



Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe

Masterarbeit

The background features a large, faint watermark of the University of Leoben seal. The seal is circular and contains a shield with four quadrants: top-left shows crossed hammers, top-right shows a stork, bottom-left shows a rampant lion, and bottom-right shows a staircase. The text 'UNIVERSITAS MONTANA LEOBENSIS' is written around the perimeter of the seal.

Bruchmechanische Untersuchungen an  
additiv gefertigten Bimaterial-Strukturen

Florian Maximilian Oesterreicher, BSc

Leoben, März 2020

## EIDESSTÄTTLICHE 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.



**Florian Maximilian Oesterreicher, BSc**

**LEOBEN, März 2020**

---

## DANKSAGUNG

Hiermit möchte ich mich beim Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, der Montanuniversität Leoben und vor allem bei dem Lehrstuhlleiter, Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Gerald Pinter, dafür bedanken, dass mir die Möglichkeit gegeben wurde, meine Masterarbeit durchzuführen und zu verfassen.

Mein besonderer Dank geht an meinen Betreuer, Herrn Dipl.-Ing. Dr.mont. Florian Arbeiter, der mir stets mit seiner fachlichen Kompetenz, speziell in den Gebieten der Bruchmechanik und Werkstoffprüfung zur Seite stand. In zahlreichen Gesprächen konnten verschiedene Ansätze und Auswertemöglichkeiten in diesem noch wenig erforschten Gebiet erarbeitet und überprüft werden.

Zusätzlich geht mein Dank an Frau Dipl.-Ing. Anja Gosch, die mich speziell im Bereich der Prüfmethodik eingeschult hat und mir immer für fachliche Fragen zur Verfügung stand. Ebenfalls bedanke ich mich bei Herrn Dipl.-Ing. Johannes Wiener, der mich bei der Auswertung der durchgeführten Versuche sowohl fachlich als auch praktisch, unterstützte.

Ein großer Dank geht auch an die Partnerfirma Hage Sondermaschinenbau GmbH & Co KG, HAGE3D Business Unit Graz und Herrn Dipl.-Ing. Dipl. Ing. Dr.mont. Matthias Katschnig mit seinen Mitarbeitern, die mir im Bereich der additiven Fertigung mit Rat und Tat zur Seite standen und die benötigten Probekörper zur Verfügung stellten. Weiterer Dank geht auch an Herrn Franz Grassegger, der an der Bearbeitung und Vorbereitung der Probekörper maßgeblich beteiligt war.

Diese Arbeit wurde zum Teil im Rahmen des von der FFG und dem Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie (Nummer 858562) geförderten Bridge-1 Projekts „BioMimicPolymers“, durchgeführt.

Abschließend bedanke ich mich bei meiner Familie, die mich während meines gesamten Studiums stets in allen Bereichen unterstützt hat.

---

## KURZFASSUNG

Die Natur hat im Laufe der Evolution Hochleistungswerkstoffe entwickelt, die heutzutage als Inspiration und Vorbild für zukünftige Anwendungsgebiete dienen. Diese Werkstoffe weisen meist eine Kombination aus sehr hohen Steifigkeiten und gleichzeitig hohen Zähigkeitswerten auf. Die besonderen Eigenschaften verdanken biologische Materialien ihrer Mikrostruktur und Kombination aus unterschiedlichen Materialien. Der große Unterschied zu technischen Materialien besteht also im inneren Aufbau. Während technische Materialien meist relativ homogen sind, so haben biologische Materialien eine hierarchische Struktur, mit einhergehender Materialinhomogenität. Diese Komplexität bewirkt unterschiedliche Mechanismen, die zu einer sehr hohen Zähigkeit mit gleichbleibend hoher Steifigkeit führt. Um solche Eigenschaften nachzuahmen, sind einerseits Verfahren zu finden, die es ermöglichen, Materialien mit solchen speziellen Strukturen zu fertigen und andererseits Prüfmethoden zu entwickeln, um diese Eigenschaften zu beschreiben und zu quantifizieren.

In der gegenständlichen Arbeit wurden Kunststoff-Mehrschichtverbunde mittels additiver Fertigung („3D Druck“) anhand der Materialeextrusion nach der FFF-Methode („fused filament fabrication“) hergestellt und mittels bruchmechanischer Methoden geprüft. Dazu wurde der Einfluss einer dünnen Zwischenschicht auf das Materialverhalten eines sonst spröden Grundmaterials, zur Bestimmung der Effekte der Materialinhomogenität, untersucht. Um eine Eigenschaftsverbesserung festzustellen wurde das Verhalten der Rissausbreitung betrachtet und die resultierende Risszähigkeit des Verbundes bestimmt. Es wurden zwei verschiedene Konzepte der Bruchmechanik angewendet, beginnend mit der linear elastischen Bruchmechanik, mit der Voraussetzung eines spröden Materialverhaltens. Aufgrund der Prüfanordnung und dem Bruchverhalten der Probekörper kam es zu keinem aussagekräftigen Ergebnis bezüglich einer Eigenschaftsverbesserung. Es konnte jedoch festgestellt werden, dass die Prüfrichtung in Bezug auf die Anordnung der Einzelschichten der 3D-gedruckten Probekörper einen großen Einfluss auf die Materialeigenschaften, mit besseren mechanischen Eigenschaften der transversalen Anordnung der Schichten, hatte.

Zusätzlich wurden Versuche nach elastisch plastischer Bruchmechanik durchgeführt und das J-Integral  $J$  untersucht. Bei der Kombination von Materialien mit ähnlichen mechanischen Eigenschaften konnte kein Einfluss der Zwischenschicht festgestellt werden. Die Kombination einer weichen Zwischenschicht (thermoplastisches Copolymer) und einem spröden Grundmaterial (glykolisiertes PET) resultierte in einer deutlichen Eigenschaftsverbesserung, mit einer ca. 3-fach höheren Zähigkeit des Verbundes im Vergleich zum reinen Grundmaterial.

## ABSTRACT

In the course of evolution, nature has developed high-performance materials that now serve as inspiration and role models for future areas of application. These materials usually have a combination of very high stiffness and high toughness values. The special properties of biological materials are due to their microstructure and a combination of different materials. The big difference to technical materials is their inner structure. While technical materials are mostly homogeneous, biological materials often possess a hierarchical structure, with a material inhomogeneity. This complexity causes different mechanisms that lead to a very high toughness with consistently high stiffness values. In order to mimic such properties, on the one hand, methods have to be found which make it possible to produce materials with such special structures and, on the other hand, to develop test methods to describe and quantify these properties.

In the present work, polymer multi-layer composites were produced by additive manufacturing ("3d printing") using the material extrusion, according to the FFF-method ("fused filament fabrication") and tested via fracture mechanical methods. For this purpose, the influence of a thin interlayer on the material behaviour of an otherwise brittle base material was investigated to determine the effects of the material inhomogeneity. In order to determine an improvement in properties, the behaviour of the crack propagation and the fracture toughness of the compound was determined. Two different concepts of fracture mechanics were applied. First the linear elastic fracture mechanics, with the requirement of a brittle material behaviour, whereby due to the test arrangement and the fracture behaviour of the test specimens, no results were found. However, it was found that the layer orientation had a major influence on the material properties with better mechanical properties of the transverse arrangement of the layers. In addition, tests based on elastic plastic fracture mechanics were carried out. The so-called J-Integral  $J$  was determined. The combination of materials with very similar properties did not result in an improvement in the mechanical properties of the bimaterial composite. If a thin and very soft intermediate layer (thermoplastic copolymer) is combined with a very brittle material (glycolyzed PET), the overall material properties were greatly improved with an approximately 3 times higher toughness of the composite compared to pure base material.

# INHALTSVERZEICHNIS

<b>SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN .....</b>	<b>1</b>
<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS .....</b>	<b>4</b>
<b>TABELLENVERZEICHNIS .....</b>	<b>8</b>
<b>1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG .....</b>	<b>9</b>
<b>2 GRUNDLAGEN .....</b>	<b>11</b>
2.1    Eigenschaftsunterschiede von biologischen zu technischen Materialien .....	11
2.2    Additive Fertigung zur Herstellung bimaterieller Strukturen .....	13
2.3    Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften und Zähigkeit von Werkstoffen .....	14
2.3.1    Linear elastische Bruchmechanik LEBM .....	15
2.3.2    Elastisch plastische Bruchmechanik EPBM.....	21
2.3.3    Methoden zur Beschreibung von Mehrschichtsystemen und der Materialinhomogenität mittels Bruchmechanik .....	22
<b>3 EXPERIMENTELLES .....</b>	<b>27</b>
3.1    Beschreibung der verwendeten Materialien .....	27
3.2    Herstellung der Prüfkörper mittels additiver Fertigung .....	28
3.3    Bewertung der mechanischen Eigenschaften mittels Zugversuchs .....	29
3.4    Linear elastische Bruchmechanik mit Bewertung der Zähigkeit und der zyklischen Risswachstumskinetik .....	30
3.4.1    Bestimmung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors $K_{Ic}$ und der kritischen Energiefreisetzungsrate $G_{Ic}$ .....	31
3.4.2    Bestimmung des Ermüdungsrisswachstums $da/dN$ über $\Delta K$ .....	34
3.5    Elastisch plastische Bruchmechanik mit Bewertung des J-Integrals J .....	37

<b>4</b>	<b>ERGEBNISSE .....</b>	<b>43</b>
4.1	Auswertung der Zugversuche .....	43
4.2	Linear elastische Bruchmechanik mit Auswertung der Zähigkeit und zyklischer Risswachstumskinetik .....	45
4.2.1	Auswertung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors $K_{Ic}$ und kritischer Energiefreisetzungsrate $G_{Ic}$ .....	46
4.2.2	Auswertung des Ermüdungsrisswachstums $da/dN$ über $\Delta K$ .....	51
4.3	Elastisch plastische Bruchmechanik mit Auswertung des J-Integrals $J$ .....	59
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG, SCHLUSSFOLGERUNGEN UND AUSBLICK.....</b>	<b>66</b>
<b>6</b>	<b>LITERATUR .....</b>	<b>69</b>



**SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN**

MPa	Mega-Pascal
N	Newton
m	Meter
m <sup>2</sup>	Quadratmeter
J	Joule
kJ	Kilo Joule
° C	Grad Celsius
Hz	Hertz
F	Kraft [N]
F <sub>max</sub>	Maximalkraft [N]
F <sub>min</sub>	Minimalkraft [N]
v	Verformung [m]
A	Fläche [m <sup>2</sup> ]
σ	Spannung [N/m <sup>2</sup> ]
σ <sub>F</sub>	Fließspannung [N/m <sup>2</sup> ]
σ <sub>N</sub>	Nominelle Spannung [N/m <sup>2</sup> ]
ε	Dehnung [-]
E	E-Modul [MPa]
R	Lastverhältnis [-]
f	Frequenz [Hz]
C	Nachgiebigkeit [mm/N]
U	Energie [J]
a <sub>0</sub>	Anfangsriszlänge [m]

---

$a_f$	kritische Risslänge [m]
$\Delta a$	Rissfortschritt [m]
$\delta_T$	Risspitzenöffnung [m]
$V_0$	Rissöffnungsverschiebung [m]
$K$	Spannungsintensitätsfaktor [ $\text{MPam}^{1/2}$ ]
$K_c$	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor [ $\text{MPam}^{1/2}$ ]
$K_{Ic}$	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor Mode I [ $\text{MPam}^{1/2}$ ]
$K_{I,ini}$	Initiiertes Spannungsintensitätsfaktor Mode I [ $\text{MPam}^{1/2}$ ]
$\Delta K$	Differenz Spannungsintensitätsfaktor Mode I [ $\text{MPam}^{1/2}$ ]
$G$	Energiefreisetzungsrate [ $\text{kJ/m}^2$ ]
$G_c$	Kritische Energiefreisetzungsrate [ $\text{kJ/m}^2$ ]
$G_{Ic}$	Kritische Energiefreisetzungsrate Mode I [ $\text{kJ/m}^2$ ]
$J$	J-Integral [ $\text{kJ/m}^2$ ]
$J_{0,2}$	J-Integral bei $\Delta a=0,2$ mm [ $\text{kJ/m}^2$ ]
$J_{Bl}$	J-Integral bei der „blunting line“ [ $\text{kJ/m}^2$ ]
PP	Polypropylen
PP-CF10	10% Kohlefaser verstärktes Polypropylen
PET-G	Glykol Polyethylenterephthalat
PET-G L	Polyethylenterephthalat mit longitudinalen Schichten
PET-G T	Polyethylenterephthalat mit transversalen Schichten
TPC	Thermoplastisches Copolymer
FEM	Finite Elemente Methode
FFF	Fused Filament Fabrication
FDM	Fused Deposition Modeling

AM	Additive Manufacturing
LEBM	Linear elastische Bruchmechanik
EPBM	Elastisch plastische Bruchmechanik
CT	Compact Tension
SENB	Single Edge Notched Bending
CTOD	Crack Tip Opening Displacement
ESZ	Ebener Spannungszustand
EDZ	Ebener Dehnungszustand

