeit für die statische Lastsituation (R=1) dargestellt. In Abbildung 22.6 a ist für das Laminat 0° ersichtlich, dass unter zyklischer Ermüdungslast bei hoher Lastamplitude (R=0,1) bei einer normierten Oberspannung in der Höhe von 70 % der Kurzzeitfestigkeit ein Prüfkörperversagen innerhalb weniger Minuten eintritt. Mit der Reduktion der Oberspannung bei identem R-Verhältnis nimmt die Versagenszeit zu, dennoch tritt das Prüfkörperversagen auch bei geringen Lastniveaus sehr zeitnah nach Versuchsbeginn ein. Die Versagenszeit bei dem geringsten angewandten Lastlevel in der Höhe von 30 % normierter Oberspannung beträgt 20 h. Mit steigendem R-Verhältnis bei konstanter Oberspannung und somit sinkender Belastungsamplitude bei steigender Mittelspannung nehmen die Versagenszeiten bis zum jeweiligen Versagen der Probekörper geringfügig zu, wobei die Steigungen der R-anhängigen Wöhlerlinien nahezu ident bleiben. Diese hat zur Folge, dass auch bei dem größten untersuchten R-Verhältnis in der Höhe von R=0,7 bei einer normierten Oberspannung von nur 30 % der Kurzzeitfestigkeit ein Prüfkörperversagen innerhalb von 80 h eintritt. Die darauffolgende Extrapolation der Versagenszeiten zu einem R-Verhältnis in der Höhe von R=1 resultiert im selbigen Ergebnis, dass durch diese beschleunigte Prüfmethode geringe Versagenszeiten in der Höhe von 15 min für 70 % beziehungsweise 150 h für 30 % normierter Spannung für den zu ermittelten statischen Belastungsfall festzustellen sind.

Für das Laminat ± 45 °, dargestellt in Abbildung 22.6 b, zeigt sich wiederum selbige Tatsache, dass mit steigendem R-Verhältnis die Versagenszeiten bei identer Oberspannung zunehmen, dennoch sind zwischen den Laminataufbauten 0 ° und ± 45 ° gewisse Unterschiede feststellbar. Bei dem Laminat ± 45 ° treten unabhängig des R-Verhältnisses die bei dem Laminat 0 ° festgestellten geringe Versagenszeiten erst bei deutlich höheren normierten Spannungen auf. Ausgehend von diesen ersten Versagenspunkten bei geringen Versagenszeiten erfolgt der Abfall der Wöhlerlinien unabhängig des R-Verhältnisses deutlich flacher, welches zur Folge hat, dass schon geringfügige Reduktion der Oberspannungsbelastung zu einer signifikanten Zunahme der Versagenszeiten führt. Des Weiteren zeigt die Erhöhung des R-Verhältnisses und somit die Reduktion der Belastungsamplitude eine stärkere Verschiebung zu höheren Versagenszeiten. Zusammenfassen lässt sich über dieses Verhalten aussagen, dass Reduktionen der Oberspannungsbelastung wie auch der Spannungsamplitude positiven Einfluss auf ablaufende Schädigungsvorgänge nehmen und somit die Versagenszeiten deutlich erhöhen. Dies spiegelt sich ebenso bei der Anwendung der Extrapolationsmethode zur Bestimmung der Versagenszeiten für das R-Verhältnis in der Höhe von R=1 wider, welches den statischen Belastungsfall darstellt. Die extrapolativ ermittelten Versagenszeiten für das Laminat ± 45 ° betragen bei einer statischen Spannung in der Höhe von 90 % der Kurzzeitfestigkeit ungefähr 50 min, bei 70% normierter Spannung in etwa 35 h.

Die Versuchsergebnisse der Ermüdungsversuche des Laminats 90°, dargestellt in Abbildung konträres Bild zu den vorergehend beschriebenen 22.6 c zeigen ein etwas Laminataufbauten. Bei diesem Aufbau erfolgt mit steigendem R-Verhältnis wiederrum eine Verschiebung der Versagenszeit zu höheren Zeiten, gleichzeitig erfolgt jedoch auch eine Verringerung der Steigung der Wöhlerlinien. Selbiger Effekt wurde auch von Miyano und Nakada [28] an quer zur Faserrichtung belasteten kohlenstofffaserverstärken UD-Laminaten festgestellt und führt dazu, dass bei einer großer Spannungsamplitude wie sie bei dem R-R=0,1 verwendet wird, Verhältnis der in der Höhe von eine Reduktion Oberspannungsbelastung nur zu einer geringeren Zunahme der Versagenszeit bewirkt. Hingegen bei geringer Spannungsamplitude bei großem R-Verhältnis kann eine geringfügige Reduktion der Oberspannung in einer deutlichen Zunahme der Versagenszeit resultieren. Dieser Werkstoffaufbau, dessen Eigenschaftsprofil vorrangig auf den Eigenschaften der Matrixkomponente beruht, und die unter zyklischer Belastung ablaufenden Schädigungsprozesse sind am stärksten von der Höhe der Spannungsamplitude abhängig, welches jedoch umgekehrt zur Folge hat, dass bei ca. 95 % normierter Oberspannung ein Schnittpunkt der R-verhältnisabhängigen Wöhlerlinien feststellbar ist, wo die Versagenszeit invariant des R-Verhältnisses ist. Die extrapolative Auswertung der experimentell ermittelten Versagenszeiten in Richtung der statischen Belastungssituation führt somit zu einer Versagenszeit in der Höhe von 165 h für das Laminat 90° bei einer normierten Oberspannungsbelastung in der Höhe von 60 % beziehungsweise 4 h bei einer normierten Oberspannungsbelastung in der Höhe von 70 %.



**Abbildung 22.6:** Wöhlerlinien für die Laminate (a) 0 °, (b)  $\pm$  45 ° und (c) 90 ° mit variierendem R-Verhältnis bei konstanter Oberspannung und jeweils zugehöriger Versagenszeitextrapolation für das R-Verhältnis in der Höhe von 1.

#### 22.3.2 Ermüdung bei konstanter Mittelspannung

Ausgehend von den Ergebnissen der Ermüdungsversuche mit R-Verhältnisvariation bei konstanter Oberspannung wurden die experimentell ermittelten Versagenszeiten der Laminate 0°, ± 45° und 90° mit den zugehörigen Betrag der Mittelspannung in Abbildung 22.7 dargestellt. In diesen Wöhlerdiagrammen ist ergänzend zu der Auftragung der Mittelspannungen auf der Ordinate (gefüllte Symbole) auch das Spannungsniveau der Oberspannung mittels ungefüllter Symbole dargestellt. Ergänzend zu den Wöhlerdiagrammen je Laminattype sind die jeweils zugehörigen Diagramme zur extrapolativen Bestimmung der Versagenszeit bei einem R-Verhältnis in der Höhe von R=1 bei konstanter Mittelspannung abgebildet.

Die Auswertung der experimentell bestimmten Versagenszeiten bei Betrachtung konstanter Mittelspannung zeigt eine gleichwertige Steigung der Wöhlerlinien verglichen zu den Ergebnissen konstanter Oberspannung jedoch zeigt sich bei der Auswertung mit konstanter Mittelspannung, dass die Variation des R-Verhältnisses einen stärkeren Einfluss auf die Versagenszeit nimmt. Bei dieser Form der Auswertung ist das R-Verhältnis der einzig veränderliche Beitrag in der Versuchsabfolge der extrapolativen Bestimmung der statischen Lastsituation, daher ist es erklärlich, dass mit variierendem R-Verhältnis auch eine größere Verschiebung zwischen den Versagenszeiten und den daraus resultierenden Wöhlerlinien stattfindet. Bei der vorhergehenden Prüf- und Auswertemethode bei konstanter Oberspannung nimmt mit steigenden R-Verhältnis die Spannungsamplitude und damit einhergehend der zyklische Schädigungseintrag in die Werkstoffstruktur ab, gleichzeitig nimmt durch den Anstieg der Mittelspannung der Schädigungsbeitrag der konstanten Mittelspannungsbelastung zu, welche zu Versagenszeiten mit nur geringfügigem unterschied führt.

Die endgültigen Versagenszeiten bei einem R-Verhältnis in der Höhe der statischen Belastungssituation R=1 zeigen jedoch wiederrum ein vergleichbares Ergebnis, dass auch bei dieser Auswertemethodik bei allen untersuchten Laminaten ein sehr zeitnahes Versagen nach dem Versuchsstart eintritt. Für das Laminat 0° wurden Versagenszeiten unter statischer Belastung in der Höhe von 290 h (konstante Oberspannung 150 h) bei einer normierten Last in der Höhe von 30% beziehungswiese 0,5 h (konstante Oberspannung 15 min) bei einem normierten Spannungsniveau in der Höhe von 70% festgestellt. Bei dem Laminat  $\pm 45$  ° betragen die Versagenszeiten ungefähr 1,2 h (konstante Oberspannung 50 min) bei 90 % normierter statischer Belastung und 55 h (konstante Oberspannung 35 h) bei 70 % normierter Belastung.

Das Laminat 90° zeigt durch diese Versuchs- und Auswertemethodik bei statischer Belastung 60 h (konstante Oberspannung 165 h) Versagenszeit bei 60% beziehungsweise 1,5 h (konstante Oberspannung 4 h) Versagenszeit bei 70% normierter Spannung. In den Klammern sind die jeweiligen Versagenszeiten bei der Auswertung unter konstanter Oberspannung angegeben, woraus ersichtlich ist, dass durch die Auswertung unter konstanter Mittelspannung die Versagenszeiten bei den Laminaten 0° und  $\pm$  45° zu höheren Werten verschoben sind, hingegen führt diese Auswertemethodik bei dem Laminat 90° zu geringeren Versagenszeiten. Zur Bestimmung der Versagenszeit unter statischer Belastung (R=1) wurden bei den jeweiligen Auswertungen, sowohl bei Ober- als auch Mittelspannungsauswertung, wie auch bei allen Laminataufbauten eine lineare Regressionsgerade anhand der Einzelversagenszeiten erstellt und nachfolgend zu dem R-Verhältnis in der Höhe von R=1 extrapoliert.

Unter genauer Betrachtung der jeweiligen Auswertediagramme ist jedoch ersichtlich, dass die Verwendung lineare Regressionsgerade nicht bei allen Laminataufbauten den optimalen Verlauf der Versagenspunkte wiedergibt, wodurch es zu Abweichungen bei den ermittelten Versagenszeiten im statischen Lastfall kommen kann. Frank [13] hat ebenso den Einfluss des Regressionspolynoms auf die zu bestimmende Größe, in seinem Fall den Spannungsintensitätsfaktor festgestellt und daher den Einfluss des Regressionspolynoms auf die Zielgröße bei einem R-Verhältnis in der Höhe von R=1 in seiner Dissertation diskutiert.



**Abbildung 22.7:** Wöhlerlinien für die Laminate (a) 0°, (b)  $\pm$  45° und (c) 90° mit variierendem R-Verhältnis bei konstanter Mittelspannung und jeweils zugehöriger Versagenszeitextrapolation für das R-Verhältnis in der Höhe von 1. (Die ungefüllten Symbole stellen die Oberspannung der Versuchsrohdaten aufgenommen unter konstanter Oberspannung dar.)

In der zusammengefassten Darstellung durchgeführter Ermüdungsversuche in Abbildung 22.8, zeigen die ermittelten Zeitstandfestigkeiten mittels beschleunigter Ermüdungsversuche unter ansteigendem R-Verhältnis und anschließender Extrapolation der ermittelten Versagenszeiten zum statischen Belastungsfall eine geringe Übereinstimmung zu den konventionell, unter statischer Last, ermittelten Versagenszeiten und somit auch Zeitstandfestigkeiten. Bei der konventionellen Versuchsdurchführung zeigen die ermittelten Zeitstandfestigkeiten für die untersuchten Laminataufbauten eine annähernd gleiche Steigung der Zeitstandlinien, welches unter statischer Belastung eine vergleichbare Entwicklung von Werkstoffschädigungen, bei einer vergleichbare Reduktion der Anfangsfestigkeit mit zunehmender Belastungszeit bedeutet [17,18].

Bei den zyklischen Ermüdungsversuchen zeigen sich jedoch je nach Laminataufbau und R-Verhältnis unterschiedliche Steigungen in der Versagenslinie, welches sich auch auf die extrapolativ bestimmte Zeitstandfestigkeit unter statischen Lastbedingen auswirkt [15,29-31]. Die dargestellten Ergebnisse der mittels Ermüdungsversuchen bestimmten statischen Zeitstandfestigkeit zeigen dabei, dass die Steigungen der ermittelten Zeitstandfestigkeiten mit steigendem Faserwinkel unabhängig der Versuchsführung (konstante Mittel- beziehungsweise Oberspannung) abnehmen, wobei die Zeitstandlinie des Laminats 0° mit unidirektionaler Faserorientierung entlang der Belastungsrichtung die größte Steigung aufweist. In ähnlichen Ermüdungsversuchen, durchgeführt von Mandell et al. [32] beziehungsweise Keller et al. [33], zeigen die Autoren an unidirektional glasfaserverstärken Laminaten bei Belastungen entlang der Faserrichtung, einem R-Verhältnis in der Höhe von R=0,1 und semilogarithmischer Achsenskalierung der Wöhlerdiagramme (Belastungsordinate linear skaliert) und somit konstanter spannungsinvarianter Steigung der Wöhlerlinie einen Abfall der Wöhlerlinie in der Höhe von 10 % bis 20 % der quasistatischen Kurzzeitfestigkeit je Zeitdekade. In Anbetracht dessen, dass die extrapolativ bestimmte Zeitstandlinie bei einem R-Verhältnis in der Höhe von R=1 idente Steigung zur Wöhlerlinien bei R-Verhältnis R=0,1 besitzt, können die experimentell festgestellten Steigung des Laminats 0° im geringen Lastbereich als durchaus vergleichbar angesehen werden. Obwohl der Faserwinkels der Verstärkungsfaserausrichtung auf das zyklische Werkstoffversagen und somit auch auf die Schädigungsausbreitung innerhalb der Werkstoffstruktur Einfluss nimmt, führen dennoch derartige zyklische Ermüdungslasten zu einem rapiden Werkstoffausfall, dessen Abhängigkeit von der Höhe der angelegten Spannungsbelastung gering und nicht vergleichend zur statischen Lastsituation ist [34].

Bei derart geringen Abhängigkeiten von der Belastungshöhe und somit großen Steigungen der dargestellten Regressionsgeraden zeigen diese bei geringen Versagenszeiten, Versagensspannungen von weit über 100 % der quasistatischen Kurzzeitfestigkeit, welches jedoch ausschließlich auf der Verlängerung der Regressionsgeraden auf den dargestellten Diagrammbereich fußt ohne jeglicher Limitation der Regressionsgeraden im hohen Spannungsbereich durch experimentelle Versuche. Ähnlich abweichende Resultate zwischen extrapolierten Ermüdungsversuchen und konventionellen Zeitstandversuchen zeigten Mandell und Meier [35] an bidirektional E-glasfaserverstärktem Epoxidharz wie auch Miyano et al. [36] an kohlenstofffaserverstärkten Laminaten. Frost und Cervenka [37] zeigten ergänzend an Rohren aus glasfaserverstärkten Epoxidharz, das unter statischen Innendrucklasten deutlich höhere Zeitstandfestigkeiten in Umfangsrichtung bei auch geringerem zeitlichen Abfall der Festigkeit im Vergleich zu zyklischer Lastbeaufschlagung bei Betrachtungszeiträumen von bis zu 20 Jahre erreicht werden.

Unter Anbetracht dessen, dass die Festigkeit kontinuierlich faserverstärkter Laminate bei intakter Mikrostruktur und verstärkungsdominanter Belastungsrichtungen (Winkeldifferenz zwischen 0° und 45° zwischen Faser- und Belastungswinkel) vorrangig auf dem Eigenschaftsprofil der Verstärkungsfaser beruht würde dies bedeuten, dass unter Ermüdungslast ein Versagen der Verstärkungsfasern zu einer Versagenszeit eintritt welche auch bei nachfolgender Extrapolation zur statischen Lastsituation bei weitem vom tatsächlichen statischen Belastungsfall abweicht [19,20,32,33,38–40].

Mit zunehmendem Faserwinkel nimmt der Einfluss der Matrixkomponenten am Eigenschaftsverhalten des Gesamtverbundes kontinuierlich zu, womit auch eine Reduktion der Steigung der Regressionsgeraden einhergeht [41]. Durch die beiden angewandten Auswertemethoden, hinsichtlich Extrapolation zu konstanter Ober- beziehungsweise Mittelspannung konnten dabei keine signifikanten Einflüsse auf das beschleunigt bestimmte Zeitstandverhalten festgestellt werden, das im Generellen auf Basis der vorliegenden Ergebnisse erheblich von konventionell bestimmten Ergebnissen abweicht.



und 90° bestimmt mittels Abbildung 22.8: Zeitstandfestigkeit der Laminate 0°, ± 45 ° **R-Verhältnisvariation** Ermüdungsversuchen mit mit Auswertung hinsichtlich konstanter Oberspannung (Ermüdung\_Ober durchgezogenen Linie), konstanter Mittelspannung (Ermüdung\_Mittel - strichpunktierte Linie) und konventioneller Kriechversuche (CR - strichlierte Linie).

#### 22.4 Gegenüberstellung der beschleunigten Prüfverfahren

In den vorhergehenden Unterabschnitten sind die Ergebnisse der beschleunigten Prüfverfahren für jedes Verfahren separat dargestellt und deren Ergebnisse wurden unter anderem hinsichtlich ihrer Eignung zur beschleunigten Bestimmung der Zeitstandfestigkeit als Alternative zur konventionellen Zeitstandprüfung diskutiert. Im Folgenden, in Abbildung 22.9, sind die Ergebnisse der untersuchten beschleunigten Prüfverfahren spezifisch der drei untersuchten Laminattypen 0°, ± 45 ° und 90° in zusammengefasster Form je Laminattype dargestellt und bilden mit den Ergebnissen der konventionellen Zeitstandversuche die dargestellten Diagramme der Zeitstandfestigkeit je Laminataufbau.

Für das Laminat 0° zeigen die Linien der Zeitstandfestigkeit in Abbildung 22.9 a, ermittelt durch unterschiedliche beschleunigte Prüfverfahren, dass die Prüfverfahren SRCR und SSM durchaus in der Lage sind die realen Zeitstandverhalten abzubilden, wobei die beschleunigten Prüfverfahren zu einer nicht konservativen Vorhersage und somit zu einem Überschätzen der tatsächlichen Werkstoffeigenschaften neigen. Als Vergleichsdaten zur Bestimmung des statischen Zeitstandverhaltens dienten Versuchsergebnisse konventionellen Zeitstandversuchen, welche jedoch aufgrund Limitationen in der experimentellen Prüfzeit ebenso auf in den Langzeitbereich extrapolierte Messdaten mit Versuchszeiten von bis zu 10<sup>3</sup> h beruhen.

Im Gegensatz dazu eignen sich die durchgeführten Ermüdungsversuche nicht zur beschleunigten Charakterisierung der Langzeiteigenschaften unter statischer Last für diese Laminattype. Unter zyklische Ermüdungsbelastung breiten sich an anfänglichen Defekten innerhalb der Laminatstruktur (Faserbrüche, Einschlüsse und dergleichen) sehr rasch, beginnend mit nur wenigen Belastungszyklen, Risse innerhalb der Matrixstruktur, Ablösungen an der Faser-Matrix-Anbindung und Delaminationen im Werkstoff aus, woraus ein ultimatives Werkstoffversagen mit geringen Versagenszeiten resultiert. Bei einer Versuchsserie mit abnehmenden Ermüdungsanteil und nachfolgenden Extrapolation zu einer statische Lastsituation wird bedingt durch die rasche Schädigungsausbreitung ein Zeitstandversagen suggeriert, welches weit ab vom realen Versagenszeitpunkt ist, da unter konstanten statischen Lastbedingungen derart ausgeprägte Schädigungsprozesse innerhalb der Werkstoffmikrostruktur erst mit fortschreitenden Belastungszeit innerhalb beziehungsweise am Ende der sekundären Kriechphase einsetzen [35,36,20,19,42,34].

Bei der Laminattype ± 45 °, dargestellt in Abbildung 22.9 b, konnten ausschließlich durch die entwickelte Prüfmethode SRCR vergleichbare Ergebnisse zu den zeitlich limitiert bestimmten konventionellen Zeitstandversuchen erzielt werden, da durch die zyklische Ermüdungsbelastung wiederrum innerhalb der Laminatstruktur eine stärkere Schädigung der Faser-Matrix Anbindung und der harzreichen Zwischenfaserbereiche eintritt, welches in ein deutlich frühzeitiges extrapolativ festzustellendes Zeitstandversagen resultiert [21]. Durch die stufenförmige Belastungserhöhung bei der Anwendung der SSM, mit den gewählten Belastungsparametern Laststufenabstand und Belastungszeit je Belastungsstufe, ist es Anhand der vergleichenden Versuchsergebnisse nicht möglich die real ablaufenden Verformungs- und Schädigungsprozesse langfristig statischer Belastungen wahrheitsgetreu abzubilden, wodurch durch diese Methode ein scheinbares vorzeitiges Zeitstandversagen für diesen Laminataufbau eintritt.