**ABBILDUNGSVERZEICHNIS**

<b>Abbildung 1:</b> Beziehung zwischen Zähigkeit und Steifigkeit für technische und biologische Materialien [1, Seite 3]. .....	12
<b>Abbildung 2:</b> Drei mögliche Rissöffnungsarten bei bruchmechanischer Betrachtung [9, Seite 62]. .....	15
<b>Abbildung 3:</b> <b>a)</b> Unendliche Platte mit zentralem Riss <b>b)</b> Anwendung des Rissähnlichkeitsprinzips mit Umlegung von unendlicher Platte auf reale Strukturen wie Prüfkörper [9 Seite 70].....	16
<b>Abbildung 4:</b> Spannungs- und Deformationsfeld an der Rissspitze [37].....	17
<b>Abbildung 5:</b> Abhängigkeit des K-Wertes von der Probendicke, mit Übergang von ebenem Spannungszustand zu ebenem Dehnungszustand [9].....	18
<b>Abbildung 6:</b> Schematische Darstellung für <b>a)</b> Risswachstum mit der Risslänge $a$ in Abhängigkeit der Zyklenzahl $N$ <b>b)</b> Ermüdungsrisswachstum in doppellogarithmischer Darstellung von $da/dN$ über $\Delta K$ [9]. .....	20
<b>Abbildung 7:</b> Schematische Darstellung der Materialinhomogenität und resultierendem Verlauf von $J_{Spitze}$ bedingt durch die Zwischenschicht [8].....	24
<b>Abbildung 8:</b> Schematische Darstellung der unterschiedliche Mikrostrukturen <b>a)</b> Ziegelstruktur „brick and mortar“ <b>b)</b> Kreuzlamellen <b>c)</b> konzentrische hexagonale Struktur [2]. .....	24
<b>Abbildung 9:</b> Bruchverhalten <b>a)</b> entlang der hexagonalen <b>b)</b> durch die hexagonale Mikrostruktur; <b>c)</b> ausgewertete Kraft-Verformungs-Kurve und <b>d)</b> berechnete Risswiderstandskurve $J-R$ [2, Seite 19]. .....	25
<b>Abbildung 10:</b> <b>a)</b> Hage 3D-Druck 72 Liter Maschine mit <b>b)</b> Dualdruckkopf.....	28
<b>Abbildung 11:</b> <b>a)</b> Probekörpergeometrie eines CT Prüfkörpers mit schematischer Darstellung der Druckrichtungen <b>b)</b> longitudinal <b>c)</b> transversal. ....	31
<b>Abbildung 12:</b> <b>a)</b> CT-Prüfkörper <b>b)</b> F-s Diagramm zur Auswertung von $K_{Ic}$ <b>c)</b> F-s Diagramm zur Auswertung von $G_{Ic}$ [9]. .....	32

<b>Abbildung 13:</b> Schematische Darstellung <b>a)</b> CT-Probekörper <b>b)</b> zyklische Belastung [9].....	34
<b>Abbildung 14:</b> <b>a)</b> Kurve der dynamischen Nachgiebigkeitszyklen mit Polynom Anpassung der neunten Ordnung <b>b)</b> berechnete Compliance C für jede gemessene Risslänge <b>c)</b> berechnete Risslängen mit geglätteter Darstellung. ....	36
<b>Abbildung 15:</b> Probekörpergeometrie eines SENB Prüfkörpers mit angezeigter Interlayer-Position [32].....	37
<b>Abbildung 16:</b> Schematische Darstellung der 3-Punkt Biege-Vorrichtung [32].....	38
<b>Abbildung 17:</b> Schematischer Versuchsaufbau sowie Kraft-Verformungs-Kurven, zur Korrektur der Verformungseffekte [32]. ....	39
<b>Abbildung 18:</b> Schematische Darstellung des Rissfortschritts mit Abmessungen für SENB Prüfkörper <b>a)</b> ohne Interlayer <b>b)</b> mit Interlayer mit Seitenkerben [8]. ....	40
<b>Abbildung 19:</b> Abstumpfen der Risspitze zu Beginn des Bruchvorgangs („blunting“) [25].....	41
<b>Abbildung 20:</b> <b>a)</b> Kraft-Verformungs-Kurven der Vielkörper-Methode <b>b)</b> Schematische Darstellung der Auswertung des J-Integrals J [27]. ....	41
<b>Abbildung 21:</b> Kraft-Verformungskurven aus dem Zugversuch bei 1 mm/min von Zugprüfkörpern unterschiedlicher Materialien/Materialkombinationen. ...	44
<b>Abbildung 22:</b> Vergleich der Kraft-Verformungskurven aus dem Zugversuch bei 10 mm/min von additiv gefertigten CT-Prüfkörpern aus PET-G mit longitudinaler und transversaler Anordnung. ....	46
<b>Abbildung 23:</b> Kraft-Verformungskurven aus dem Zugversuch von CT-Prüfkörpern aus PET-G mit einem TPC Interlayer bei unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten, 10 mm/min, 100 mm/min und 1000 mm/min. ....	48
<b>Abbildung 24:</b> Rissfortschritt bei den unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten <b>a)</b> 10mm/min <b>b)</b> 100 mm/min <b>c)</b> 1000 mm/min. ....	49
<b>Abbildung 25:</b> Vergleich der $K_{Ic}$ -Werte und $G_{Ic}$ -Werte für alle PETG-Kombinationen mit berechneten Standardabweichungen. ....	50

- Abbildung 26:** Vergleich der Sekanten-Methode Rissausbreitungs-Messung mit der „Compliance“-Methode von PET-G in longitudinaler Anordnung, bei einem  $K_{I,ini}$  von  $0,2 \text{ MPa}^{1/2}$ . ..... 51
- Abbildung 27:** Zusammenlegung der Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums (bei zyklischer Beanspruchung) von CT-Prüfkörpern aus PET-G mit longitudinaler Anordnung bei unterschiedlichen  $K_{I,ini}$ -Werten. .... 53
- Abbildung 28:** Zusammenlegung der Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums (bei zyklischer Beanspruchung) von CT-Prüfkörpern aus PET-G mit transversaler Anordnung bei unterschiedlichen  $K_{I,ini}$ . ..... 54
- Abbildung 29:** Darstellung des Rissfortschritts von PET-G T bei einem  $\Delta K_{I,ini}$  von **a)**  $0,79 \text{ MPam}^{1/2}$  **b)**  $0,63 \text{ MPam}^{1/2}$ . ..... 55
- Abbildung 30:** Vergleich der Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums von PET-G mit longitudinaler und transversaler Anordnung. .... 55
- Abbildung 31:** Vergleich der  $K_{I,ini}$ -Werte über der Anzahl der Belastungszyklen von PET-G mit longitudinaler und transversaler Anordnung. .... 57
- Abbildung 32:** Zusammenlegung der Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums (bei zyklischer Beanspruchung) von CT-Prüfkörpern aus PET-G mit transversaler Anordnung und TPC-Interlayer bei unterschiedlichen  $K_{I,ini}$ -Werten. .... 58
- Abbildung 33:** Darstellung des Rissfortschritts von PET-G T mit TPC Interlayer bei einem  $K_{I,ini}$  von **a)**  $0,77 \text{ MPam}^{1/2}$  und **b)**  $0,81 \text{ MPam}^{1/2}$ . ..... 59
- Abbildung 34:** Vergleich der Ergebnisse der J-Integralkurven von PP, PP-CF10 und einem Multischichtverbund aus PP-CF10 mit PP-Interlayer. .... 60
- Abbildung 35:** Vergleich der Risslängen  $\Delta a$  über die Prüfdauer  $t$  von PP, PP-CF10 und einem Multischichtverbund aus PP-CF10 mit PP-Interlayer. .... 61
- Abbildung 36:** Vergleich der J-Integralkurven von PET-G und einem Multischichtverbund aus sprödem PET-G mit weichem TPC-Interlayer. .... 62
- Abbildung 37:** Vergleich der Risslänge  $\Delta a$  über die Prüfdauer  $t$  von PET-G und einem Multischichtverbund aus sprödem PET-G mit duktilem TPC-Interlayer. .... 63

---

**Abbildung 38:** Bruchflächen des Mehrschichtverbunds aus PET-G mit TPC Interlayer **a)** mit rot gekennzeichnete Re-Initiierung des Risses nach der Zwischenschicht **b)** und grün gekennzeichnetem Bereich des undefinierten Bereichs des Anfangsrisses. .... 64

**Abbildung 39:** Korrigierte Darstellung des Einflusses des weichen TPC-Interlayers auf die J-Integralwerte des PET-G/TPC Mehrschichtverbundes..... 64

## TABELLENVERZEICHNIS

<b>Tabelle 1:</b>	Zusammenfassung der verwendeten Materialien mit ihren mechanischen Eigenschaften, E-Modul $E$ und Fließspannung $\sigma_F$ .....	27
<b>Tabelle 2:</b>	Zusammenfassung der zur Fertigung der Probekörper verwendeten Verarbeitungs- und Druckbetttemperaturen.....	28
<b>Tabelle 3:</b>	Zusammenfassung der Materialien und Materialkombination gepresster und additiv gefertigter Prüfkörper, der Zugversuche. ....	30
<b>Tabelle 4:</b>	Zusammenfassung der Materialien und Materialkombinationen der additiv gefertigten CT-Prüfkörper mit den verwendeten Prüfgeschwindigkeiten 10 mm/min, 100 mm/min und 1000 mm/min.....	32
<b>Tabelle 5:</b>	Zusammenfassung der Materialien und Materialkombinationen mit $K_{I,ini}$ -Werten der additiv gefertigten CT-Prüfkörper. ....	34
<b>Tabelle 6:</b>	Zusammenfassung der Materialien und Materialkombinationen der additiv gefertigten SENB-Prüfkörper für die 3-Punkt Biegung.....	38
<b>Tabelle 7:</b>	Zusammenfassung der Ergebnisse aus den Zugversuchen mit errechnetem E-Modul $E$ , maximaler Spannung $\sigma_{max}$ und Bruchdehnung $\epsilon_B$ mit Standardabweichung. ....	45
<b>Tabelle 8:</b>	$K_{Ic}$ und $G_{Ic}$ Werte für PET-G mit longitudinaler und transversaler Anordnung bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min. ....	47
<b>Tabelle 9:</b>	$K_{Ic}$ und $G_{Ic}$ Werte für den Mehrschichtverbund aus PET-G/TPC bei unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten, 10 mm/min, 100 mm/min und 1000 mm/min. ....	49



## 1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG

Zwei der wichtigsten mechanischen Eigenschaften in technisch genutzten Materialien, die sich meist gegenseitig ausschließen, sind Zähigkeit und Steifigkeit. Zum Beispiel sind Metalle im Vergleich zu Keramiken sehr zäh und Keramiken im Vergleich zu Metallen wiederum sehr steif. Diese Einzelwerkstoffe bieten meist keine Kombination aus beiden Eigenschaften. Im Gegensatz dazu bieten viele organische Materialien ein Zusammenspiel beider Eigenschaften und sind daher den technischen Materialien überlegen [1]. Beispiele hierfür wären Muscheln und Perlmutter, aber auch Materialien menschlichen Ursprungs wie Zähne oder Knochen [2, 3]. Der große Unterschied besteht meistens im inneren Aufbau. Während technische Werkstoffe meist relativ homogen sind, weisen biologische Werkstoffe spezielle Strukturen und Kombinationen aus Materialien auf. Durch diesen komplexen Aufbau ergeben sich lokal meist sehr unterschiedliche mechanische Eigenschaften, aber das Zusammenspiel ergibt in Summe einen Hochleistungswerkstoff [2, 3]. Verschiedene Mechanismen können einen Einfluss auf das Materialverhalten haben. Ein paar Beispiele dafür sind ineinander verhakte Strukturen, Rissablenkungen oder Unterschiede lokaler mechanischer Eigenschaften [1, 2, 4]. Um den Effekt der Materialinhomogenität und die Eigenschaften technischer Materialien zu verbessern werden verschiedene Werkstoffe miteinander kombiniert, wobei die Kombination eines spröden Grundmaterials mit einem zähen Zwischenmaterial eine Risszähigkeitssteigerung bewirken kann [5, 6]. In der Literatur sind einige Modelle und Methoden bekannt, die eine Materialkombination und die Verwendung komplexer Strukturen, auch in der Kunststofftechnik, ausnutzen. Dabei werden oft sehr spezielle Strukturen, z.B. Lamellen oder hexagonale Formen, sehr aufwendig hergestellt. Unter Verwendung dieser Modelle konnten deutliche Verbesserungen der Materialeigenschaften bei Kombination unterschiedlicher Materialien und Materialaufbauten erzielt werden [1, 3, 7]. Jedoch setzen diese Methoden eine sehr aufwendige Verarbeitung voraus und können nur im kleinen Maßstab abgebildet werden. Um diese Effekte auf einen größeren Maßstab und auf reale Anwendungen übertragen zu können, sollten dafür einfachere bzw. effizientere Methoden entwickelt werden. Speziell in der Kunststofftechnik gibt es einige interessante Verfahren, wie z.B. die Mehrschicht Co-Extrusion, die dafür in Frage kommen könnte [5].

Da die Herstellung von wenigen Prüfkörpern zur Untersuchung und Optimierung jedoch sehr aufwendig wäre, sollten zuerst Verfahren gewählt werden, die eine Herstellung von Kleinserien ermöglicht. Dazu bietet die additive Fertigung viele Möglichkeiten, solche Multischichtverbunde zu fertigen und lokale Eigenschaftsunterschiede durch einfache Schichtaufbauten (z.B. E-Modul) zu nutzen, um eine Verbesserung der Eigenschaften des Gesamtverbunds zu erzielen. Ein wichtiger Vertreter ist hierbei das bekannte Materialextrusions-Verfahren nach FFF Methode [13].