Für das Laminat 90 ° konnten ähnlich wie für das Laminat 0 ° mit den Prüfverfahren SRCR und SSM vergleichbare Ergebnisse zum konventionellen Zeitstandversuch erzielt werden, wie in Abbildung 22.9 c ersichtlich. Durch die durchgeführten Ermüdungsversuche konnte

bei dieser Laminattype, deren Eigenschaften am stärksten von den Matrixwerkstoffeigenschaften bestimmt werden, die größte Übereinstimmung zu den realen Zeitstandfestigkeiten festgestellt werden, dennoch mit einer erheblichen Abweichung, wobei wiederrum die Hintergründe für die das vorzeitige Versagen in der unterschiedlichen Schädigungsentwicklung aufgrund der unterschiedlichen Belastungsarten beruhen.







c)

Abbildung 22.9: Gegenüberstellung der Zeitstandfestigkeiten bestimmt mittels den beschleunigten Prüfverfahren SSM, SRCR und Ermüdungsversuch im Vergleich zum konventionellen Kriechversuchsergebnis für das Laminat (a) 0 °, (b)  $\pm$  45 ° und (c) 90 °.

# 23 Zusammenfassung

Die Untersuchung der Eignung der beschleunigten Prüfmethoden SSM und SRCR sowie Ermüdungsversuche mit R-Verhältnisvariation zur zeiteffizienten Bestimmung des langfristigen Materialverhaltens kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe hat in erster Zusammenfassung gezeigt, dass sowohl der Werkstoffaufbau wie auch das ausgewählte Prüfverfahren Einfluss auf die wahrheitsgetreue Abbildung realer langfristiger Materialeigenschaften nehmen. Für die Feststellung der Eignung der Prüfverfahren wurden experimentelle Versuchsergebnisse den Versuchsergebnissen konventioneller Kriechversuche und den daraus ableitbaren Darstellungsformen des langfristigen Materialverhaltens gegenübergestellt. Die dabei verwendeten Referenzergebnisse konventioneller Kriechversuche beruhen auf zeitlich limitierten Kriechexperimenten mit Prüfzeiten von bis zu 10<sup>3</sup> h dessen Ergebnisse in den Langzeitbereich extrapoliert wurde. Anhand dieser Vorgehensweise finden eventuell ablaufende Alterungsprozesse, welche die Werkstoffeigenschaften über die reale Beanspruchungsdauer hinweg verändern könnten, oder auch Prozesse, welche zur Änderungen in den zeitabhängigen Werkstoffschädigungsmechanismen führen könnten, keine Berücksichtigung. Dennoch kann für die Entwicklung beschleunigter Prüfverfahren eine Aussage über deren Eignung in guter Annäherung anhand der vorliegenden Ergebnisse getroffen werden.

Die als erstes vorgestellte und untersuchte Messmethode SSM hat den großen Vorteil, dass durch deren Anwendung in beschleunigter Werkstoffcharakterisierung die gesamte Werkstoffdeformation unter statischen Lastbedingungen, auch an verschiedenen statischen Belastungsniveaus in der Form experimenteller Kriechkurven abgebildet werden kann. Basierend auf derartigen experimentellen Deformationsdaten (Kriechkurven) besteht nachfolgend die Möglichkeit bekannte Darstellungsformen des langfristigen Materialverhaltens wie beispielshaft Isochrone-Spannungs-Dehnungsdiagramme anzuwenden.

An den vorliegenden Versuchsergebnissen zeigte die Auswertung des Zeitstandverhaltens anhand beschleunigt bestimmter Deformationskurven für die Werkstoffaufbauten 0° und 90° eine zufriedenstellende Übereinstimmung mit Ergebnissen konventioneller Zeitstandversuchen, mit einer geringfügigen Verschiebung zu höheren Versagenszeiten aufgrund dessen, dass durch die beschleunigte Werkstoffcharakterisierung reale, auf Viskoelastizität und Mikrostrukturschädigung basierenden Deformationsprozesse, nicht vollständige wahrheitsgetreue Abbildung finden. Hingegen führte die Bestimmung der Zeitstandfestigkeit mittels SSM bei dem Laminataufbau ± 45 ° zu deutlich reduzierten Versagenszeiten und somit zur reduzierten Zeitstandfestigkeit bei identen Belastungszeiten, welches wahrscheinlich auf die gehinderte zeitabhängige Kriechdehnungsentwicklung mit zunehmenden stufenförmigen Belastungen zurückzuführen ist und sich in einer deutlichen Reduktion der erheblichen Kriechdehnungen konventioneller Versuche abzeichnet.

Die Ergebnisse der entwickelten Prüfmessmethode SRCR, womit lediglich Zeitstandfestigkeiten bestimmt werden können, zeigen unabhängig des untersuchten Laminataufbaues die besten Übereinstimmungen zu den Verläufen der Zeitstandfestigkeit konventioneller Prüfmethodik, wobei auch hier bei höheren Versagenszeiten teilweise eine geringfügige Verschiebung zu höheren Zeitstandfestigkeiten festzustellen ist. Die Bestimmung der Versagenszeit basiert dabei auf einer Abfolge von Einzelversuchen welche sich nur in der Spannungsrate der Lastbeaufschlagung unterscheiden. Dadurch ist bei Gewährleistung identer Schädigungsmechanismen eine Extrapolation der Versagenszeiten in den Langzeitbereich über derzeit gültige Extrapolationszeiten hinweg anzustreben und gemessen an vorliegenden Ergebnissen auch durchaus möglich, erfordert jedoch definitiv noch umfangreichere Untersuchungen.

Die dritte untersuchte beschleunigte Charakterisierungsmethode, Ermüdungsversuche mit Variation des R-Verhältnisses und nachfolgender Extrapolation experimentell ermittelter Versagenszeiten zur statischen Belastungssituation zeigen die geringste Ergebnisübereinstimmung gemessen an konventionell bestimmter Langezeiteigenschaften in Form von Zeitstandfestigkeiten. Die für die Charakterisierung gewählten sinusförmigen Belastungsabläufe mit mehreren Lastamplituden pro Sekunde führen zu einem raschen Werkstoffversagen aufgrund rascherer Werkstoffschädigung auch bei steigendem R-Verhältnis und somit sinkender Belastungsamplitude. Trotz nachfolgender Extrapolation ermittelter Versagenszeit zur statischen Lastsituation wird der Zeitbereich in dem unter realen statischen Lastbedingungen Schädigungsentwicklungen bis zum ultimativen Werkstoffversagen ablaufen bei weitem unterschritten. Der Werkstoffaufbau nimmt dahingehend Einfluss, dass mit zunehmenden Faserwinkel und zunehmenden Beitrag der Werkstoffmatrix am Gesamteigenschaftsprofil eine Annäherung der beschleunigt bestimmten Messergebnisse in Richtung konventioneller Messergebnisse eintritt, dennoch eine erhebliche Differenz zwischen den beiden bestimmten Zeitstandfestigkeiten besteht.

# 24 Literatur

- [1] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne, presented at FRPRCS-9, Sydney, July 13 15 2009, 2009.
- [2] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne, Journal of Materials Science 24, 7660, 2011.
- [3] J. Tanks, K. Rader, S. Sharp, T. Sakai, *Composite Structures*, 455, 2017.
- [4] J. D. Tanks, K. E. Rader, Sharp S. R. in C. Ralph, M. Silberstein, P. R. Thakre, R. Singh (eds.), *Mechanics of composite and multi-functional materials, Cham, Heidelberg, New York*, pp. 397–404, **2016**.
- [5] M. Hadid, B. Guerira, M. Bahri, A. Zouani, *Polymer Testing*, 113, **2014**.
- [6] V. van Deursen. *master thesis*, Delft University of Technology, Delft, 2017.
- [7] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne, *Journal of Applied Polymer Science* 5, 3856, **2012**.
- [8] R. M. Guedes, Mechanics of Time-Dependent Materials 1, 79, 2018.
- [9] F. Achereiner, K. Engelsing, M. Bastian in W. Grellmann, B. Langer (eds.), Deformation and Fracture Behaviour of Polymer Materials, Cham, s.l., pp. 389–402, 2017.
- [10] F. Achereiner, K. Engelsing, M. Bastian, P. Heidemeyer, *Polymer Testing* 3, 447, **2013**.
- [11] K. G. N. C. Alwis, C. J. Burgoyne, Journal of Materials Science 14, 4789, 2008.
- [12] S. Gloggnitzer, P. Guttmann, G. Pinter, presented at ECCM18 18th European Conference on Composite Materials, Athens, Greece, 24-28th June, 2018.
- [13] A. Frank. Disseration, Montanuniversität Leoben, Leoben, 2010.
- [14] R. Lang, G. Pinter, W. Balika, 3R international 1, 2005.
- [15] H. El Kadi, F. Ellyin, *Composites* 10, 917, **1994**.
- [16] J. Justo, J. C. Marin, F. Paris, J. Canas, presented at ECCM16, Seville, Spain, 22-26 June, **2014.**
- [17] M. Kawai, Y. Masuko, T. Sagawa, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturin*, 2, 257 2006.
- [18] M. Kawai, T. Sagawa, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 3, 523, 2008.
- [19] R. Barnes, H. N. Garden in L. Hollaway, M. B. Leeming (eds.), Strengthening of reinforced concrete structures: Using externally-bonded FRP composites in structural and civil engineering, Boca Raton, FL, Cambridge, England, pp. 183–221, 1999.
- [20] J.-F. Jansson, H. Sundström in J. C. Seferis, L. Nicolais (eds.), *The Role of the Polymeric Matrix in the Processing and Structural Properties Composite Materials, Boston, MA*, pp. 397–406, **1983**.
- [21] A. V. Movahedi-Rad, T. Keller, A. P. Vassilopoulos, *International Journal of Fatigue*, 144, 2019.
- [22] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne, presented at 5th International Conference on Advanced Composite Materials in Bridges and Bridges and Structures (ACMBS-V), Winnipeg, Manitoba, Canada, 2008.
- [23] I. P. Giannopoulos, C. J. Burgoyne, *Proceedings of the Institution of Civil Engineers -Structures and Buildings* 4, 221, **2009**.
- [24] M. M. Shokrieh, M. J. Omidi, *Composite Structures* 4, 595, 2009.
- [25] S. Gurusideswar, N. Srinivasan, R. Velmurugan, N. K. Gupta, *Procedia Engineering*, 686, 2017.
- [26] F. Fereshteh-Saniee, G. H. Majzoobi, M. Bahrami, *Journal of Materials Processing Technology*, 39, **2005**.
- [27] G. W. Ehrenstein, Faserverbund-Kunststoffe, Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften, Hanser, München, 2006.
- [28] Y. Miyano, M. Nakada, M. K. McMurray, Journal of Composite Materials 14, 1808, 1995.
- [29] M. Kawai, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 7-8, 955, 2004.
- [30] M. Abo-Elkhier, A. A. Hamada, A. Bahei El-Deen, *International Journal of Fatigue*, 28, **2014**.
- [31] A. P. Vassilopoulos, T. Keller, Fatigue of Fiber-reinforced Composites, Springer-Verlag London Limited, London, 2011.
- [32] J. F. Mandell, F. J. Mcgarry, A. J.-Y. Hsieh, C. G. Li, Polymer Composites 3, 168, 1985.
- [33] T. Keller, T. Tirelli, A. Zhou, *Composite Structures* 2, 235, 2005.

- [34] E. K. Gamstedt, R. Talreja, Journal of Materials Science 11, 2535, 1999.
- [35] J. F. Mandell, U. Meier. Der Einfluss verschiedener Belastungsparameter auf das Ermüdungsverhalten von E-glasfaserverstärktem Epoxidharz. Schweizer Ingenieur und Architekt 1986, 318, 1986.
- [36] Y. Miyano, M. K. McMurray, J. Enyama, M. Nakada, *Journal of Composite Materials* 13, 1250, 1994.
- [37] S. R. Frost, A. Cervenka, Composites Manufacturing 2, 73, 1994.
- [38] S. Matthys in M. Zoghi (ed.), *The international handbook of FRP composites in civil engineering*, *Boca Raton*, pp. 359–388, **2013**.
- [39] P. K. Mallick, Fiber-reinforced composites, Materials, manufacturing, and design, CRC Press, Boca Raton, FL, 2008.
- [40] D. W. Scott, J. S. Lai, A.-H. Zureick, *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 1995, 14, 588.
- [41] L. Lorenzo, H. T. Hahn, Polymer Engineering and Science, 4, 274, 1986.
- [42] P. T. Curtis, International Journal of Fatigue, 5, 377, 1991.

TEIL VI: EINFLUSS TEXTILER GLASFASERN AUF DAS LANGFRISTIGE MATERIALVERHALTEN UNIDIREKTIONAL FASERVERSTÄRKTER LAMINATE

## 25 Einleitung

Die Untersuchungen im Teil V haben gezeigt, dass die Verwendung zyklischer Ermüdungsversuche mit Variation des R-Verhältnisses und nachfolgender Extrapolation ermittelter Versagenszeiten zur statischen Lastsituation keine wahrheitsgetreue Abbildung des realen langfristigen Materialverhaltens darstellt. Die größten Unterschiede zwischen beschleunigt und konventionell bestimmten Zeitstandfestigkeiten konnten dabei bei dem Laminataufbau 0° festgestellt werden.

Die mechanischen Materialeigenschaften unidirektional faserverstärkter Laminataufbauten mit Belastungen entlang der Faserorientierung werden dabei maßgebend durch das Eigenschaftsprofil der Faserkomponente bestimmt, wobei die Matrixkomponente und deren dauerhafte Anbindung zur Faserkomponente eine erheblichen Beitrag bei der Lastverteilung zwischen den einzelnen Verstärkungsfasern liefert.

Ziel dieser nachfolgenden Untersuchungen in diesem Teil dieser Dissertation ist es daher, dass Materialverhalten trockener textiler Glasfasern unter statischer wie auch unter Ermüdungslast näher zu betrachten. Daraus ableitbare Rückschlüsse auf das mechanische Werkstoffverhalten kontinuierlich faserverstärkter Verbundwerkstoffe unter Ermüdungsbeanspruchung sowie unter statischer Belastung sollen bei der Aufklärung der Hintergründe für die doch kontroversen Ergebnisse der konventionellen und beschleunigten Zeitstandcharakterisierungen beitragen.

## **26** Experimentelles

#### 26.1 Werkstoff und Prüfkörper

Zur Aufklärung des Einflusses der Glasfaserkomponente am Gesamteigenschaftsprofil der untersuchten Verbundwerkstoffe wurden aus dem verwendeten Glasfasergewebe Prüfkörper aus unimprägniertem Trockentextil gefertigt. Dazu wurden aus einer Lage des verwendeten unidirektionalen E-Glasfasergewebes (Flächengewicht: 220 g/m<sup>2</sup>; Vertriebspartner: Lange+Ritter GmbH, Gerlingen, D; Hersteller: Porcher Industries Germany GmbH, Erbach, D; Finish: FK-144) Textilstreifen entlang der Faserorientierung mit einer geometrischen Abmessung von 250 x 30 mm geschnitten und analog zu klassischen Zugprüfkörper nach ISO 527-5 mit Aufleimern versehen. Abweichend zur genormten Prüfkörpergeometrie betrug die freie Länge zwischen den Aufleimerplättchen 120 mm, die Breite der Proben entsprach ungefähr 25 mm und wurde dadurch definiert, dass direkt vor dem Einspannen der Probekörper in die jeweilige Prüfmaschine 15 geschlossene unversehrte Faserrovings in der Mitte des Probekörpers herausgezählt wurden und alle weiteren überschüssigen Faserrovings im Probenrandbereich durchtrennt wurden.

#### 26.2 Prüfmethoden

#### 26.2.1 Zugversuch

Zur Bestimmung der Zugfestigkeit der gefertigten Textilfaserproben wurden an 5 Probekörpern uniaxiale monotone Zugversuche mit einer analogen Prüfgeschwindigkeit zur Norm ISO 527-5 mit 2 mm/min, bei einer Einspannlänge in der Höhe von 120 mm bis zum Bruch des Probekörpers durchgeführt. Als Resultat dieses Versuches erhält man direkt die Bruchkraft beim Versagen des Probekörpers, da zur Bestimmung der Zugfestigkeit die aufsummierte Gesamtquerschnittsfläche der Einzelfasern der 15 Rovings je Probekörper erforderlich wäre. Da für die weiterführenden Versuche die jeweilige Prüfspannung in Relation zu Bruchspannung der montonen Zugversuche gesetzt wird, ist es zulässig die erforderlichen Spannungen zur Berechnung der normierten Spannung gemäß Gleichung 15.1 durch absolute Kräfte F zu ersetzten, wie in Gleichung 26.1 dargestellt, unter der Voraussetzung, dass sämtliche Probekörper die gleiche Anzahle an Faserrovings und somit idente Querschnittsfläche A besitzen.

$$\sigma_N = \frac{\sigma}{\sigma_B} = \frac{\frac{F}{A}}{\frac{F_B}{A}} = \frac{F}{F_B}$$
(26.1)

#### 26.2.2 Zeitstandversuch

In Anlehnung an die durchgeführten Kriechversuche an den untersuchten Verbundwerkstoffen in Teil IV, wurden an dem trockenen Verstärkungstextil Versuche unter konstanter statischer Last durchgeführt, jedoch ohne das Verformungsverhalten während der Versuchsdurchführung mit geeigneten Mitteln, beispielsweise berührender Ansetzextensometer mit zu detektieren. Ziel dieser durchgeführten Versuche war lediglich das langfristige Materialverhalten durch die Bestimmung der Zeitstandfestigkeit unter statischer Belastung zu charakterisieren. Es wurden dazu unter den Belastungsniveaus in der Höhe von 75 %, 80 % und 90 % normierter Spannung an Einzelmessungen die Versagenszeiten bestimmt. Nach einmaliger Lastaufbringung innerhalb eines raschen Zeitbereichs in der Höhe von 2 s <  $t_{Belastung}$  < 3 s blieb der Belastungszustand bis zum Buch des Textilprobekörpers aufrecht, die Versagenszeit wurde als Versuchsergebnis ausgewertet.

#### 26.2.3 Ermüdungsversuche mit R-Verhältnis Variation

Analog der Durchführung der beschleunigten Ermüdungsversuche an den Verbundwerkstofflaminaten, dargestellt in Teil V dieser Dissertation, wurden an den Textilprobekörper vergleichbare Prüf- und Auswerteprozedere angewandt. Bei einer Prüffrequenz in der Höhe von 10 Hz wurden bei konstanter normierter Oberspannungsbelastungen in der Höhe von 60 % bis 90 % bei einer Abstufung in 10 % Schritten die Versagenszeiten bei den R-Verhältnissen von R=0,1, R=0,4 und R=0,7 bestimmt. Aufgrund der Limitation der zur Verfügung stehenden Gesamtprüfzeit wurde bei dem normierten Belastungsniveau von 60 % nur das R-Verhältnis R=0,1 geprüft. Die Extrapolation der mit ansteigenden R-Verhältnis bestimmten Versagenszeiten zur statischen Lastsituation bei dem R-Verhältnis in der Höhe von R=1 wurde analog zu dem beschriebenen Auswerteverfahren in Abschnitt 21 durchgeführt, eingeschränkt dahingehend, da in den Versuchsreihen der Verbundwerkstofflaminate kein signifikanter Einfluss hinsichtlich Ober- und Mittelspannungsauswertungen festgestellt werden konnte, wurden die Auswertungen in Anlehnung an die Versuchsführung ausschließlich bei konstanter Oberspannung durchgeführt.

#### 26.3 Prüfequipment

Die zyklischen Ermüdungsversuche zur beschleunigten Werkstoffcharakterisierung wie auch die konventionellen Zeitstandversuche wurden auf einer servohydraulischen Prüfmaschine vom Typ MTS 810 des Herstellers MTS Systems GmbH (Berlin, D) durchgeführt. Die Aufnahme der textilen Probekörper auf der Prüfmaschine erfolgte mittels hydraulischer Wedge-Grips des Maschinenherstellers. Zur Aufzeichnung der an den Proben anliegender Belastung diente ein Kraftaufnehmer mit einer Maximalbelastung von 100 kN.

# 27 Ergebnisse und Diskussion

## 27.1 Zugversuch

Die Ergebnisse der Bestimmung der Versagensbruchkraft unter quasistatischer Zugbeanspruchung, gemittelt aus Ergebnissen von 5 Textilfaserproben, zeigten eine mittlere Bruchkraft in der Höhe von 1540 N, bei einer Standardabweichung in der Höhe von 75 N.