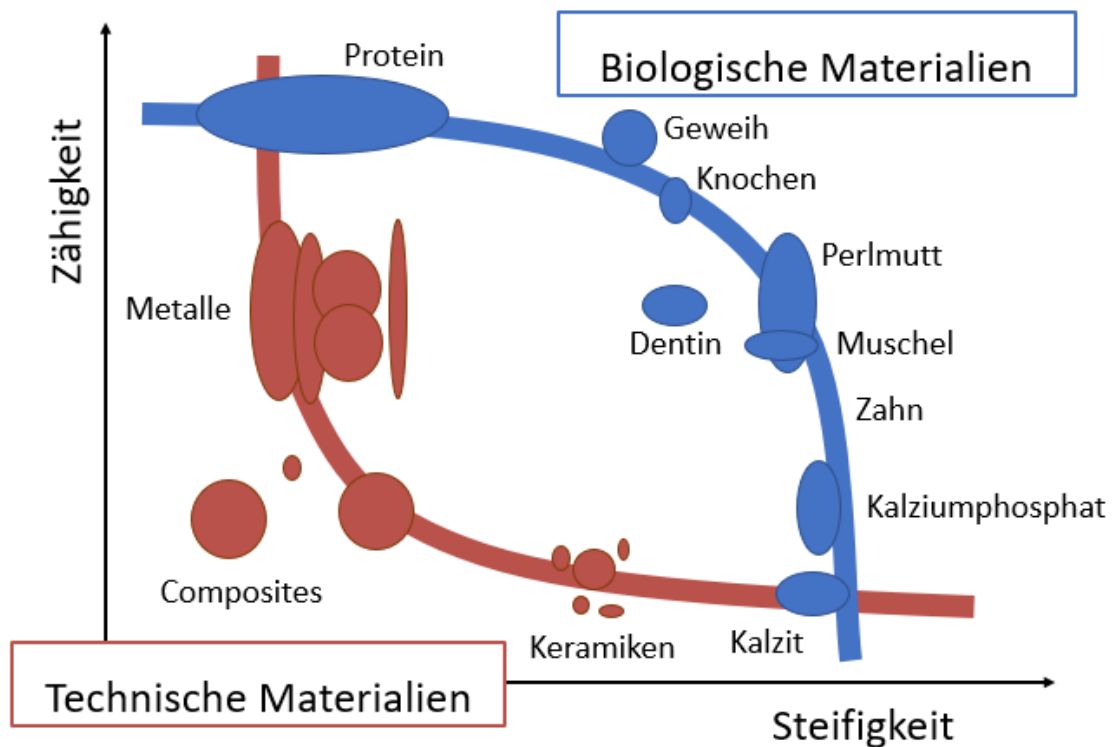
Im Zuge dieser Arbeit sollte der Einfluss lokaler mechanischer Eigenschaftsunterschiede, vor allem unterschiedlicher Elastizitätsmodule  $E$  und Fließspannung  $\sigma_F$ , einen risszähigkeitssteigernden Effekt bewirken [2, 5, 6]. Um einen solchen Einfluss beobachten zu können, sollte ein Multischichtverbund, bestehend aus einem spröden Grundmaterial mit einer weichen Zwischenschicht kombiniert und untersucht werden [31]. Die Fertigung solcher Verbunde kann mittels additiver Fertigung ermöglicht werden [1, 13, 30]. Zur Untersuchung der Eigenschaftsveränderungen sollte die Bruchmechanik herangezogen werden, da diese von Defekten ausgeht und die Zähigkeit eines Bauteils beschreibt. Somit bietet die Bruchmechanik eine umfangreiche Methode zur Charakterisierung der Materialeigenschaften von Multischichtverbunden [3, 9].

## 2 GRUNDLAGEN

In diesem Kapitel werden die Unterschiede von technischen zu biologischen Materialien aufgezeigt und erörtert warum diese als Vorbild für zukünftige Anwendungen dienen könnten. Weiters wird auf die gewählte Herstellungsmethode der Probekörper und Grundcharakterisierungsmethoden eingegangen. Zum besseren Verständnis der Eigenschaften der Multischichtverbunde wird die Bruchmechanik, sowie deren praktische Anwendung zur Prüfung von Probekörpern unter unterschiedlichen Belastungsarten und Bruchmechanismen beschrieben.

### 2.1 Eigenschaftsunterschiede von biologischen zu technischen Materialien

Die Natur hat in Millionen von Jahren Materialien verbessert und optimiert und somit Hochleistungswerkstoffe geschaffen. Bei biologischen Materialien kommt es durch die Kombination spezieller Strukturen und Materialien mit deutlich unterschiedlichen Eigenschaften allgemein zu ausgezeichneten Eigenschaftsprofilen. **Abbildung 1** veranschaulicht, die Beziehung zwischen zwei wichtigen mechanischen Eigenschaften, der Zähigkeit und der Steifigkeit. Grundsätzlich zeigt sich, dass technische Materialien eine drastische Abnahme der Zähigkeit mit einer Zunahme der Steifigkeit aufweisen, während biologische Materialien trotz einer Zunahme der Steifigkeit bis zu einem kritischen Wert die Zähigkeit beibehalten können [1]. Einiger dieser biologischen Verbund-Materialien bestehen aus 2 oder mehr Materialien, einerseits aus einem organischen und andererseits aus einem mineralischen Material. Der mineralische Anteil ist für die Steifigkeit und der organische Anteil vor allem für die Zähigkeit verantwortlich. Das Zusammenspiel dieser unterschiedlichen Materialien mit unterschiedlichen Strukturen verleiht den biologischen Materialien synergistische und damit überlegene Eigenschaften im Gegensatz zu technischen Materialien [1, 4].



**Abbildung 1:** Beziehung zwischen Zähigkeit und Steifigkeit für technische und biologische Materialien [1, Seite 3].

Zusätzlich sind biologischen Strukturen meist multiskalig (von Nano bis Mikro) und multifunktional (z. B. Kombination mechanischer, optischer, elektrischer usw. Eigenschaften). Klassische Vertreter der natürlichen Materialien wären Knochen, Perlmutter, Meeresschwämme, Käferpanzer und Muschel-schalen [8]. Knochen dienen aufgrund ihres geringen Gewichts und trotzdem hoher Festigkeit und Zähigkeit schon länger als Vorbild für technische Anwendungen. Die Betrachtung von Perlmutter zeigt eine innere Struktur aus ineinandergreifenden Sechsecken, wobei sich weiche Materialien, Proteine mit hoher Zähigkeit, und spröde Materialien, Aragonit, abwechseln [8]. Das weichere Material in diesen Strukturen bewirkt eine rissstoppende Wirkung mit deutlicher Steigerung der Bruchzähigkeit des Gesamtverbundes.

Die Biomimetik, also das Übernehmen der Konzepte der Natur, kommt immer mehr in den Fokus der Materialentwicklung und dient als Vorlage für zukünftige Materialien und Anwendungen. Was die Natur über einen sehr langen Zeitraum entwickelt hat, ist mit

heutigen technischen Standards schwer nachzuahmen [4]. Die Entwicklung von bioinspirierten Designs wurde bisher durch die Fähigkeit eingeschränkt, Verbunde aus unterschiedlichen Materialien und Strukturen, unter Verwendung traditioneller Herstellungsmethoden zu synthetisieren und zusammzusetzen. Mit den jüngsten Fortschritten der additiven Fertigung können immer komplexere Strukturen und Multischichtverbunde hergestellt werden. In der Kunststofftechnik bietet speziell der 3D-Druck die Möglichkeit, komplizierte Designs zu erstellen, die zur Untersuchung geometrischer Effekte auf die mechanischen Eigenschaften in bioinspirierten Strukturen erforderlich sind [2, 33]. Das Gebiet der Biomimetik birgt großes Potential für zukünftige Anwendungen, jedoch müssen dazu Herstellungsverfahren verbessert und Methoden entwickelt werden um die Eigenschaften von Multischichtverbunde zu charakterisieren [1, 2, 3, 36].

## **2.2 Additive Fertigung zur Herstellung bimaterieller Strukturen**

Die additive Fertigung ist eine aktuelle Technologie, die sich rasant weiterentwickelt und in einer Vielzahl von Anwendungen eingesetzt wird. Als Teilgebiet der additiven Fertigung, ist der 3D Druck in der Kunststofftechnik weitverbreitet. Das am häufigsten eingesetzte Verfahren, ist die sogenannte „fused filament fabrication“ (FFF) mittels Extrusionstechnik [15, 51].

Im Grunde ist der 3D-Druck ein Herstellungsprozess dreidimensionaler Objekte. Mit Hilfe von CAD Programmen [30] werden zunächst Bauteile konstruiert, und mit speziellen Software-Programmen überarbeitet, um den Aufbau der Einzelschichten zu generieren. Im 3D-Drucker wird das Material auf die gewünschte Verarbeitungstemperatur aufgeheizt und danach Schicht für Schicht aufgetragen, bis ein fertiger Bauteil entsteht [15, 51]. Mehr zu den allgemeinen Grundlagen des 3D-Drucks findet sich in der Literatur [10, 13, 14, 19].

Im Bereich biomimetischer und bioinspirierter Materialien können mithilfe der additiven Fertigung komplizierte Prototypen erstellt werden, um das Verständnis der grundlegenden Struktur-Eigenschafts-Beziehungen zu erweitern. Dabei können 2 verschiedene Hauptthemen betrachtet werden [2]:

- Unterstützung beim Verständnis der Mechanismen, die durch die speziellen Strukturen biologischer Materialien bedingt sind.
- Bioinspirierte Designs können durch systematische Variation des Materials und der geometrischen Parameter optimiert werden. In Kombination mit Analysen (z.B. FEM) kann der 3D-Druck daher zu optimierten Designs führen.

Obwohl die additive Fertigung derzeit nicht für die Produktion von Großserien geeignet ist, eröffnet sie trotzdem eine Vielzahl an Möglichkeiten, komplexe Strukturen zu prototypisieren und zu untersuchen. Um zukünftig noch bessere, bioinspirierte Prototypen bereitzustellen, könnten diese mittels multifunktionaler, multiskaliger, multimaterialer und mehrdimensionaler („4D-Druck“) Fertigung hergestellt werden [2]. Damit könnte es mit der biomimetischen, additiven Fertigungstechnologie zu weiteren Durchbrüchen bei der Konstruktion von Funktionsmaterialien und -strukturen kommen und die nächste Generation für zukünftige technische Systeme darstellen [2, 4].

### **2.3 Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften und Zähigkeit von Werkstoffen**

Die Charakterisierung der Eigenschaften von Materialien kann mit einfachen Methoden, wie der spannungsbasierten Betrachtung, z.B. mittels Zugversuches aber auch mit Hilfe von komplexen bruchmechanischen Modellen durchgeführt werden. Zur Bewertung der mechanischen Grund-Eigenschaften wird üblicherweise eine einfache Versuchsanordnung wie der Zugversuch herangezogen. Zu den ausgewerteten Kennzahlen zählen die Streckspannung (Fließspannung)  $\sigma_F$ , Zugfestigkeit  $\sigma_{max}$ , Bruchdehnung  $\epsilon_B$  und der E-Modul  $E$  [9, 10]. Diese Betrachtung mechanischer Eigenschaften von Materialien befasst sich jedoch nur mit globalen Größen. Reale Bauteile weisen jedoch gewisse Inhomogenitäten, sowie Fehlstellen und Defekte auf. In der Bruchmechanik wird deshalb grundsätzlich von Fehlstellen im Bauteil ausgegangen und die Eigenschaften in Bezug darauf geprüft. Je nach Art und Höhe der Verformung, kann die Bruchmechanik in verschiedene Arten eingeteilt werden. Einerseits gibt es die lineare elastische Bruchmechanik LEBM, welche besonders für spröde Werkstoffe geeignet ist. Dabei liegt der Fokus auf dem K-Konzept (Spannungsintensitätsfaktor) und G-Konzept (Dehnungs-

Energiefreisetzungsrate), auf die in **Kapitel 2.3.1** genauer eingegangen wird. Andererseits gibt es die elastisch plastische Bruchmechanik EPBM, welche bei duktilen Werkstoffen angewandt wird. Dabei liegt der Fokus dieser Arbeit auf dem J-Integral Konzept [9, 11, 12], welches in **Kapitel 2.3.2** genauer beschrieben wird.

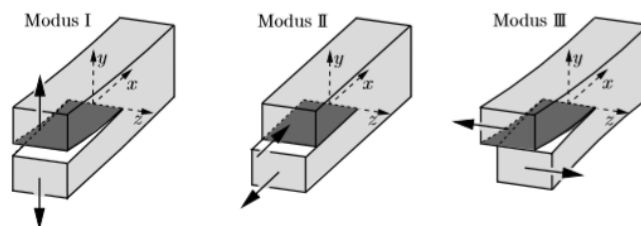
### 2.3.1 Linear elastische Bruchmechanik LEBM

Die linear elastische Bruchmechanik (LEBM) geht von einem globalen linear elastischen Materialverhalten und Kleinbereichsfließen an der Rissspitze aus. Linear elastisches Verhalten, tritt meist bei kleinen Deformationen auf [9]. Anwendung findet die LEBM daher vor allem bei der Beschreibung des Sprödbruchs. Im Allgemeinen kommt es zu einer Rissausbreitung, da an der Rissspitze eine sehr hohe Spannungskonzentration auftritt. In der linearen Bruchmechanik geht man davon aus, dass diese Spannung an der Rissspitze gegen unendlich geht, wobei diese Singularität wie folgt definiert ist [9]:

$$\sigma \sim \frac{1}{\sqrt{r}} \quad (1)$$

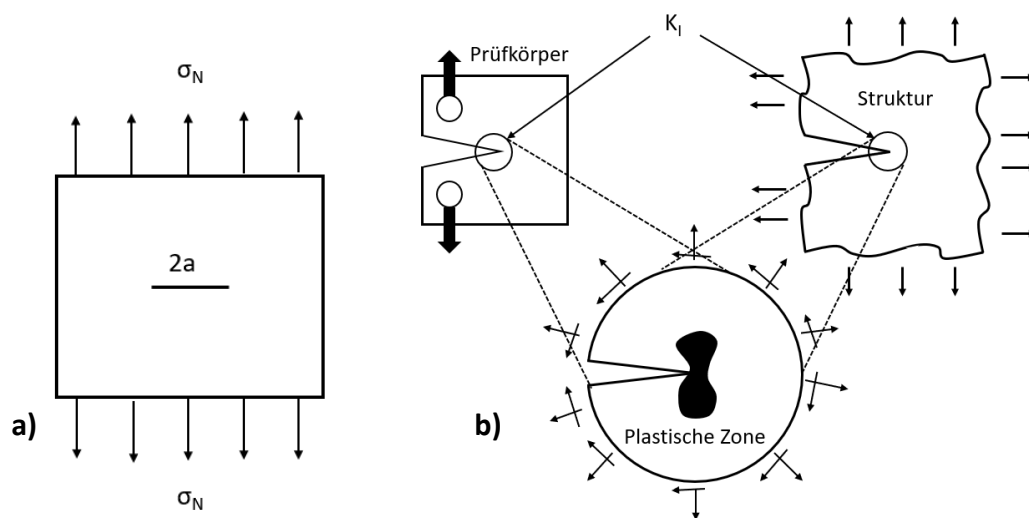
mit  $r$  als Abstand von der Rissspitze. Diese Singularität ist jedoch physikalisch durch die Streckgrenze (Fließgrenze)  $\sigma_F$  begrenzt [9], da ab hier eine plastische Verformung, plastisches Fließen, eintritt. Bei den bruchmechanischen Versuchen können verschiedene Belastungsarten betrachtet werden. Dazu sind die verschiedenen Rissöffnungen wie folgt beschrieben und in **Abbildung 2** graphisch dargestellt, wobei Modus I die am häufigsten angewendeten Rissöffnungsart beschreibt [11]:

- Modus I: symmetrische Rissausbreitung in  $x$  und  $z$  Richtung, Zug in der Ebene
- Modus II: antisymmetrische Separation der Rissoberflächen durch Relativverschiebung in  $x$  Richtung, Schub in der Ebene
- Modus III: Separation infolge Relativverschiebung in  $z$  Richtung, Schub aus Ebene



**Abbildung 2:** Drei mögliche Rissöffnungsarten bei bruchmechanischer Betrachtung [9, Seite 62].

Bei der linearen Bruchmechanik und einem linear elastischen Materialverhalten kann man von dem sogenannten Rissähnlichkeitsprinzip [9] ausgehen. Dabei kann das Rissverhalten von einer unendlich großen Struktur auf einen bestimmten Probekörper übernommen werden. Somit können die Modelle und Prinzipien, die sonst von der Betrachtung einer unendlichen Platte ausgehen, auf einen realen Prüfkörper oder Bauteil übernommen werden und somit ein geometrieunabhängiger Kennwert  $K_I$  bestimmt werden. In **Abbildung 3a** ist schematisch, eine unendliche Platte dargestellt, mit zentralem Riss der Länge  $2a$  und nomineller aufgebrachter Spannung  $\sigma_N$ . **Abbildung 3b** zeigt die Anwendung des Rissähnlichkeitsprinzips auf einen realen Prüfkörper.



**Abbildung 3:** a) Unendliche Platte mit zentralem Riss b) Anwendung des Rissähnlichkeitsprinzips mit Umlegung von unendlicher Platte auf reale Strukturen wie Prüfkörper [9 Seite 70].

Zur Beurteilung der bruchmechanischen Eigenschaften werden in der linear elastischen Bruchmechanik zwei Konzepte [9] verwendet. Dazu zählt einerseits der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  und die Dehnungsenergiefreisetzungsrate  $G$ . Der  $K$ -Faktor beschreibt ein Maß für die Belastung im Risspitzenbereich, woraus sich alle Anteile der Spannungen, Dehnungen und Verschiebungen ableiten lassen. **Abbildung 4** beschreibt ein allgemeines Spannungs- und Deformationsfeld an der Risspitze. Das Spannungsfeld wird mit folgender Gleichung (2) berechnet:

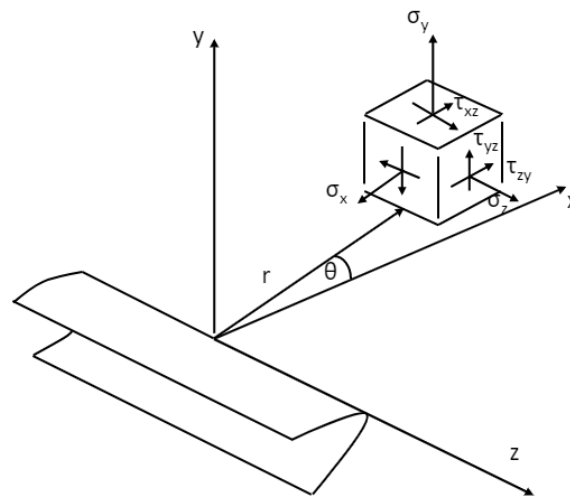
$$\sigma(r, \theta) = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} * f_{ij}(r, \theta) + \text{weitere Terme} \quad (2)$$



wobei  $K$  dem Spannungsintensitätsfaktor mit der Einheit  $\text{MPam}^{1/2}$ ,  $r$  der Länge zur Risspitze,  $\theta$  dem Risswinkel und  $f_{ij}$  einem geometrieabhängigen Faktor entspricht [11]. Für eine unendliche Platte ergibt sich für den  $K_I$ -Wert folgende Gleichung (3):

$$K_I = \sigma_N * \sqrt{\pi * a} \quad (3)$$

wobei  $\sigma_N$  einer nominell aufgetragenen Spannung und  $a$  der Risslänge entspricht.



**Abbildung 4:** Spannungs- und Deformationsfeld an der Risspitze [37].

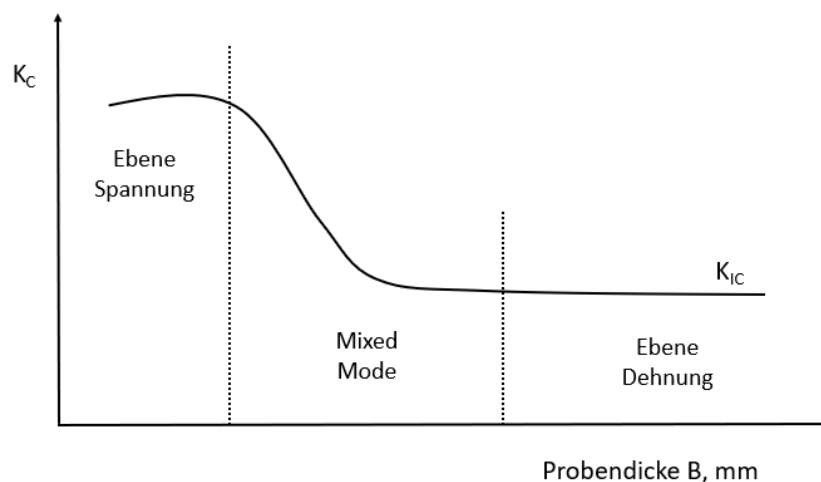
Mit den Bedingungen der LEBM, also einem linear elastischen Materialverhalten und Kleinbereichsfließen an der Risspitze und dem Rissähnlichkeitsprinzip [9], kann der  $K$ -Wert auch auf bestimmte Prüfkörper übernommen werden und es ergibt sich ein genereller Lösungsansatz, für den  $K$ -Wert mit der Einheit  $\text{MPam}^{1/2}$ :

$$K_I = \sigma_N * \sqrt{\pi * a} * f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (4)$$

mit  $\sigma_N$  als nominelle aufgetragene Spannung,  $a$  der Risslänge,  $W$  der Prüfkörperbreite und  $f$  als dimensionsloser Korrekturfaktor der Prüfkörpergeometrie [9, 12].

In der Praxis wird der  $K$ -Wert meistens auf den häufigsten Fall, den Mode I beschränkt, dabei wird der Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  bezeichnet. Das gesamte Spannungsfeld ist abhängig von dem Risswinkel, wobei im Mode I von  $\theta=0$  ausgegangen wird [9, 37]. Zum Bruch kommt es, wenn der angelegte  $K$ -Wert eine materialspezifische kritische Größe  $K_{Ic}$  erreicht ist. Solange das Materialverhalten dem LEBM-Konzept entspricht, sollte  $K_{Ic}$  eine

geometrieunabhängige Größe sein. Dieser  $K_{Ic}$ -Wert wird auch als Bruchzähigkeit bezeichnet und dient als eines der wichtigsten Konzepte der Bruchmechanik [11]. Die Bruchzähigkeit hängt von einigen Faktoren ab, wie der Mikrostruktur, der Vorgeschichte des Materials, eventuell Wärmebehandlungen und Umgebungsbedingungen, wie Temperatur und Luft-feuchtigkeit. Der K-Wert hängt von der Probendicke B und dem damit einhergehenden Belastungszustand ab, wobei mit zunehmender Probendicke die Beanspruchung von einem ebenen Spannungszustand zu einem ebenen Dehnungszustand übergeht [9, 12]. In **Abbildung 5** ist der typische Verlauf des K-Wertes über die Probendicke gezeigt, wobei hier deutlich niedrigere Werte für den ebenen Dehnungszustand erhalten werden [11]. Während der  $K_{Ic}$  geometrieunabhängig ist beschreibt der  $K_c$ -Wert eine Abhängigkeit von dem Belastungszustand und der Probendicke



**Abbildung 5:** Abhängigkeit des K-Wertes von der Probendicke, mit Übergang von ebenem Spannungszustand zu ebenem Dehnungszustand [9].

Das G-Konzept (Dehnungsenergiefreisetzungsrates) beschreibt die energetische Betrachtung und damit die Abnahme der gespeicherten potentiellen Energie [9], die für ein infinitesimales Risswachstum benötigt wird. G beschreibt das globale Verhalten des Risswachstums. Bei Anwendung dieses Konzeptes muss wieder das linear elastische Materialverhalten vorhanden sein. Allgemein ist die Energiefreisetzungsrates G mit der Einheit  $J/m^2$  wie folgt definiert [9, 12]:

$$G = - \frac{d\Pi}{dA} \quad (5)$$

mit  $\Pi$  als potentielle Energie und  $A$  als Bruchfläche. Für eine unendliche Platte mit zentralem Riss, ergibt sich für  $G$  [9]:

$$G = -\frac{d\Pi}{dA} = \frac{\pi \cdot \sigma^2 \cdot a}{E} \quad (6)$$

mit  $\sigma$  als angelegte Spannung,  $a$  der Risslänge und  $E$  dem E-Modul. Zur Anwendung auf Prüfkörper wird meist die sogenannte „Compliance“-Methode (Nachgiebigkeit) verwendet, wobei sich für  $G$  folgende Gleichung (7) ergibt:

$$G = \frac{P^2}{2B} * \frac{dC}{da} \quad (7)$$

mit  $P$  als aufgebrachte Kraft,  $B$  als Prüfkörperdicke,  $C$  als Nachgiebigkeit mit der Einheit mm/N und  $a$  als Risslänge. Zum Bruch kommt es, wenn eine materialspezifische kritische Größe  $G_c$  erreicht ist [11, 12]. Im reinen Mode I und bei linear elastischen Materialverhalten können je nach Spannungszustand folgende Zusammenhänge aufgestellt werden.