## 27.2 Zeitstandversuch

In Abbildung 27.1 ist der Verlauf der Zeitstandfestigkeit der Textilfaserversuche dem Verlauf der konventionell bestimmten Zeitstandfestigkeit des Laminates 0° mit unidirektionaler Faserorientierung gegenübergestellt. Unter langfristiger statischer Belastung nimmt die Zeitstandfestigkeit von 90% normierter Belastung bei einer Versagenszeit von 10 min auf 70% bei einer Versagenszeit von 1400 h kontinuierlich ab und dabei nimmt die Steigung der Zeitstandlinie den gleichen Wert wie die der Zeitstandlinie des zu vergleichenden Laminates ein. Dem zu Folge nimmt die Festigkeit des Laminates 0° unter statischer Belastung im gleichen Maß ab wie die zur Verstärkung eingesetzte Faserkomponente [1,2]. Das zeitabhänge Werkstoffverhalten des Gesamtverbundes ist anhand dieser Ergebnisse auf das Schädigungsverhalten der lasttragenden Faserkomponente zurückzuführen.



Abbildung 27.1: Verlauf der Zeitstandfestigkeit der Textilfaser im Vergleich zur Laminattype 0°.

Die dabei feststellbare Verschiebung zu höheren normierten Spanungswerte hat zweierlei Gründe. Die Textilfaserproben wiesen fertigungsbedingt eine kürzere freie Einspannlänge zwischen den Aufleimerplätten auf (Textil 120 mm, Laminat 0 ° 150 mm), welches wie von Maier [3] gezeigt zu einer Zunahme der Bruchkraft führt, da durch die Reduktion der freien Faserlänge die Wahrscheinlichkeit eines Faserbruches an einem statistisch verteiltem Defekt sinkt. Des Weiteren bestand der Laminataufbau der Laminattype 0 ° aus 12 übereinandergeschichteten UD-Glasgewebelagen, wodurch der Laminatprobekörper eine höhere Anzahl an Einzelfasern verglichen zu den Textilfaserproben besitzt und somit wiederrum die Möglichkeit des Probenversagens an vorhanden Fehlstellen zunimmt. Mandell et al. [4] wie auch Zhou und Mallick [5] zeigten ebenso diesen Einfluss der Faseranzahl bei Ermüdungsversuchen an Glasfasern.

#### 27.3 Ermüdung mit R-Verhältnis Variation

Die Ermüdungseigenschaften der textilen Glasfasern, untersucht im zyklischen Ermüdungsversuch bei konstanter Oberspannung mit ansteigendem R-Verhältnis zeigen in Abbildung 27.2 analog zu den Laminataufbauten mit ansteigendem R-Verhältnis eine Verschiebung der Wöhlerlinien zu höheren Versagenszeiten. Im direkten Vergleich der Wöhlerlinien der Textilfaserproben zu der Laminattype 0 ° mit identer Faserorientierung ist jedoch ersichtlich, dass bei den Textilfasern das Versagen bei allen R-Verhältnissen bei höheren Versagenszeiten eintritt und dass mit zunehmendem R-Verhältnis die Steigung der Wöhlerlinien abnimmt, wodurch bei höherem R-Verhältnis geringe Änderungen in der Spannungsbelastung zu erheblichen Änderungen in der Versagenszeit führen. Dieses ist an der Laminattype 0° ebenso nicht festzustellen, wo alle untersuchten R-Verhältnisse in einer Wöhlerlinie mit identer Steigung resultieren.

Basierend auf den experimentellen Messdaten zeigten die durch Extrapolation bestimmten Versagenszeiten der textilen Glasfasern bei einem R-Verhältnis in der Höhe von R=1, welches der statischen Lastsituation entspricht, bei einer Belastungshöhe von 90 % normierter Oberspannung eine Versagenszeit von 20 min beziehungsweise 125 h für 70 % normierter Belastung.



**Abbildung 27.2:** Wöhlerlinien der Textilfaserproben mit variierendem R-Verhältnis bei konstanter Oberspannung und der zugehöriger Versagenszeitextrapolation für das R-Verhältnis in der Höhe von 1, im Vergleich zu den Wöhlerlinien der Laminattype 0° (strichlierte Linien).

In Abbildung 27.3 ist das durch Extrapolation der Versagenszeiten aus den Ermüdungsversuchen gewonnen Zeitstandverhalten dem konventionell ermitteltem Verlauf der Zeitstandfestigkeit gegenübergestellt. Es ist analog zu den Untersuchungen der Verbundwerkstofflaminaten durch die beschleunigte Charakterisierungsmethode ein frühzeitiges Versagen bei geringeren statischen Lastniveaus festzustellen, welches von den konventionell ermittelten Zeitstandfestigkeiten abweicht. Durch die Ermüdungsbelastung tritt ein Textilfaserversagen bei frühzeitigen Versagenszeiten ein, dass trotz nachfolgender Extrapolation zur statischen Lastsituation die realen Versagenszeiten unterschreiten. Abdin et al. [6] führten basierend auf Versuchsdaten von Mandell et al. [4] wie auch Zhou und Mallick [5] aus, dass unter zyklischer Ermüdungsbelastung Reibung und Friktion der Fasern zueinander zu Schädigungen der Faseroberfläche führt, wodurch ein frühzeitigen Versagen von Fasern unter Ermüdungsbelastungen im vergleichend zu statischen Lasten eintritt.



**Abbildung 27.3:** Zeitstandfestigkeit der Textilfaserproben bestimmt mittels Ermüdungsversuchen mit R-Verhältnisvariation (durchgezogenen Linie) und konventioneller Kriechversuche (CR - strichlierte Linie).

# 28 Rückschlüsse auf die Laminateigenschaften

Die Untersuchungen an den textilen Glasfasern haben vergleichend zu den Verbundwerkstoffen mit unidirektionaler Faserorientierung gezeigt, dass unter Anwendung konventioneller Charakterisierungsmethoden eine zeitlich vergleichbarer Abfall der Zeitstandfestigkeit und somit ein vergleichbares langfristiges Zeitstandverhalten unter statischer Belastung festzustellen ist. Verschiebungen zu höheren normierten Spannungen bei den Faseruntersuchungen sind auf unterschiedliche Probengeometrien und somit auf unterschiedliche Anzahl mögliche Defektstellen zurückzuführen.

Die zyklischen Ermüdungsversuche mit variierendem R-Verhältnis und anschließender Extrapolation zum statischen Zeitstandverhalten zeigten jedoch, dass die beschleunigt bestimmte Zeitstandlinie des Laminates 0° ein jähes Prüfkörperversagen vorhersagt, welches weit vom konventionell ermittelten Langzeitverhalten abweicht. Die dahingehenden Überlegungen, dass dieses jähe Laminatversagen ausschließlich auf den werkstofflichen Ermüdungseigenschaften der vorrangig lasttragenden Faserkomponenten basiert, konnte jedoch anhand den durchgeführten Untersuchungen an den trockenen Verstärkungstextilen nicht bestätigt werden. Die beschleunigte Bestimmung der Zeitstandfestigkeit der Verstärkungstextilen mittels Ermüdungsversuchen zeigt zwar verglichen zu den konventionell ermittelten Ergebnissen ein vorzeitiges scheinbares Werkstoffversagen, jedoch nicht in dem erheblichen Ausmaß wie dies bei den Laminaten mit unidirektionaler Faserverstärkung (Laminattype 0 °) festzustellen war. Betrachtet man die in Abbildung 28.1 dargestellten Verläufe der beschleunigt charakterisierten Zeitstandlinien ist darin ersichtlich, dass die Steigung der Zeitstandlinie der Fasertextilien annähernd dieselbe Steigung wie die der Laminattype 90 ° aufweist. Bei dem Laminataufbau 90° wird das Eigenschaftsprofil des Gesamtverbundes vorrangig durch die Eigenschaften der polymeren Matrixkomponente gebildet, woraus anhand der vorliegenden Ergebnisse der Rückschluss gezogen werden kann, dass die Faserkomponente in textiler Form und polymere Matrixkomponente unter beschleunigter Ermüdungsdie charakterisierung selbige langfristige Zeitstandeigenschafen zeigen. Gründe für ein derartiges langfristiges Materialverhalten unter Ermüdungslast wären eventuell durch den Aufbau der Werkstoffstruktur erklärbar, da sowohl die Reaktanten der duromeren Matrixkomponente wie auch die Werkstoffbestandteilen technischer Glasfasern, vorrangig Silizium und Sauerstoff, im Herstellungsprozess eine dreidimensionale amorphe Netzwerkstruktur ausbilden, diese Annahmen sind jedoch keineswegs näher untersucht [7,8].

Die experimentellen Untersuchungen zeigen jedoch, obwohl die Faser- wie auch die Matrixkomponente unter Ermüdungsbelastung einen ähnlichen beschleunigt bestimmten Verlauf der Zeitstandfestigkeit vorweisen, diesen dennoch nicht für den Verlauf der Zeitstandfestigkeit des daraus gebildeten Verbundwerkstoff mit unidirektionaler Faserorientierung (Laminattype 0 °) gilt. Neben der Faser- und Matrixkomponente bildet die Fasermatrixanbindung die entscheidende lastübertragende Schnittstelle bei der Verteilung und Übertragung externer Belastungen auf die Faserkomponente. Werkstoffschäden innerhalb der Matrixkomponente und der Fasermatrixanbindung, führen einerseits zu einer gehinderten Lastverteilung und somit Überbelastung einzelner lastragender Fasern, anderseits führen zyklischen Ermüdungslasten bei defekter Fasermatrixanbindung zu Relativbewegungen und Friktionen innerhalb der Werkstoffstruktur, wodurch Schäden und in Folge das Versagen der Faserkomponente hervorgerufen wird [6,9,10]. Nachstehende Extrapolationskonzepte zur Überführung experimentell ermittelter Versagenszeiten in den statischen Belastungsfall sind daher aufgrund unterschiedlicher Schädigungseffekte

innerhalb der Werkstoffstruktur nicht in der Lage das wahrheitsgetreue Zeitstandverhalten unter langfristiger statischer Belastung abzubilden.



**Abbildung 28.1:** Konventionell ermittelte Zeitstandfestigkeit der Textilfasern und des Laminates 0° (CR - strichlierte Linie) und mittels Ermüdungsversuchen mit R-Verhältnisvariation bestimmte Zeitstandfestigkeit der Textilfasern und der Laminate 0° und 90° (durchgezogenen Linie).