Ebener Spannungszustand ESZ:

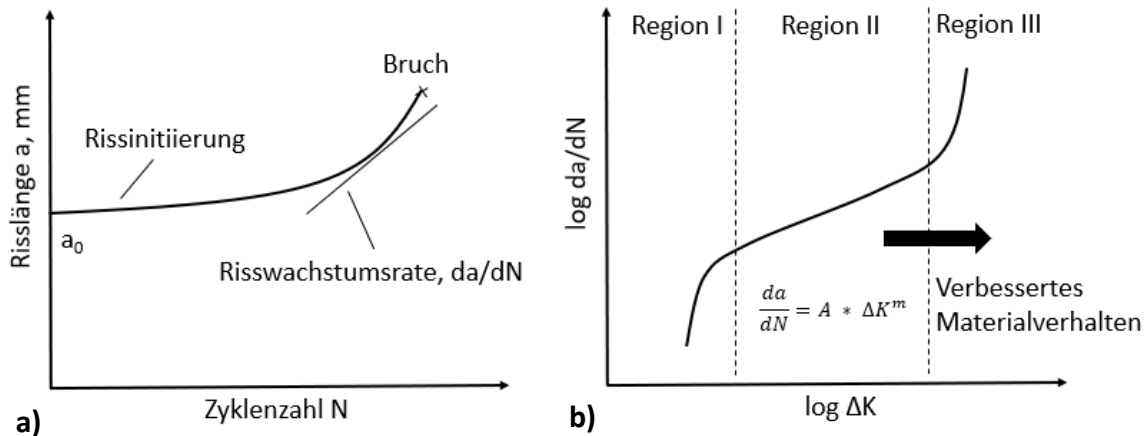
$$G_c = \frac{K_c^2}{E} \quad (8)$$

Ebener Dehnungszustand EDZ:

$$G_{Ic} = \frac{K_{Ic}^2}{E} * (1 - \nu^2) \quad (9)$$

mit  $E$  als Elastizitätsmodul in MPa und  $\nu$  als Querkontraktionszahl [9]. Die experimentellen Versuche können unter monotoner oder zyklischer Belastung durchgeführt werden. Die monotone Belastung liefert einen Punktwerte und wird meist zur Materialcharakterisierung verwendet. Bei einem Versuch mit nur einem Probekörper kann sowohl der  $K_{Ic}$ , als auch der  $G_{Ic}$  Wert bestimmt werden. Viele Versagensfälle hängen in der Realität mit Ermüdungsbelastungen zusammen. Um die Prüfzeiten von statischen Versuchen zu reduzieren und reale Belastungsfälle zu beschreiben werden meist zyklische Belastungen verwendet. Eine Methode dazu, ist die Auswertung der Rissausbreitung  $da/dN$  über einem angelegtem subkritischen  $\Delta K$ . Das Ergebnis ist nicht nur ein Punktwert, sondern ein Verlauf von  $\Delta K$  über die Anzahl der Zyklen  $N$ . In **Abbildung 6a** ist der Verlauf der Risslänge  $a$  über die Anzahl der Zyklen  $N$  schematisch dargestellt. Daraus ersichtlich ist, dass der Riss

während der Initiierungsphase nicht wächst, wobei die Rissgeschwindigkeit ab einer gewissen Anzahl von Zyklen schneller wird und bis zum Bruch führt. Die Risslänge wird während des Versuchs meist optisch mitgemessen. Zur Auswertung des charakteristischen Verlaufs beim Ermüdungsrisswachstums wird die Risswachstumsrate  $da/dN$  über  $\Delta K$  aufgetragen, wie in **Abbildung 6b** ersichtlich ist [9, 11].



**Abbildung 6:** Schematische Darstellung für a) Risswachstum mit der Risslänge  $a$  in Abhängigkeit der Zyklenzahl  $N$  b) Ermüdungsrisswachstum in doppellogarithmischer Darstellung von  $da/dN$  über  $\Delta K$  [9].

Der Verlauf  $da/dN$  über  $\Delta K$  wird in drei Bereiche eingeteilt:

- Region I: Threshold bzw. Einlaufphase
- Region II: Stabiles Ermüdungsrisswachstum „Paris-Erdogan Gerade“
- Region III: Instabiles Ermüdungsrisswachstum und Bruch

In Region I ist ein langsames Risswachstum vorhanden, wobei versucht wird, einen typischen Threshold-Wert  $\Delta K_{th}$  zu bestimmen. Unterhalb dieser Belastung kommt es dabei zu keinem Risswachstum mehr. Dieser Wert ist jedoch in der Praxis nur mit hohem Aufwand zu bestimmen. Region II ist durch eine typische Steigung der „Paris-Erdogan-Geraden“ [12 Seite 254] und einem stabilen Risswachstum gekennzeichnet, mit der Beschreibung des materialabhängigen Rissverhaltens. Damit kann die Zeit bestimmt werden, die ein Riss benötigt, um durch einen Probekörper zu wachsen. Ab einem gewissen Punkt ist kein stabiles Risswachstum mehr gegeben und  $da/dN$  steigt überproportional bis zu einem kritischen Wert und dem Bruch an. Grundsätzlich kann die Aussage getroffen

werden, dass Materialien im rechten unteren Bereich des Diagramms allgemein bessere Brucheigenschaften aufweisen [9, 11, 21].

Mit zunehmender Größe der plastischen Zone werden die Einsatzgrenzen der LEBM überschritten und die Konzepte definieren nicht mehr die Spannungen in der Rissspitze. Praktisch bedeutet, dies, dass sobald die plastische Zone eine gewisse Größe erreicht hat, die LEBM nicht mehr gültig ist und somit ein anderes bruchmechanisches Konzept, z.B. das J-Integral angewendet werden muss [9, 12].

### 2.3.2 Elastisch plastische Bruchmechanik EPBM

Bei der Belastung duktiler Materialien kommt es zur Ausbildung größerer plastischer Zonen und zu einem Abstumpfen der Rissspitze. Wenn diese plastische Zone über das Kleinbereichsfließen hinausgeht, können die LEBM und das K-Konzept nicht mehr angewendet werden. Daher befasst sich die elastisch plastische Bruchmechanik mit zwei alternativen Parametern. Einerseits mit dem Energie basierten J-Integral J, von Rice, 1968 [39], andererseits mit der Rissspitzenöffnung  $\delta_T$  oder CTOD („crack tip opening displacement“), von A.H. Cottrell und A.A. Wells 1963 [40, 44], welche den Deformationszustand an der Rissspitze beschreiben. In dieser Arbeit wird vor allem auf das J-Integral J eingegangen, die CTOD-Methode wird nicht behandelt und ist in einigen Literaturstellen, wie in [9, 11, 12], nachzulesen. Für Materialien mit hoher plastischer Verformung, starken Nichtlinearitäten und hohen Dissipationsenergien [32] wird die elastisch plastische Bruchmechanik verwendet, um deren Bruchzähigkeit zu bestimmen. Im Allgemeinen ist das J-Integral J als benötigte Energie zur Rissausbreitung bei linearen und nichtlinearen elastischen Materialien definiert. J entspricht der Änderung der potentiellen Energie, die bei der Rissausbreitung frei wird [38]:

$$J = - \frac{d\Pi}{dA} = - \frac{1}{B} * \frac{dU}{da} \quad (10)$$

mit B als der Breite, U der potentiellen Energie, also der Fläche unter der Kraft-Deformationskurve, a der Risslänge. Mit diesem Ansatz können sowohl lineare als auch nicht lineare Materialien berechnet werden [34, 40]. Grundsätzlich beschreibt das J-Integral J die Differenz der äußeren Arbeit und der Veränderung der inneren potentiellen

Energie der Fläche um die Risspitze mittels Linienintegral  $\Gamma$  und Gleichung **(11)** [39]:

$$J = \int_{\Gamma}^0 w dy - \int_{\Gamma}^0 T \frac{du}{dx} ds \quad (11)$$

wobei  $w$  die Dehnungs-Energiedichte beschreibt,  $T$  den Spannungsvektor außerhalb des Linienintegrals  $\Gamma$ , der mit der Verschiebung  $u$  in Abhängigkeit der  $x$  Koordinate multipliziert und entlang der Kurvenlänge  $s$  integriert wird [39]. Solange keine Rissinitiierung stattgefunden hat und nur lineares oder nicht lineares Materialverhalten auftritt, wird die äußere Arbeit komplett elastisch gespeichert und  $J$  ergibt einen Wert von null. Sobald ein Risswachstum auftritt, entspricht das  $J$ -Integral  $J$  der notwendigen Energie pro Flächeneinheit, um eine weitere Rissfläche zu bilden. Die oben beschriebene Gleichung kann nur in Kombination mit einigen Bedingungen angewendet werden [32]:

- Die Deformation in die dritte Koordinatenrichtung kann ignoriert werden, solange die Probekörperdicke im Vergleich zur plastischen Zone groß ist und die Risslänge eine Mindestlänge überschreitet.
- Die Temperatur während des Versuchs muss konstant bleiben, sonst ist das  $J$ -Integral  $J$  nicht mehr geometrisch unabhängig.
- Die Kraft muss stetig ansteigen, ohne Entlastung während des Versuchs.

Da es experimentell schwierig ist, den Beginn der Rissinitiierung als den kritischen Wert  $J_c$  zu bestimmen [41], wurden Extrapolations-Verfahren von Bagley und Landes [46] entwickelt, bei dem Probekörper zu unterschiedlichen Risslängen deformiert werden, welche als Vielproben-Methode („multi specimen method“) bezeichnet wird. Zusätzlich wurden auch weitere Methoden entwickelt, wobei diese als Einzelproben-Methoden bezeichnet werden und in der Literatur [42, 43, 48, 49] genauer beschrieben werden. Der Fokus dieser Arbeit lag jedoch auf der Anwendung der Vielproben-Methode und der Auswertung des  $J$ -Integrals  $J$  liegt.

### **2.3.3 Methoden zur Beschreibung von Mehrschichtsystemen und der Materialinhomogenität mittels Bruchmechanik**

Grundsätzlich geht die Bruchmechanik von homogenen Materialien aus und somit erfordert die Betrachtung von bimateriellen Aufbauten, Erweiterungen und Ergänzungen zu den allgemeinen Prinzipien. Dazu beschreiben neuere Studien von Kolednik et al. [5, 56]

das J-Integral  $J$  in Abhängigkeit der Entfernung von der Risspitze. Das durch die aufgebrachte Kraft bewirkte J-Integral  $J_{Feld}$  beschreibt den globalen Zustand im ganzen Prüfkörper.  $J_{Spitze}$  steht für die risstreibende Kraft nahe der Risspitze und bestimmt ob sich ein Riss ausbreiten kann oder nicht. Homogene Materialien beschreiben ein wegunabhängiges J-Integral ( $J_{Spitze}=J_{Feld}$ ). Bei Betrachtung inhomogener Materialien ergibt sich ein wegabhängiges J-Integral, mit folgender Definition für  $J_{Spitze}$  [5]:

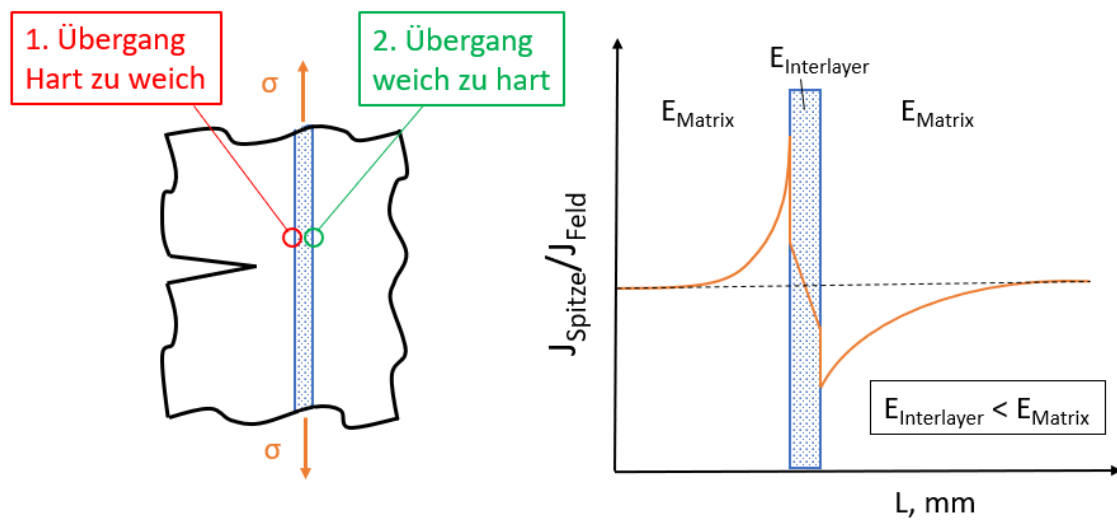
$$J_{Spitze} = J_{Feld} + C_{inh} \quad (12)$$

wobei  $C_{inh}$  den Unterschied der mechanischen Eigenschaften, Elastizitätsmodul  $E$  und Fließspannung  $\sigma_F$  und damit die Materialinhomogenität beschreibt. Wenn ein Riss zunächst von einer harten zu einer weichen Schicht übergeht, kommt es zu einem Anstieg der Rissausbreitungsgeschwindigkeit und  $C_{inh}$  ist positiv. Wenn andersherum ein Riss von einem weichen zu einem harten Material übergeht so ist  $C_{inh}$  negativ und es kommt zu einem Anstieg von  $J_{Spitze}$  und zu einer reduzierten Geschwindigkeit der Rissausbreitung und einem sogenannten Abschirmungseffekt. In realen Fällen, eines Multischichtverbunds mit Interlayer treten beide Fälle kombiniert auf, mit Vorhandensein zweier Übergänge. Die Inhomogenitätsterme  $C_{inh1}$  und  $C_{inh2}$  in der Zwischenschicht können zu einem  $C_{Interlayer}$  zusammengefasst werden [31]:

$$J_{Spitze} = J_{Feld} + C_{inh1} + C_{inh2} = J_{Feld} + C_{Interlayer} \quad (13)$$

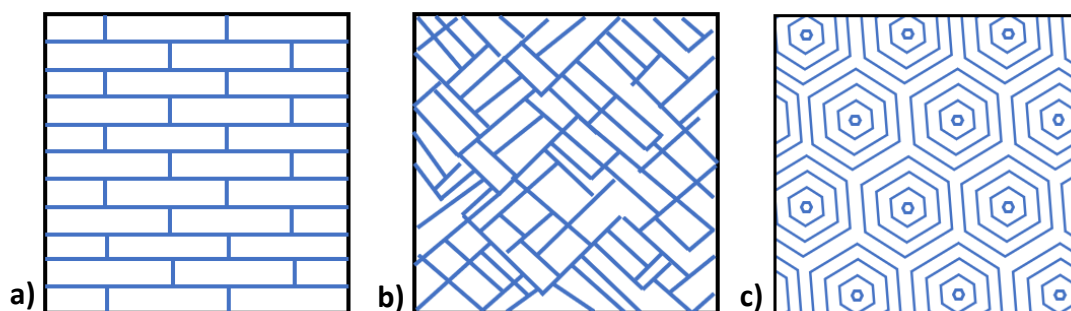
Die schematische Darstellung des Verlaufs des J-Integrals im Materialverbund eines spröden Grundmaterials mit weicher Zwischenschicht ist in **Abbildung 7** dargestellt. Wie ersichtlich kommt es beim 2. Übergang (weich zu spröde) zu einem lokalen Minimum. Um dieses Tief zu überwinden muss die Belastung wieder deutlich steigen, womit eine Steigerung der Bruchzähigkeit bewirkt werden kann. Für Schwämme [5] Metalle und Keramiken konnte dieser Abschirmungseffekt bereits beschrieben werden [31, 52, 53, 54, 55].

Die Biomimetik und die Ausnützung diverser Effekte der Materialinhomogenität ist im Bereich der Kunststofftechnik noch relativ unerforscht. Bedingt durch stets weiterentwickelnde Verbesserungen der Fertigungsmethoden gewinnt dieser Anwendungsbereich jedoch immer mehr an Aufmerksamkeit. Dazu liefert eine aktuelle Arbeit von Jia Z. 2019 [2] tiefere Einblicke.



**Abbildung 7:** Schematische Darstellung der Materialinhomogenität und resultierendem Verlauf von  $J_{\text{Spitze}}$  bedingt durch die Zwischenschicht [8].

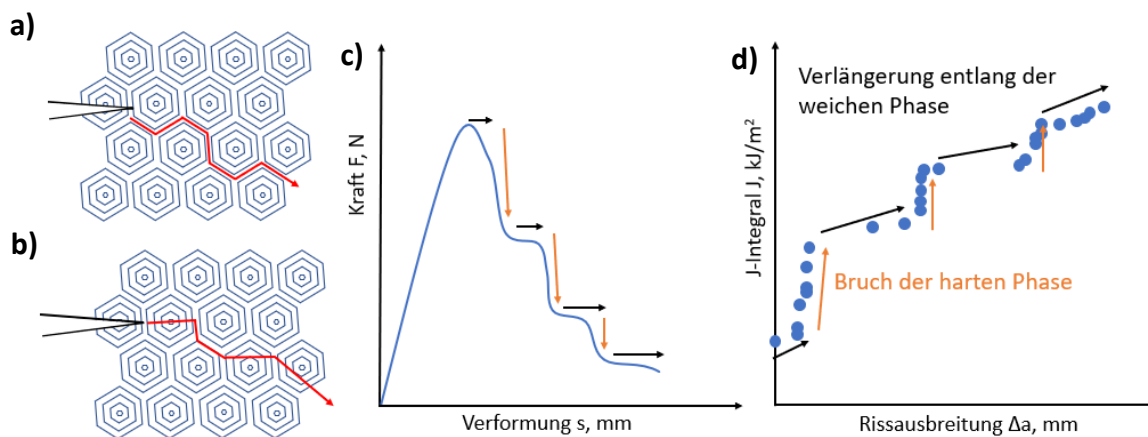
In dieser Arbeit konnte die Kombination zweier Materialien mit einem Verhältnis des Elastizitätsmoduls  $E$  von ca. 390 (1560 MPa der harten Schicht und 4 MPa der weichen Schicht) unter Verwendung verschiedener Mikrostrukturen eine Steigerung der Bruchzähigkeit bis zu einem Faktor 15 erreichen. Die verwendeten Strukturen sind in **Abbildung 8** dargestellt, **a)** Ziegelstruktur („brick and mortar“), **b)** Kreuzlamellen und **c)** konzentrische hexagonale Formen. Zur Untersuchung der bruchmechanischen Eigenschaften wurden CT-Prüfkörper verwendet und mittels spezieller Einspannvorrichtung mittels Zugversuches belastet.



**Abbildung 8:** Schematische Darstellung der unterschiedlichen Mikrostrukturen **a)** Ziegelstruktur „brick and mortar“ **b)** Kreuzlamellen **c)** konzentrische hexagonale Struktur [2].



Bei der Betrachtung der hexagonalen Struktur ist ersichtlich, dass der Riss entweder einerseits um eine Struktur an der Zwischenschicht einer harten und weichen Phase entlang verläuft (siehe **Abbildung 9a**) oder andererseits in eine Struktur eindringt (siehe **Abbildung 9b**). Durch die Ablenkung des Risses in verschiedene Richtungen kommt es zu einer vergrößerten Rissfläche und damit zu einem erhöhten Risswiderstand [2, 7].



**Abbildung 9:** Bruchverhalten **a)** entlang der hexagonalen **b)** durch die hexagonale Mikrostruktur; **c)** ausgewertete Kraft-Verformungs-Kurve und **d)** berechnete Risswiderstandskurve J-R [2, Seite 19].

**Abbildung 9c** zeigt, dass, wenn ein Riss auf eine harte Phase trifft, die benötigte Kraft abfällt, wobei der Riss an der weichen Phase verlangsamt wird und am nächsten harten Segment sogar stoppt, bis genug Kraft und damit Energie eingebracht wird, um diese Schicht zu brechen. Die hexagonale Mikrostruktur bewirkt einen zyklischen Ablauf des Rissfortschritts mit einem jeweiligen Abstoppen an harten Schichten und ein verlangsamtes Wachstum. Dieser Prozess formt einen stufenförmigen Verlauf der Risswiderstandskurve J-R (siehe **Abbildung 9d**). Dabei erhöhte sich die gesamte Risszähigkeit um das 15-Fache. Die untersuchte „brick and mortar“ Struktur resultierte ebenfalls in einem stufenförmigem J-Integral mit 15-facher Steigerung der gesamten Risszähigkeit. Die lamellare Struktur ergab eine Steigerung um das 5-8-fache. Grundsätzlich bewirkten alle Strukturen eine Steigerung der Bruchzähigkeit, wobei die erhaltenen Werte immer noch deutlich geringer als in natürlichen Materialien, wie z.B. in Muscheln, mit dem Unterschied von 2-3 Größenordnungen. Die vorangegangenen Erkenntnisse zeigen, dass die Materialmikrostruktur eine wichtige Rolle bei der Bruchzähigkeit spielt, wobei eine

Materialinhomogenität zu besseren Eigenschaften führt. Diese Ergebnisse konnten jedoch nur unter Verwendung spezieller Herstellungsverfahren, mittels additiver Fertigung mit sehr geringen Düsenrößen und Herstellung sehr kleiner Strukturen, erzielt werden. Die Umsetzung auf reale Bauteile und andere Größenordnungen mit einfacheren Fertigungsverfahren gilt es in zukünftigen Studien zu untersuchen.

### 3 EXPERIMENTELLES

Grundsätzlich wurde der Einfluss einer dünnen elastischen Zwischenschicht auf ein sonst sprödes Material getestet. Zunächst wurden die mechanischen Eigenschaften additiv gefertigter Prüfkörper mit herkömmlich hergestellten Prüfkörpern verglichen. Anschließend wurden bruchmechanische Untersuchungen durchgeführt, die einerseits den Prinzipien der linear elastischen Bruchmechanik und andererseits der elastisch plastischen Bruchmechanik folgen.

#### 3.1 Beschreibung der verwendeten Materialien

In **Tabelle 1** sind alle Materialien mit ihren mechanischen Eigenschaften (aus Datenblättern) zur Durchführung der Versuche zusammengefasst. Die Versuche wurden mit zwei verschiedenen Materialkombinationen durchgeführt. Die erste Kombination aus PP-CF10 mit PP, weist ähnliche Eigenschaften auf, wobei sich der E-Modul um einen Faktor von 4 und die Fließspannung  $\sigma_F$  um einen Faktor von 2 unterscheidet. Im Vergleich dazu ist der Unterschied der beiden Werkstoffe PET-G und TPC [26], der zweiten Materialkombination deutlich größer, mit einem Unterschied des E-Moduls um einem Faktor 67 und der Fließspannungen um einem Faktor 6 [27].

**Tabelle 1:** Zusammenfassung der verwendeten Materialien mit ihren mechanischen Eigenschaften, E-Modul E und Fließspannung  $\sigma_F$ .

Material	Rolle	Elastizitätsmodul E [MPa]	Fließspannung $\sigma_F$ [MPa]		
<b>Materialkombination 1</b>					
PP-CF10	Matrix	3500	<b>Faktor 4</b>	44	<b>Faktor 2</b>
PP	Interlayer	830		21	
<b>Materialkombination 2</b>					
PET-G	Matrix	1940	<b>Faktor 67</b>	50	<b>Faktor 6</b>
TPC	Interlayer	29		8	

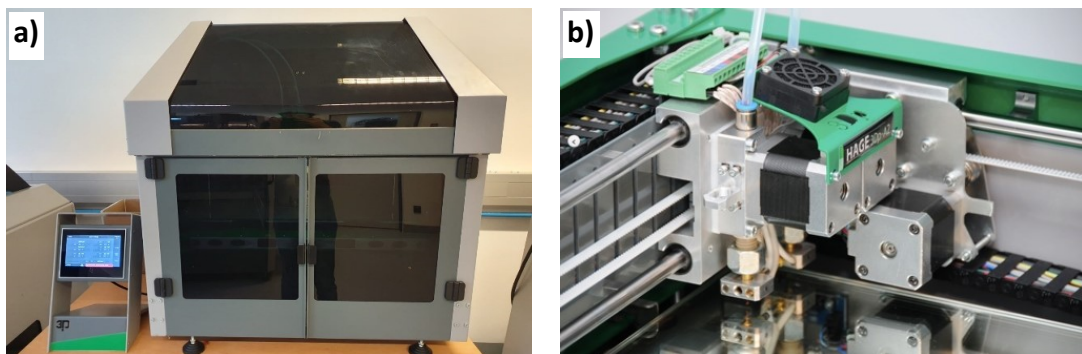
### 3.2 Herstellung der Prüfkörper mittels additiver Fertigung

Zur Untersuchung der Eigenschaftsveränderungen eines Multischichtverbundes, der Kombination eines spröden Grundmaterials und eines weichen Zwischenmaterials, wurden die benötigten Probekörper mittels FFF Methode („fused filament fabrication“) hergestellt [51]. In **Tabelle 2** sind die für die Herstellung von Probekörpern verwendeten Materialien mit dazugehörigen Verarbeitungs- und Druckbetttemperaturen zusammengefasst [13, 18].

**Tabelle 2:** Zusammenfassung der zur Fertigung der Probekörper verwendeten Verarbeitungs- und Druckbetttemperaturen.

Material	Verarbeitungstemperatur [° C]	Druckbetttemperatur [° C]	Druckgeschwindigkeit [mm/s]	Druckschichtdicke [mm]
PP	220	60	55	0,25
PP-CF10	220	60	55	0,25
PET-G	240	80	55	0,25
TPC	240	80	55	0,25

Es wurden die Probekörper der Einzelmaterialien und Materialverbunde mit dem 3D-Drucker Hage3D 72 Liter (siehe **Abbildung 10a**) hergestellt. Zur Fertigung der Multischichtverbunde aus PP-CF10 mit PP Interlayer und PET-G mit TPC Interlayer, eignete sich der spezielle Dualdruckkopf (siehe **Abbildung 10b**). Der Vorteil des Dualdruckkopfs bestand darin, dass bei der Herstellung kein Materialwechsel nötig war und dadurch Standzeiten reduziert wurden [17].



**Abbildung 10:** a) Hage 3D-Druck 72 Liter Maschine mit b) Dualdruckkopf.

Ebenfalls wurde dadurch die Abkühlphase von Interlayerschichten zwischen den unterschiedlichen Materialien stark reduziert. Bei der Kombination verschiedener Materialien musste vor allem auf eine Kompatibilität der Verarbeitungstemperaturen geachtet werden (siehe **Tabelle 2**, 220 °C für PP-CF10/PP und 240 °C für PET-G/TPC) [16]. Die hohen Druckbetttemperaturen von bis zu 80 °C bei PET-G und TPC waren notwendig, um ein Haften speziell der ersten Druckschicht am Druckbett zu gewährleisten. Bei der Verarbeitung hatten folgende Einstellparameter den größten Einfluss auf die Druckqualität und es wurden folgende Standardeinstellungen verwendet: Druckgeschwindigkeit mit 55 mm/s, Druckschichtdicke von 0,25 mm und ein Düsendurchmesser von 0,4 mm. Die Schichtdicke sollte beim Druckprozess stets kleiner sein als der Düsendurchmesser, um mit Hilfe von Quetschung den Transport des Materials zu bewirken [13]. Jede Herstellung von Probekörpern wurde mit gleichen Einstellungen der Parameter durchgeführt, um eine Reproduzierbarkeit zu gewährleisten. Die verschiedenen Probekörpertypen wurden jeweils in 10er Serien hergestellt [20, 51]. Mit Hilfe der additiven Fertigung konnten die notwendigen Probekörper, für die Einzelmaterialien und Materialverbunde für Zugversuche an Zugprüfkörpern, Zugprüfungen an CT-Prüfkörpern und 3-Punktbiegeversuche an SENB-Prüfkörpern hergestellt werden.