## 29 Zusammenfassung

Die Charakterisierungen der Werkstoffeigenschaften textiler Glasfaser sowohl unter statischer als auch unter Ermüdungsbelastung zeigten, dass auch Glasfasern ein zeitabhängiges Werkstoffverhalten besitzen. Unter langfristigen statischen Lasten sinkt mit zunehmender Belastungszeit die Zeitstandfestigkeit, im vergleichbaren Ausmaß wie dieses bei Laminaten mit Belastungen entlang der Faserorientierung festgestellt wurde. Unter zyklischer Ermüdungslast tritt bei textilen Glasfasern analog zu den untersuchten Verbundwerkstofflaminaten ein rasches Werkstoffversagen eine, wodurch das gewählte beschleunigte Prüfkonzept mit anschließender Extrapolation bestimmter Versagenszeiten zur statischen Lastsituation keine wahrheitsgetreue Abbildung realen Zeitstandverhaltens liefert.

Daraus gewonnen Rückschlüsse auf das Verhalten unidirektional faserverstärkter Verbundwerkstoffe mit Belastungen entlang der Faserrichtung zeigten, dass das Ermüdungsverhalten der Verbundwerkstofflaminate nicht ausschließlich von den Werkstoffkomponenten und im vorliegenden Fall von der Faserkomponente geprägt ist. Das jähe Prüfkörperversagen bei der Bestimmung des Zeitstandverhaltens der Laminattype 0° mittels beschleunigter Charakterisierungsmethode in Form von Ermüdungsversuchen mit R-Verhältnisvariation fußt anhand der vorliegenden experimentellen Ergebnisse im Versagen der Fasermatrixanbindung und daraus folgendem frühzeitigem Versagen der Faserkomponente.

## 30 Literatur

- D. Wang, Q. Wang, Z. Wang, H. Jiang, Z. Zhang, P. Liu, C. Xu, L. Gao, *Ceramics International* 2019.
- F. R. Jones in J. W. S. Hearle (ed.), *High-performance fibres, Boca Raton, Cambridge,* England, pp. 191–238,2001.
- [3] A. Maier, *Dissertation*, Montanuniversität Leoben, Leoben, **2016**.
- [4] J. F. Mandell, F. J. Mcgarry, A. J.-Y. Hsieh, C. G. Li, *Polymer Composites* 3, 168, **1985**.
- [5] Y. Zhou, P. K. Mallick, Journal of Composite Materials 22, 2025, 2004.
- [6] Y. Abdin, A. Jain, S. V. Lomov, V. Carvelli in S. V. Lomov, V. Carvelli (eds.), Fatigue of textile composites, Amsterdam, Boston, Cambridge, pp. 88–107, 2015.
- [7] G. W. Ehrenstein, Faserverbund-Kunststoffe, Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften, Hanser, München, 2006.
- [8] C. Freudenberg in C. Cherif (ed.), *Textile Werkstoffe für den Leichtbau: Techniken -*Verfahren - Materialien - Eigenschaften, Berlin, Heidelberg, pp. 39–109, 2011.
- [9] E. K. Gamstedt, R. Talreja, Journal of Materials Science, 11, 2535, 1999.
- [10] P. T. Curtis, International Journal of Fatigue, 5, 377, 1991.

**TEIL VII:** 

ZUSAMMENFASSUNG, SCHLUSSFOLGERUNG UND AUSBLICK

# 31 Zusammenfassung

Ausgewählte faserverstärkte Kunststoffe mit kontinuierlicher Faserverstärkung besitzen bei deren Anwendung unter statisch konstanten Belastungssituationen das Potenzial bestehende Werkstoffsysteme zu optimieren beziehungsweise zu substituieren. Vor allem im leichtbaugetriebenen Mobilitätssektor oder auch bei thermischen Entkopplungssystemen innerhalb lasttragender Bauwerksstrukturen können derartige Hochleistungsfaserverbundwerkstoff aufgrund ihres Eigenschaftspotentials einen wichtigen Beitrag bei der Erreichung global gesteckter Klimaziele durch Reduktion der Treibhausgasemission leisten. Anwendungsspezifische Einsatz- und Belastungszeiten in der Größenordnung mehrerer Jahrzehnte, erfordern jedoch im Entwicklungs- und Charakterisierungsprozess geeignete Prüfund Extrapolationsverfahren unter anwendungsnahen Belastungsbedingungen, um deren langfristiges Materialverhalten in einem ökonomischen Prüfprozess abbilden zu können. Beschleunigte Prüfmethoden mit zugehörigen wahrheitsgetreuen Extrapolations- und Auswertekonzepten, deren Eignung es explizit für Faserverbundwerkstoffe zu überprüfen gilt, sind daher unumgänglich.

Durch die Kombination verstärkender Faserwerkstoffe in formgebenden Matrixkomponenten entsteht ein komplexes Werkstoffsystem, ein Verbundwerkstoff, dessen mechanische Eigenschaften in erster Linie von den Eigenschaften beitragender Werkstoffkomponenten, deren geometrische Ausrichtung wie auch deren Anbindung zueinander geprägt sind. Bei mechanischer Werkstoffbelastung, über ausgedehnte Belastungszeiten hinweg, unterliegen Verbundwerkstoffe einem zeitlich veränderlichen Eigenschaftsprofil, dessen Hintergründe in der Materialviskoelastizität der Werkstoffkomponenten und in der Akkumulation lastbedingter Schädigungen der Werkstoffkomponenten und deren Anbindung zueinander beheimatet sind. Veränderungen in den Werkstoffeigenschaften führen somit unter fortwährender statischer Belastungen zu einem zeitlich veränderlichen Deformationsverhalten, dass es gilt, in entsprechenden Werkstoffcharakterisierungsprozessen experimentell festzustellen und in aussagekräftigen Darstellungsformen abzubilden. Kriechkurven, zeitabhängige Verläufe von Zeitstandfestigkeit und Kriechmodul bis hin zu isochronen Spannungs-Dehnungsdiagrammen sind etablierte Darstellungsformen zur Veranschaulichung der zeitabhängigen Werkstoffdeformation, -festigkeit und -steifigkeit, dessen Aussagekraft im Langzeitbereich jedoch aufgrund der Beschränkung experimenteller Prüfzeiten limitiert ist. Mögliche extrapolative Zeitbereichserweiterungen basierend auf experimentellen Versuchsergebnissen unterliegen werkstoffseitigen Limitationen und sind nur innerhalb zeitlicher Begrenzungen aussagekräftig und zulässig und stellen daher keine zufriedenstellende Möglichkeit dar, Werkstoffeigenschaften aus dem langfristigen Zeitbereich in ökonomischen Prüfprozessen abzubilden.

Beschleunigte Prüfkonzepte mit der zeitraffenden Wirkung von vergleichsweise gesteigerter mechanischer Belastung beziehungsweise Temperatur, in Kombination mit dazugehörigen Verschiebungskonzepten basierend auf den Prinzipien der Zeit-Temperatur-Superposition und der Boltzmann'schen Superposition sind für unverstärkte Kunststoffe etabliert, finden für kontinuierlich faserverstärkte Kunststoffe jedoch nur eingeschränkt Verwendung. Die Prüfmethoden der Zeit-Temperatur-Verschiebung (TTS) mit deren Weiterentwicklung der Stepped isothermal method (SIM) sowie dessen spannungsbasierendes Pendant der Spannungs-Zeit-Verschiebung (TSS) mit dessen Weiterentwicklung der Stepped isostress method (SSM), sowie deren Kombination (Time temperature stress superposition - TTSS) sind Beispiele möglicher Prüfkonzepte zur beschleunigten Charakterisierung des langfristigen Materialverhaltens von Verbundwerkstoffen, deren Eignung es für kontinuierlich faserverstärkte Verbundwerkstoffe mit winkelvarianter Faserorientierung unter anderem im Zuge dieser Dissertation zu untersuchen galt.

Neben der Verifikation bestehender beschleunigter Prüfmethoden lag ein weiter Aspekt in der Entwicklung neuartiger Prüfmethoden und Konzepte zur beschleunigten Werkstoffcharakterisierung langfristiger Verbundwerkstoffmaterialeigenschaften, wie beispielweise in Form der Stress rate accelerated creep rupture tests (SRCR).

Hochleistungsfaserverbundwerkstoffe aufgebaut im Winkelverbund mit kontinuierlicher Faserverstärkung und variierendem Faserwinkel, zeigen bei Eigenschaftscharakterisierung mittels quasistatischen Prüfmethoden verstärkungsrichtungsabhängige mechanische Eigenschaften. Die Basiseigenschaften Festigkeit und Steifigkeit sinken ausgehend vom Laminataufbau mit Faserorientierung entlang der Belastung (Laminattype 0°) mit zunehmender Winkeldifferenz zwischen Belastungs- und Faserrichtung. Darauf aufbauende konventionelle Kriechversuch unter langfristiger statischer Belastung zeigen ebenso eine Abhängigkeit zwischen Faserwinkel der eingebrachten Verstärkungsfasern und dem langfristigen Materialverhalten. Konstante Belastungen entlang der Faserrichtung führen bei der Aufbauvariante 0° zu einem Materialverhalten mit geringfügigen Veränderungen über die Belastungszeit hinweg, welches auf dem dominierenden Beitrag der Fasereigenschaften am Gesamteigenschaftsprofil zurückzuführen ist. Marginale Zunahme der Kriechdeformation unter konstanter Last resultiert in ein annähernd konstantes Niveau der Materialsteifigkeit bei dennoch deutlicher abnehmender Werkstofffestigkeit mit zunehmender Belastungszeit.

Mit steigendem Faserwinkel und somit zunehmendem Beitrag der Matrixkomponente am Eigenschaftsprofil ist aufgrund viskoelastischer Materialeigenschaften und der Akkumulation von Schädigungen ein zunehmendes zeitabhängiges Werkstoffverhalten zu beobachten, welches in Abhängigkeit von der Belastungshöhe teilweise direkt bei Belastungsbeginn in eine deutliche Zunahme der Kriechdeformation und somit in eine erhebliche Steifigkeits-reduktion führt. Analog zu der Laminattype 0 ° ist auch bei Belastungszeit feststellbar, wobei die Faserausrichtung keinen Einfluss auf die Abnahmegeschwindigkeit dieser zeitabhängigen Festigkeitsreduktion nimmt.

Basierend auf den Kenntnissen des langfristigen Materialverhaltens aus dem konventionellen Charakterisierungsprozess mittels Kriechversuch, wurden ausgewählte beschleunigte spannungsbasierende Prüfkonzepte mit spezifischen Belastungsprofilen für die Bestimmung der langfristigen Materialeigenschaften winkelvarianter Verbundwerkstoffe herangezogen und aus der vergleichenden Ergebnisbetrachtung Erkenntnisse über deren Eignung zur wahrheitsgetreuen Abbildung langfristiger Materialeigenschaften abgeleitet.