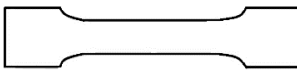
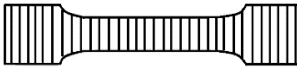
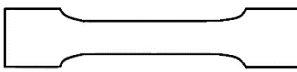
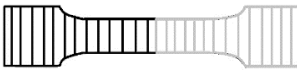

### 3.3 Bewertung der mechanischen Eigenschaften mittels Zugversuchs

Im Zuge dieser Arbeit sollte ein Vergleich der mechanischen Eigenschaften der additiv gefertigten Zug-Prüfkörper zu herkömmlich Hergestellten durchgeführt werden. Dabei wurden Probekörper via Zugprüfung bei 1 mm/min und ab einer Dehnung von 0,25 % mit 50 mm/min, gemäß ISO Norm 527, auf der Prüfmaschine Zwick Z10 geprüft. Bei allen Versuchen wurde der Mittelwert aus jeweils 10 Einzelproben bestimmt und ausgewertet. Bei der Bestimmung des E-Moduls wurde die Tangentenmethode verwendet und der Modul über die Steigung mit folgenden Gleichungen **(14)**-**(16)** berechnet [10, 22, 35]:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad \sigma = \frac{F}{A} \quad \varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad \text{(14) (15) (16)}$$

Die Materialien und Materialkombinationen der Zugversuche sind in **Tabelle 3** zusammengefasst. Für PET-G konnte kein gepresster Prüfkörper und für TPC kein additiv gefertigter Prüfkörper hergestellt werden. Die Probekörper der Materialkombination aus PP-CF10 und PP bestand aus jeweils einer Hälfte eines Materials. Die Breite ( $b_0=10$  mm) und die Dicke ( $a_0=4$  mm) wurde mit dem Messschieber gemessen. Die Länge der Einspannung ( $l_0=42$  mm) und die Länge der Wegmessung mittels Marko (35 mm), wurden an der Maschine, Zwick Z10 eingestellt.

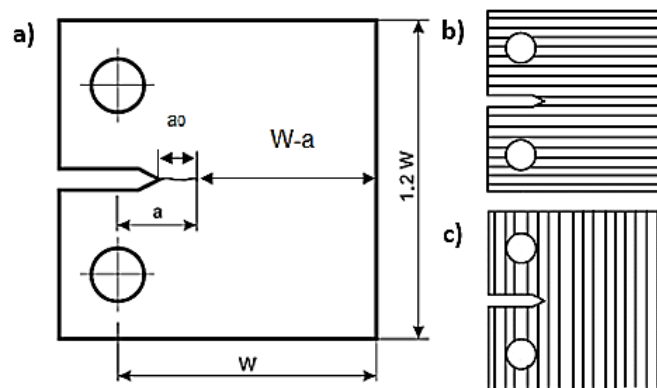
**Tabelle 3:** Zusammenfassung der Materialien und Materialkombination gepresster und additiv gefertigter Prüfkörper, der Zugversuche.

Material	
PP 3D gedruckt	
PP gepresst	
PP-CF10 3D gedruckt	
PP-CF10 gepresst	
PP-CF10/PP 3D gedruckt	
PET-G 3D gedruckt	

### 3.4 Linear elastische Bruchmechanik mit Bewertung der Zähigkeit und der zyklischen Risswachstumskinetik

Zur Auswertung der Bruchzähigkeit nach linear elastischer Bruchmechanik wurden die Prüfkörper monoton mit einer konstanten Prüfgeschwindigkeit geprüft. Die quasi-statische Prüfanordnung wurde zur Bestimmung der Materialkennwerte,  $K_{IC}$  und  $G_{IC}$  verwendet [9]. Zusätzlich sollte mittels zyklischer Beanspruchung die Rissausbreitungsrate  $da/dN$  als Funktion des angelegten  $\Delta K$  der einzelnen Materialien und Materialkombinationen verglichen werden [23, 36]. Alle quasi-statischen Zugversuche, sowie Versuche mit zyklischer Belastung wurden mit vorgekerbten CT-Prüfkörpern durchgeführt

(siehe **Abbildung 11a**). Die Breite ( $W= 40 \text{ mm}$ ) und die Dicke ( $B= 8 \text{ mm}$ ) wurden mit einem Messschieber und der Abstand ( $W-a= 26,5 \text{ mm}$ ) wurde mit einem Lichtmikroskop gemessen. Die additiv gefertigten PET-G Probekörper lagen in zwei unterschiedlichen Druckrichtungen, L (longitudinal) und T (transversal) vor. Longitudinal (siehe **Abbildung 11b**), bedeutete eine parallele Anordnung der Druckrichtung zu Kerbe und transversal (siehe **Abbildung 11c**) bedeutete eine senkrechte Anordnung. Ein wichtiger Teil der Probenvorbereitung war das Einkerbten und Einbringen der Anfangsriszlänge  $a_0$ . Der Rissspitzenradius und die Kerbqualität hatten einen wesentlichen Einfluss auf die Ergebnisse und der resultierenden Bruchzähigkeit [24, 26]. Es gibt verschiedene Methoden, um eine scharfe Kerbe zu erzeugen, durch einen natürlichen Riss, durch einen Ermüdungsriss oder mit Hilfe einer Rasierklinge. Im Allgemeinen muss der resultierende Radius der Rissspitze kleiner als  $20 \mu\text{m}$  sein [24]. Die Proben wurden mit einem Mikrotom der Firma Leica Microsystems GmbH gekerbt.

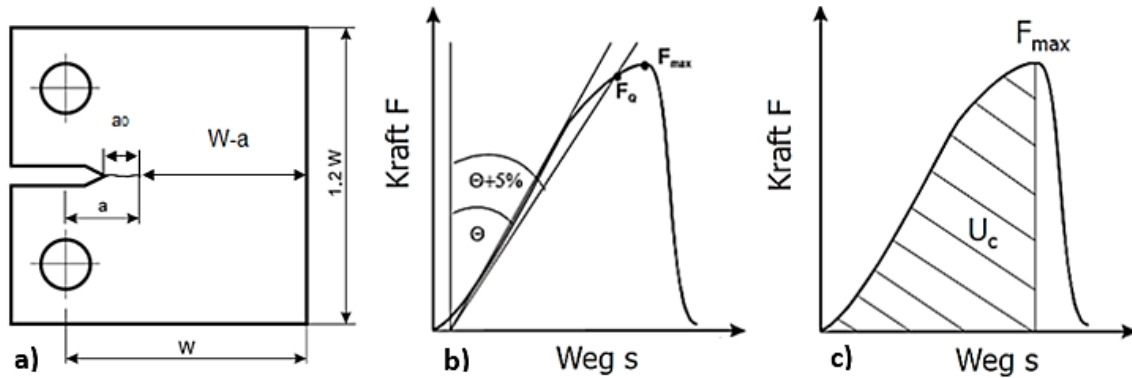


**Abbildung 11:** a) Probekörpergeometrie eines CT Prüfkörpers mit schematischer Darstellung der Druckrichtungen b) longitudinal c) transversal.

### 3.4.1 Bestimmung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors $K_{Ic}$ und der kritischen Energiefreisetzungsrate $G_{Ic}$

Zur Bestimmung von  $K_{Ic}$  und  $G_{Ic}$  wurden gekerbte CT-Prüfkörper (siehe **Abbildung 12a**), mit konstanten Prüfgeschwindigkeit (10 mm/min, 100 mm/min und 1000 mm/min) belastet und dabei die Kraft-Weg Kurve (F-s) bis zum Bruch aufgezeichnet. Zur Auswertung wurde eine Tangente mit  $+5^\circ$  Steigung an den linearen Anfangsbereich angelegt [9, 11]. Der sich ergebende Schnittpunkt mit dem Kraftverlauf entspricht  $F_Q$  (siehe **Abbildung 12b**)

$G_{Ic}$  wurde mit Hilfe der Fläche unter der F-s Kurve, bis zur maximalen Kraft  $F_{max}$ , also die kritische Dehnungsenergie  $U_c$  bestimmt (siehe **Abbildung 12c**). Die Zugversuche wurden an einer servo-hydraulischen Prüfmaschine MTS831 der Firma MTS Systems GmbH, mit einer Einspannvorrichtung für CT-Prüfkörper und bei Raumtemperatur (23 °C) durchgeführt.



**Abbildung 12:** a) CT-Prüfkörper b) F-s Diagramm zur Auswertung von  $K_{Ic}$  c) F-s Diagramm zur Auswertung von  $G_{Ic}$  [9].

In **Tabelle 4** sind die Materialien und Materialkombinationen, mit schematischen Darstellungen der Prüfkörper und der unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten zusammengefasst.

**Tabelle 4:** Zusammenfassung der Materialien und Materialkombinationen der additiv gefertigten CT-Prüfkörper mit den verwendeten Prüfgeschwindigkeiten 10 mm/min, 100 mm/min und 1000 mm/min.

Material		Prüfgeschwindigkeit [mm/min]
PET-G L 3D gedruckt		10
PET-G T 3D gedruckt		10
PET-G T mit TPC Interlayer 3D gedruckt		10
PET-G T mit TPC Interlayer 3D gedruckt		100
PET-G T mit TPC Interlayer 3D gedruckt		1000



Zur Berechnung von  $K_{Ic}$  und  $G_{Ic}$  wurden folgende Gleichungen **(17)**-**(20)** verwendet [9]:

$$K_{Ic} = \frac{F_Q}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (17)$$

$$f(a/W) = f(\alpha) = \frac{(2+\alpha)^3}{(1-\alpha)^2} [0,886 + 4,64\alpha - 13,32\alpha^2 + 14,72\alpha^3 - 5,6\alpha^4] \quad (18)$$

$$G_{Ic} = \frac{U_c}{BW\phi} \quad (19)$$

$$\phi = \frac{C}{\frac{dC}{d\left(\frac{a}{W}\right)}} = \frac{(1,9118+19,118\alpha-2,5122\alpha^2-23,226\alpha^3+20,54\alpha^4)(1-\alpha)}{(19,118-5,244\alpha-69,678\alpha^2+82,16\alpha^3)(1-\alpha)+2(1,9118+19,118\alpha-2,5122\alpha^2-23,226\alpha^3+20,54\alpha^4)} \quad (20)$$

mit  $a$  als Risslänge,  $B$  als Probekörperdicke,  $W$  als Probekörperbreite,  $C$  als Nachgiebigkeit mit der Einheit mm/N,  $\phi$  als probekörperabhängiger geometrischer Energiekalibrierfaktor,  $U_c$  als kritische Dehnungsenergie mit der Einheit kJ, die zum Bruch des Probekörpers führt und  $f(a/W)$  als probekörperabhängiger, geometrischer Korrekturfaktor. Um die Gleichungen für  $K_{Ic}$  und  $G_{Ic}$  anwenden zu können, müssen nachfolgende Bedingungen, die für die Anwendung der LEBM Voraussetzung sind, erfüllt werden. Die plastische Zonengröße darf im Vergleich zum Probenkörper eine bestimmte Größe nicht überschreiten [9, 21, 25]:

$$B, W - a, a \geq 2,5 \left( \frac{K_{Ic}(T,t)}{\sigma_F(T,t)} \right)^2 \leq 1,1 \quad (21)$$

Die Linearität des Materialverhaltens muss gegeben sein:

$$\frac{F_{\max}}{F_Q} \leq 1,1 \quad (22)$$

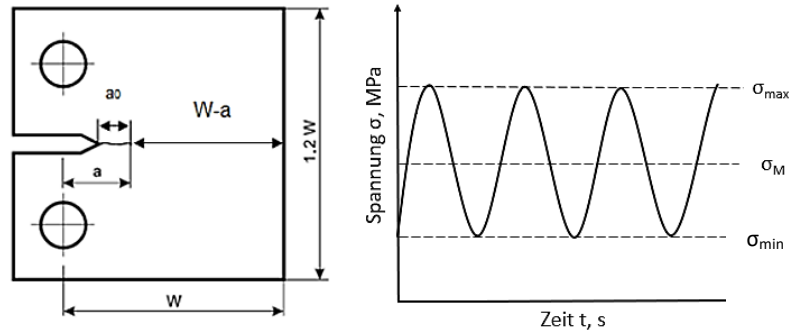
Das Verhältnis der Risslänge  $a$  zur Breite  $W$  des Probekörpers sollte in einem gewissen Bereich liegen:

$$0,45 < \frac{a}{W} < 0,55 \quad (23)$$

mit  $\sigma_F$  der Fließgrenze in MPa,  $B$  der Probenkörperdicke,  $W$  der Probenkörperbreite,  $a$  der Risslänge,  $K_{Ic}$  dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor bei Mode I,  $F_{\max}$  der maximalen Kraft und  $F_Q$ .

### 3.4.2 Bestimmung des Ermüdungsrisswachstums $da/dN$ über $\Delta K$

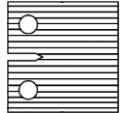
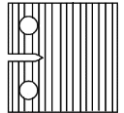
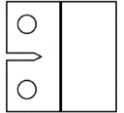
Bei der zyklischen Prüfanordnung wurden gekerbte CT-Prüfkörper (siehe **Abbildung 13a**) der einzelnen Materialien und Materialkombinationen mittels zyklischer Beanspruchung (siehe **Abbildung 13b**), bei unterschiedlichen  $K_{I,ini}$ -Werten geprüft [9, 11].