Die bereits bekannte Prüfmethode SSM, basierend auf einem stufenförmig ansteigenden Belastungsprofil, liefert als experimentelles Versuchsresultat zeitabhängige Kriechmasterkurven bei Belastungsinitialspannung, welche durch nachfolgende Auswertemethoden zur konventionellen Ergebnisdarstellung langfristiger Materialeigenschaften, beispielsweise durch isochrone Spannungs-Dehnungsdiagramme, verwendet werden können. Für die SSM Versuchsauswertung sind keine ergänzenden Versuchsmessungen erforderlich, wie dies beispielsweise bei der ebenso beschleunigten Messmethode SIM durch die Ermittlung der thermischen Längenausdehnung erforderlich wäre, dennoch beruht die Bildung einer entsprechenden Kriechmasterkurve auf einer mehrfachen Verschiebung einzelner Kriechsegmente entlang der Zeit, wie auch der Deformationsachse, welche je nach Auswertemethodik mit einer polynomiellen Kurvensegmentanpassungen oder einer empirischen Segmentpositionierung verbunden ist. Durch die mindestens dreimalige Verschiebung jedes Segments wird diese Methode daher anfällig auf Fehler im Auswerteprozedere und beeinflussbar durch subjektive Faktoren.

Bei der experimentellen Anwendung dieser beschleunigten Methode SSM an Hochleistungsfaserverbundwerkstoffen zeigte sich anhand identer Spannungsniveaus zu vergleichenden Kriechversuchen, dass der Werkstoffaufbau und das damit verbundene Verformungs- und Schädigungsverhalten Einfluss auf die Eignung der Prüfmethode zur beschleunigten Aufnahme von Deformationskurven nehmen. Laminataufbauten mit Belastungen längs beziehungsweise quer zur Faserrichtung (Laminattype 0 ° beziehungsweise 90 °) zeigen bei geringer Gesamtdeformation vor dem eintretenden Kriechbruch eine zu konventionellen Kriechdeformationskurven ähnliches zeitabhängiges Materialverhalten, mit vergleichbarem Kurvenhabitus der spannungshöhenabhängigen Kriechdeformationskurven, aber einem zu geringfügig höheren Versagenszeiten verschobenen Zeitstandverhalten.

Dahingegen zeigen die Untersuchungen an der Laminattype 45 ° mit größter Gesamtdeformation aller untersuchten Laminattypen bereits bei den konventionellen Kriechversuchen, dass mit steigendem statischen Belastungsniveaus neben der Reduktion der Versagenszeit auch eine Reduktion der Gesamtdeformation eintritt. Die beschleunigend wirkenden ansteigenden Laststufen der SSM führen somit bei geringen Gesamtbeanspruchungszeiten zu einem zum statischen Belastungsfall vergleichbaren Kriechkurvenverlauf der jedoch deutlich früher bei reduzierter Versagenszeit und Bruchdehnung aufgrund Versagens des Prüfkörpers endet.

Umfangreichere Anwendbarkeit zeigte dagegen die Rahmen dieser Dissertation entwickelte Prüfmethode Stress rate accelerated creep rupture test (SRCR), unter deren Anwendung der beschleunigt bestimmte Verlauf der Zeitstandfestigkeit für die untersuchten Laminataufbauten (0°, ± 45°, 90°) die beste Übereinstimmung zu konventionell bestimmten Zeitstandfestigkeiten lieferte. Analog zur klassischen Messmethode zur Bestimmung der Zeitstandfestigkeit resultierten aus dieser Prüfmethode jedoch lediglich Informationen über Versagenszeitpunkte in Abhängigkeit statischer Belastungsniveaus, wobei der zeitabhängige Verlauf der Kriechdeformation unberücksichtigt bleibt. Nach dem Aufbringen einer zu konventionellen Kriech- beziehungsweise Zeitstandversuchen identer Initialspannung nutzt diese Methode ein anschließendes Belastungssegment mit einer definierten Spannungsrate anstatt der kontinuierlich statischen Lastsituation. Aufeinanderfolgende Versuche mit unterschiedlicher Spannungsrate resultieren in einem ratenabhängigen Prüfkörperversagen, welches mit zugehöriger Bruchspannung und Versagenszeit unverwechselbar und skalar bestimmbar ist, woraus in weiterer Folge die Versagenszeit bei Initialspannung extrapolativ bestimmt werden kann.

Diese Messmethode bringt obwohl höherer Probenanzahl vor allem bei geringen statischen Belastungsniveaus eine deutlich Reduktion der Gesamtprüfzeit der gesamten Messserie mit sich, da durch die Versuchsabfolge mit sinkenden Spannungsraten und somit ansteigenden Versagenszeiten eine sukzessive Annäherung der Versagenszeiten an die statische Lastsituation eines vergleichbaren konventionellen Zeitstandversuches erreicht werden kann, wobei innerhalb weniger Stunden bis einigen Tagen eine erste Aussage über das Zeitstandverhalten unter statischer Belastung bei Initialspannung getroffen werden kann, ohne die umfangreiche Prüfzeit eines konventionellen Zeitstandversuches ohne jeglicher Zwischeninformation während der Versuchsdauer in Anspruch zu nehmen. Die dabei zusammengehörige Messserie basiert mit Ausnahme der unterschiedlichen Spannungsraten auf einem identem Versuchsablauf und stellt damit einen deutlichen Unterschied zu klassischen Zeitstandversuchsserien dar. Bei konventionellen Zeitstandversuchen wird durch höhere statische Prüflasten ein rascheres Prüfkörperversagen erreicht, dessen Versagenskennwerte Prüflast und Versagenszeit extrapolativ unter werkstofflichen und zeitlichen Limitationen zu geringeren Prüflasten zur Bestimmung der Versagenszeit bei bestimmten Lastbereichen in den Langezeitbereiche verlängert werden. Zur Abbildung des Zeitstandverhaltens über einen breiten Belastungsbereich, setzt diese Methode auf die Durchführung spannungsratenvariierender Messserien bei unterschiedlichen Initialspannungsniveaus, wobei das Werkstoffverhalten bei erheblichen Zeitstandzeiten und damit verbundenen vorrangig geringen Lastniveaus die Einsatztauglichkeit dieser Messmethode limitiert. Diese Messmethode beruht aufgrund ihres Anspruches als beschleunigte Prüfmethode darauf, dass Versagenskennwerte aus einem zeitlich begrenzten, oft sehr kurzen Prüfzeitfenster in den Langzeitbereich extrapolativ zur Bestimmung der Versagenszeit bei Initialspannung erweitert werden, welches erfordert, dass über den gesamten Betrachtungszeitraum ein Werkstoffverhalten vorliegend ist, welches in einem linearen Zusammenhang zwischen Belastungshöhe und Belastungszeit steht und somit nur von dem beschleunigenden Faktor mechanische Belastung abhängig ist. Vorhandene Umgebungseinflüsse oder eventuelle Werkstoffalterung dürfen dabei keinen Einfluss auf das Werkstoffverhalten nehmen und werden bei der Extrapolation experimenteller Versagenszeiten in den Langzeitbereich nicht berücksichtigt. Bei Nichtlinearität des Zeitstandverhaltens, wie dies beispielweise aus exemplarischen Versuchen an unverstärkten thermoplastischen Kunststoffen, konkret an Polyoxymethylen (POM) mit einem stark degressiven Zeitstandverhalten festzustellen war, suggeriert demzufolge die Anwendung der Messmethode SRCR aufgrund der linearen Ergebnisextrapolation eine deutliche Überbewertung realen Zeitstandversagenszeiten. Ebenso gilt als Voraussetzung für die Anwendbarkeit der Messmethode ein unveränderlicher Schädigungsmechanismus der zum Werkstoffversagen führt, sowohl innerhalb der Versagenszeiten der spannungsratenabhängigen Versuchsserien, wie auch innerhalb der Belastungszeit langfristiger konventioneller statischer Belastungsbedingungen.

Bei der weiters untersuchen und experimentell angewandten Prüfmethode der Ermüdungsversuche mit ansteigendem R-Verhältnis und nachfolgender Extrapolation ermittelter Versagenszeiten zur statischen Lastsituation konnte keine zufriedenstellende Korrelation zwischen konventionell und beschleunigt bestimmten Zeitstandfestigkeiten festgestellt werden. Die zyklische und somit deutlich schädigendere Werkstoffbelastung verglichen zur kontinuierlich statischen Lastsituation resultiert auch bei geringem R-Verhältnis und somit geringem Belastungsunterschied zwischen Ober- und Unterspannung zu einem raschen Werkstoffversagen, welches auch bei nachfolgender Extrapolation der Versagenszeiten zur statischen Lastsituation zu einer deutlichen Unterschreitung konventionell bestimmter Versagenszeiten führt. Bei der Laminattype mit Faserorientierung entlang der Belastungsrichtung (Type 0°) ist der Effekt des jähen Werkstoffversagens auch bei geringen statischen Belastungsniveaus (in etwa 30 % der quasistatischen Bruchfestigkeit) am deutlichsten ausgeprägt. Mit zunehmender Winkeldifferenz zwischen Faser- und Belastungsrichtung nähert sich der Verlauf der beschleunigt bestimmten Zeitstandfestigkeit dem realen Festigkeitsverlauf an, dennoch zeigen sich weiterhin deutlich Differenzen und ein vorzeitiges Werkstoffversagen wird durch die beschleunigte Charakterisierungsmethode festgestellt.

Aufklärende Versuche am trockenen Verstärkungstextil legten vorrangig offen, dass unter konventionellen Charakterisierungsmethoden das Laminats 0° und die bei dieser Laminattype vorrangig beitragende Verstärkungskomponente einen vergleichbaren Verlauf der Zeitstandfestigkeit aufweist. Zyklische Belastungen an der Verstärkungskomponente führen jedoch zu einem vorzeiteigen Werkstoffversagen, jedoch nicht in dem derartigen Ausmaß wie bei der Laminattype 0° festgestellt wurden. Unter zyklischer Ermüdungsbelastung zeigten die trockenen Fasertextilien eine Zeitstandverhalten, dass mit dem matrixdominiertem Laminat 90° vergleich bar ist, welches Aufgrund der molekularen dreidimensionalen Netzwerkstruktur innerhalb der Matrixstruktur wie auch Glasfaserstruktur erklärbar wäre. Daraus folgend ist das extrem rasche und vergleichsweise vorzeitige Versagen der Laminattype 0° unter Ermüdungsbelastung nicht ausschließlich auf den werkstofflichen Beitrag der verstärkenden Faserkomponente rückführbar. Begünstigte Schädigungen der Fasermatrixanbindung und daraus folgend Schäden an der Faserkomponente gelten unter der zyklischen Belastungssituation als wahrscheinlichstes Indiz für die erheblich abweichenden Zeitstandergebnisse bei Verwendung dieser beschleunigten Prüfmethode.

## 32 Schlussfolgerungen und Ausblick

Final kann anhand der vorliegenden experimentellen Versuchsergebnisse unter Anbetracht der gesteckten Ziele festgehalten werden, dass bestimmte spannungsbasierende beschleunigte Prüfmethoden in Kombination mit geeigneten Verschiebungs- und Auswertekonzepten durchaus in der Lage sind innerhalb zeitlich limitierter Versuchszeiten Messdaten zu generieren woraus es möglich ist das langfristige Materialverhalten über einen anwendungsrelevanten Betrachtungszeitraum von mehrerer Jahrzehnte unter konstanter statische Belastung abzuschätzen. Die dazu verwendeten Konzepte mit extrapolativer oder verschiebender Erweiterung des experimentell abgebildeten Zeitbereichs in den Langzeitbereich setzten jedoch voraus, dass ablaufende zeitliche Veränderungsprozesse des Werkstoffes wie auch Schädigungsmechanismen sich über den gesamten zu betrachtenden Zeitbereich gleichwertig fortsetzen. Darauf Einfluss nehmende Werkstoffalterung beziehungsweise werkstoffdegradierende Umgebungsbedingungen sind daher bei der Festlegung möglicher Extrapolationsgrenzen zusätzlich in Betracht zu ziehen.

Sämtliche für die experimentelle Charakterisierung herangezogenen winkelvarianten Verbundwerkstoffe wurden im Winkelverbund mit den zugehörigen Extremwerten der Winkelausrichtung, der uniaxialen Ausrichtung unter 0° und 90° zu Belastungsrichtung, aufgebaut. Bei diesen Extremwertlaminaten besitzt das Verbundwerkstofflaminat, mit Ausnahme des Schuss- beziehungsweise Bindfadens der textilen Faserverstärkung, nur eine unidirektional wirkende Faseranordnung, bei sonstig selbigem Werkstofflaufbau, wodurch sich eventuelle Anfangsdefekte und lastinduzierte Schädigungen innerhalb der Werkstoffstruktur ungehindert ausbreiten können. Dies steht in Widerspruch zu den weiteren Laminataufbauten, wo jede Einzelschicht innerhalb des Laminataufbaues durch Einzelschichten mit gegenläufiger Faserausrichtung begrenzt ist. Für fortlaufende Untersuchungen sind daher unidirektionale Laminataufbauten mit Faserausrichtung entlang der Belastung, normal zur Belastungsrichtung beziehungsweise mit einer Winkellage zwischen den Extremsituationen mit zu berücksichtigen, welche eventuell aus vorimprägnierten Verbundwerkstoffmaterialien (engl.: Prepreg) gefertigt werden und somit keinen Schuss- beziehungsweise Bindfaden der verwendeten technischen Textilfaserverstärkung aufweisen.

Im Rahmen der experimentellen Charakterisierungen zeigte die Laminattype ± 45 ° mit steigender statischer Belastung eine Reduktion der Zeitstandzeit einhergehend mit einer Reduktion der Bruchdehnung bei dem das Werkstoffversagen eintritt. Unter Anbetracht rein viskoelastischer Materialeigenschaften würde unter der anliegenden Zug- und Scherbelastung ein Werkstoffverhalten resultieren, welches zeitabhängig aber dennoch proportional zur Höhe der anliegenden Belastung wäre. Dies konnte unmittelbar jedoch nicht festgestellt werden, welches auf einen entsprechenden Beitrag ablaufender Schädigungsprozesse am zeitabhängigen Verformungsverhalten schließen lässt und somit weiterführender Untersuchungen bedarf.

Die zur Aufklärung dienende Untersuchungen an den textilen Glasfasern zeigten, dass das zeitabhängige Materialverhalten der Faserkomponente konträre Zeitstandzeiten zur Laminattype 0° zeigt, jedoch Analogien zum Materialverhalten des Laminates 90 ° aufweist, welches vorrangig durch die Eigenschaften der Matrixkomponente geprägt ist. Bei der Kombination der Faser- und Matrixkomponente zu einem Gesamtwerkstoff und der damit verbundenen Kombination der ähnlichen beschleunigt bestimmten Zeitstandfestigkeits-verläufe wäre es naheliegend zu erwarten, dass auch der Verbundwerkstoff selbiges Zeitstandverhalten unter Ermüdungsbelastung aufweist, welches experimentell jedoch nicht abgebildet werden konnte. Neben dem zeitabhängigen Beitrag der Einzelkomponenten am Gesamteigenschaftsprofil, trägt der Zustand der Faser-Matrix-Anbindung über die gesamte Belastungsdauer am Eigenschaftsprofile derartiger Werkstoffe bei, wodurch sich im Verbundwerkstoff ein zu den Einzelkomponenten konträres langfristigen Materialverhalten abzeichnet, dessen endgültiger Aufklärung es nachfolgender Untersuchungen bedarf.

Die angewandten beschleunigten Prüfmethoden setzten voraus, dass Schädigungsprozesse und Schädigungsmechanismen innerhalb der experimentellen Prüfzeiten wie auch innerhalb der zeitlichen Extrapolations- und Erweiterungsbereiche unveränderlich sind. Die explizite Überprüfung dieser Annahmen ist jedoch Anhand von Bruchflächen versagter Prüfköper oder durch geeignete Echtzeitanalysen während der Versuchsdurchführung zu verifizieren.

Beschleunigte Prüfkonzepte basierend auf erhöhten Prüftemperaturen, blieben innerhalb der experimentellen Charakterisierungsprozesse dieser Dissertation gänzlich unbeachtet. Die Untersuchung deren Eignung würde eine Ergänzung zu der vorliegenden Arbeit darstellen, wobei vorab Temperaturgrenzen bis zu welcher Maximaltemperatur Verschiebungskonzepte angewandt werden können zu bestimmen sind. Das langfristige Materialverhalten von Verbundwerkstoffen unter statischer Belastung ist aus der Kombination viskoelastischer Materialeigenschaften der Werkstoffkomponenten und lastinduzierten Schädigung und deren zeitabhängiger Ausbreitung geprägt. Die Erhöhung der Prüftemperatur beschleunigt daher einerseits ablaufende Deformationsänderungen aufgrund viskoelastischer Materialeigenschaften, nimmt anderseits jedoch auch Einfluss auf die Werkstoffsteifigkeit und das Schädigungsverhalten der Werkstoffmatrixkomponenten. Die Anwendbarkeit derartiger Konzepte bei sich ändernden Schädigungsverhalten ist daher zu untersuchen und könnte entsprechenden Einschränkungen unterliegen.

# ANHANG

## Auswertungen SSM

In den folgenden Abbildungen A.1 bis A.5 sind die Auswertungen der beschleunigt ermittelten SSM Versuchsergebnisse für die Laminattype 0° dargestellt. Entsprechend der Auswertemethodik der SSM sind bei den normierten Belastungen in der Höhe von 60%, 65%, 70%, 75% und 80% jeweils in einem Diagramm die Kriechkurvensegmente bei linearer und logarithmischer Zeitachsenskalierung im virtuellen Versuchsstartpunkt dargestellt. Die bei logarithmischer Achsenskalierung durch Horizontalverschiebung der Segmente entlang der Zeitachse resultierende Kriechmasterkurve bildet das Ergebnis dieses Auswerteprozesses.



**Abbildung A.1:** SSM-Auswertung der Laminattype 0 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 60 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.2:** SSM-Auswertung der Laminattype 0 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 65 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.3:** SSM-Auswertung der Laminattype 0 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 70 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.4:** SSM-Auswertung der Laminattype 0 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 75 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.5:** SSM-Auswertung der Laminattype 0 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 80 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.

Analog zu den Darstellung der Laminattype 0° sind in den Abbildungen A.6 bis A.10 die Auswertungen der beschleunigt ermittelten SSM Versuchsergebnisse für die Laminattype ± 45° dargestellt. Diese zeigen wiederrum entsprechend der SSM Auswertemethodik bei den normierten Belastungen in der Höhe von 70%, 75%, 80%, 85% und 90% jeweils ein Diagramm bestehend aus den Kriechkurvensegmente bei linearer und logarithmischer Zeitachsenskalierung im virtuellen Versuchsstartpunkt ergänzt durch die resultierende Kriechmasterkurve bei logarithmischer Zeitachsenskalierung.



**Abbildung A.6:** SSM-Auswertung der Laminattype ± 45 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 70 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve. (Anmerkung: Nach Laststufe 6 wurde es verabsäumt die Spannungserhöhung auf das Spannungsniveau der Laststufe 7 durchzuführen, woraus die doppelte Belastungszeit in der Höhe von 2 h für die Laststufe 6 resultiert. Ab Laststufe 8 durchläuft der Prüfablauf wieder das vorgesehen Prozedere.)



**Abbildung A.7:** SSM-Auswertung der Laminattype ± 45 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 75 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.8:** SSM-Auswertung der Laminattype  $\pm$  45 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 80 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.9:** SSM-Auswertung der Laminattype ± 45 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 85 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.10:** SSM-Auswertung der Laminattype  $\pm$  45 ° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 90 % mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.

In folgenden Abbildungen A.11 bis A.15 sind die SSM Versuchsergebnisse für die Laminattype 90° abgebildet, und zeigen wiederrum, entsprechend der Auswertemethodik, bei normierten Belastungen in der Höhe von 60%, 65%, 70%, 75% und 80% in einem zusammengehörigen Diagramm die Kriechkurvensegmente bei linearer und logarithmischer Zeitachsenskalierung im virtuellen Versuchsstartpunkt ergänzt durch die resultierende Kriechmasterkurve bei logarithmischer Zeitachsenskalierung.



**Abbildung A.11:** SSM-Auswertung der Laminattype 90° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 60% mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.12:** SSM-Auswertung der Laminattype 90° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 65% mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.13:** SSM-Auswertung der Laminattype 90° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 70% mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.14:** SSM-Auswertung der Laminattype 90° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 75% mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.



**Abbildung A.15:** SSM-Auswertung der Laminattype 90° bei einer normierten Belastung in der Höhe von 80% mit der Darstellung der einzelnen Kriechsegmente je Laststufe im virtuellen Versuchsstartpunkt und der daraus resultierenden Kriechmasterkurve.