**Abbildung 13:** Schematische Darstellung **a)** CT-Probekörper **b)** zyklische Belastung [9].

Die Materialien und Materialkombinationen mit den unterschiedlichen  $K_{I,ini}$ -Werten und schematischen Darstellungen der Prüfkörper sind in **Tabelle 5** zusammengefasst.

**Tabelle 5:** Zusammenfassung der Materialien und Materialkombinationen mit  $K_{I,ini}$ -Werten der additiv gefertigten CT-Prüfkörper.

Material		$K_{I,ini}$ [MPam <sup>1/2</sup> ]
PET-G L 3D gedruckt		0,20; 0,32; 0,40; 0,47; 0,59;
PET-G T 3D gedruckt		0,63; 0,79; 0,90
PET-G T mit TPC Interlayer 3D gedruckt		0,68; 0,77; 0,81; 0,83; 0,92;

Die Standardfrequenz der Prüfung betrug 10 Hz sinusförmig und hatte ein Lastverhältnis  $R$  von 0,1, mit  $F_{max}$  und  $F_{min}$  als maximal und minimal aufgebrauchte Kräfte, welches durch folgende Gleichung **(24)** gegeben ist:

$$R = \frac{F_{min}}{F_{max}} \quad (24)$$

Die Versuche wurden an einer Prüfmaschine MTS 858 Table Top System der MTS Systems GmbH, mit einer Einspannvorrichtung für CT-Prüfkörper und bei Raumtemperatur (23 °C) durchgeführt. Zur kontinuierlichen Auswertung der Risslänge  $a$  war ein Laufmikroskop angebracht. Die Maschine selbst, zeichnete die Werte der Rissöffnung und Kräfte in konstanten Intervallen von 100 Zyklen auf. Zyklischen Versuche wurden zusätzlich an einer anderen servo-hydraulischen Prüfmaschine MTS 831 der MTS Systems GmbH durchgeführt, mit dem Vorteil einer fest positionierten Kamera, die in regelmäßigen Abständen per Selbstauslöser Fotos machte, welche im späteren Verlauf zur Auswertung der Risslänge  $a$  herangezogen wurden. Zur anfänglichen Einschätzung des Materialverhaltens wurde die Versuchsserie mit hohen  $\Delta K_{I,ini}$ -Werten, also niedriger Prüfdauer, begonnen. Anschließend wurden die  $\Delta K_{I,ini}$ -Werte sukzessive reduziert. Die erforderlichen Kräfte zur Einstellung der  $K_{I,ini}$ -Werte wurden mit Hilfe der Maximalkräfte  $F_{max}$ , aus den monotonen Zugversuchen an CT-Prüfkörpern und der resultierenden Bruchzähigkeit  $K_{Ic}$ , abgeschätzt. Mit den gemessenen Risslängen, der ausgeübten Kräfte ( $K$ -Wert) und den Abmessungen konnte die Differenz des Spannungsintensitätsfaktors  $\Delta K$  in  $MPam^{1/2}$  mit den Gleichungen **(24)** und **(25)** bestimmt werden [9]:

$$K = \frac{F}{B\sqrt{W}} * f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (24)$$

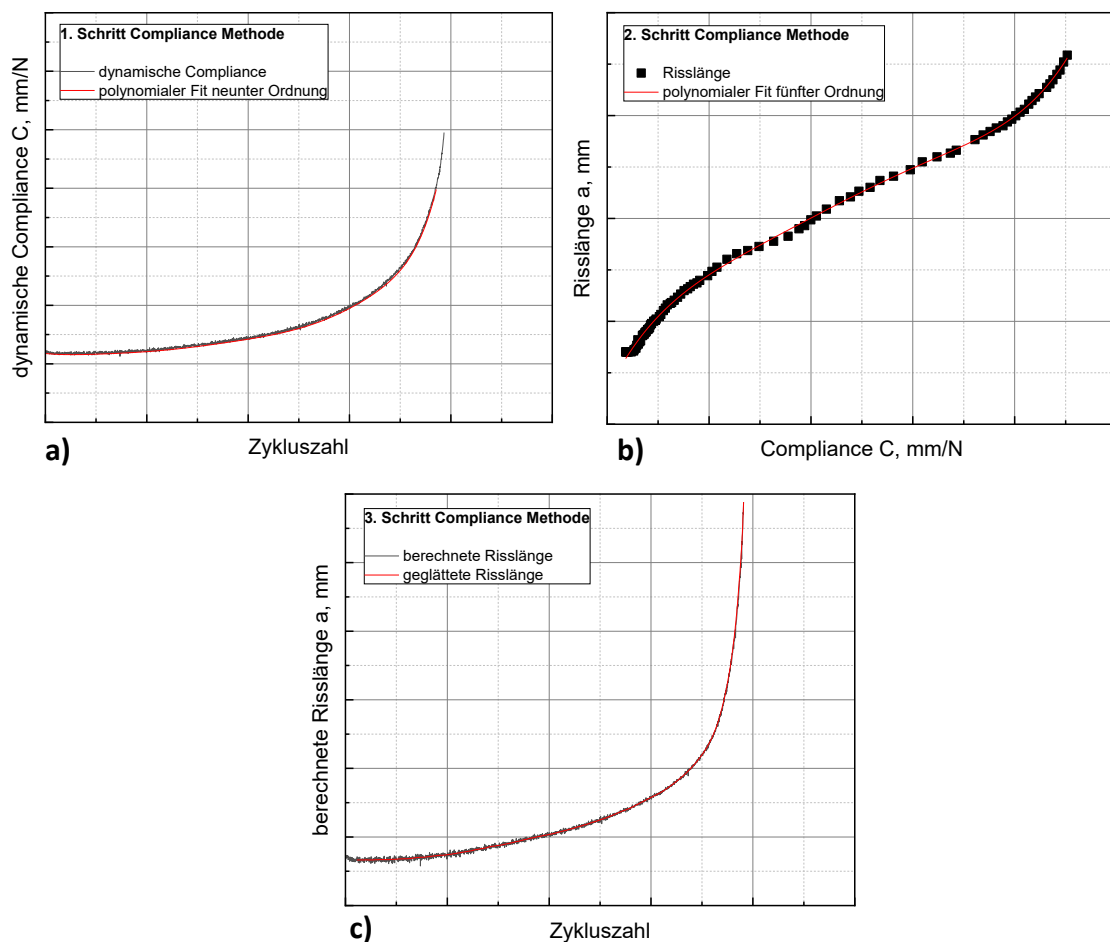
$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \quad (25)$$

Um mehr Messpunkte und damit mehr Daten für das resultierende Diagramm  $da/dN-\Delta K$  bereitzustellen, sollte die „Compliance“-Methode verwendet werden. Diese verwendet alle aufgezeichneten Verschiebungsdaten und Kraftwerte der Maschine, während die manuellen Messungen der Risslänge  $a$  inkonsistent waren. Die Compliance  $\Delta C$  in mm/N wurde mit folgender Gleichung **(26)** für jeden Messpunkt berechnet [9]:

$$\Delta C = \frac{V_{max} - V_{min}}{F_{max} - F_{min}} \quad (26)$$

wobei  $V$  (mm) dem Rissöffnungsversatz entspricht. Um die Risslänge  $a$  für jede Verschiebungsmessung der Maschine zu berechnen, mussten verschiedene Anpassungen vorgenommen werden. Der erste Schritt der Anwendung der „Compliance“-Methode stellte die Berechnung der dynamischen Compliance-Werte jedes einzelnen Messpunkts der Maschine gemäß Gleichung **(26)** dar, wobei die Differenz der gemessenen

Verschiebungen durch die Differenz der gemessenen Kräfte dividiert wird. Danach wurde  $\Delta C$  über die Anzahl der Zyklen aufgetragen, wie in **Abbildung 14a** dargestellt. Der ausgewertete Graph wurde mit einem polynominalen Fit der neunten Ordnung versehen, um die Gleichung für die Compliance  $\Delta C$  als Funktion der Zyklenzahl aufzustellen. Mit dieser Gleichung konnte die Compliance  $C$ , den mit dem Laufmikroskop gemessenen Risslängen gegenübergestellt werden (siehe **Abbildung 14b**). Mit den gemessenen Risslängen  $a$  und den Messwerten der Verschiebungen konnte die Compliance  $C$  auf deutlich geringere Zeitwerte interpoliert werden.



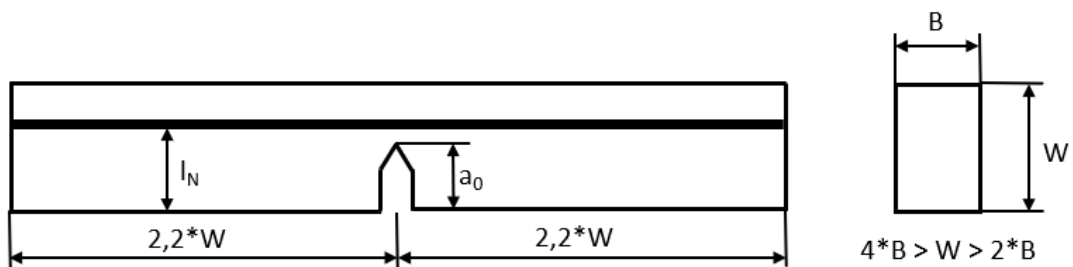
**Abbildung 14:** a) Kurve der dynamischen Nachgiebigkeitszyklen mit Polynom Anpassung der neunten Ordnung b) berechnete Compliance  $C$  für jede gemessene Risslänge c) berechnete Risslängen mit geglätteter Darstellung.

Um eine Gleichung, für die gemessene Risslänge  $a$  als Funktion der Compliance  $C$  zu erhalten, wurde der Graph mit einem Polynom fünfter Ordnung versehen. Mit dieser

Formel und der Maschinendaten konnte die Risslänge  $a$  in Abhängigkeit von der Zyklenzahl berechnet und in einem Diagramm abgebildet werden (siehe **Abbildung 14c**). Die Kurve wurde geglättet, um eine stabilere Erhöhung der Risslänge in Bezug auf die zunehmende Anzahl von Zyklen bereitzustellen. Mit Hilfe der „Compliance“-Methode und vorangegangener Anpassungen konnte durch Ableitung der berechneten Risslänge  $a$ ,  $da/dN$  und somit die Auftragung  $da/dN$  über  $\Delta K$  erstellt werden.

### 3.5 Elastisch plastische Bruchmechanik mit Bewertung des J-Integrals J

Zur Bestimmung des J-Integrals  $J$  wurden einseitig gekerbte ( $a_0=5,5$  mm) SENB („single edge notched bending“) Probekörper verwendet (siehe **Abbildung 15**). Die Länge  $l_N$  beschreibt den Abstand von der Unterkante des Probekörpers bis zum Beginn des Interlayers. Die Probenbreite  $W=10$  mm wurde als maximal verfügbare Abmessung angenommen, die anderen Geometrieparameter wurden aus der Probenbreite abgeleitet. Dadurch ergibt sie eine Probendicke  $B$  von 4-5 mm und Probekörperlänge von 44 mm [32].



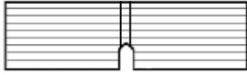
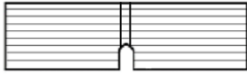
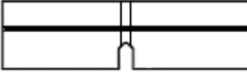
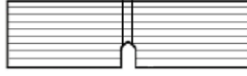

**Abbildung 15:** Probekörpergeometrie eines SENB Prüfkörpers mit angezeigter Interlayer-Position [32].

Wie schon bei der Bearbeitung der CT-Prüfkörper spielte der Kerbprozess eine wichtige Rolle [24, 26]. Die Probekörper wurden wieder mit einem Mikrotom der Firma Leica Microsystems GmbH vorgekerbt wurden. Im Allgemeinen sollte die anfängliche Risslänge  $a_0$  folgende Anforderung erfüllen [32, 34]:

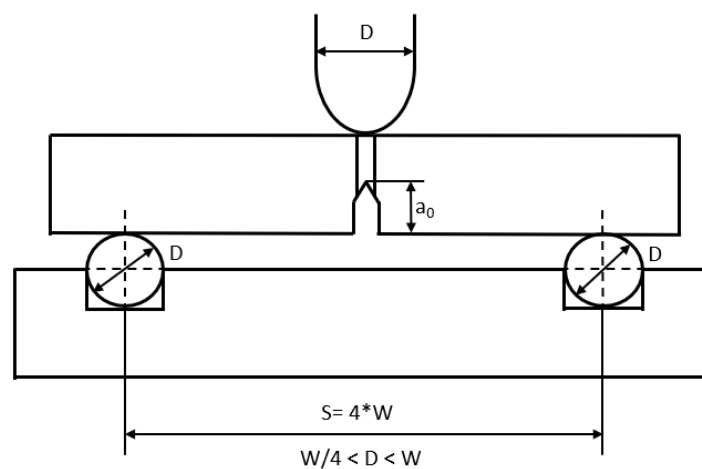
$$0.55 < \frac{a_0}{W} < 0.65 \quad (27)$$

Die Probekörper wurden zusätzlich seitlich gekerbt („side grooves“) [8, 24]. Diese Seitenkerben dienten dazu, die Randeinflüsse am Probekörperend, zu reduzieren. In **Tabelle 6** sind die Materialien und Materialkombinationen, mit schematischen Darstellungen der SENB-Prüfkörper zusammengefasst.

**Tabelle 6:** Zusammenfassung der Materialien und Materialkombinationen der additiv gefertigten SENB-Prüfkörper für die 3-Punkt Biegung.

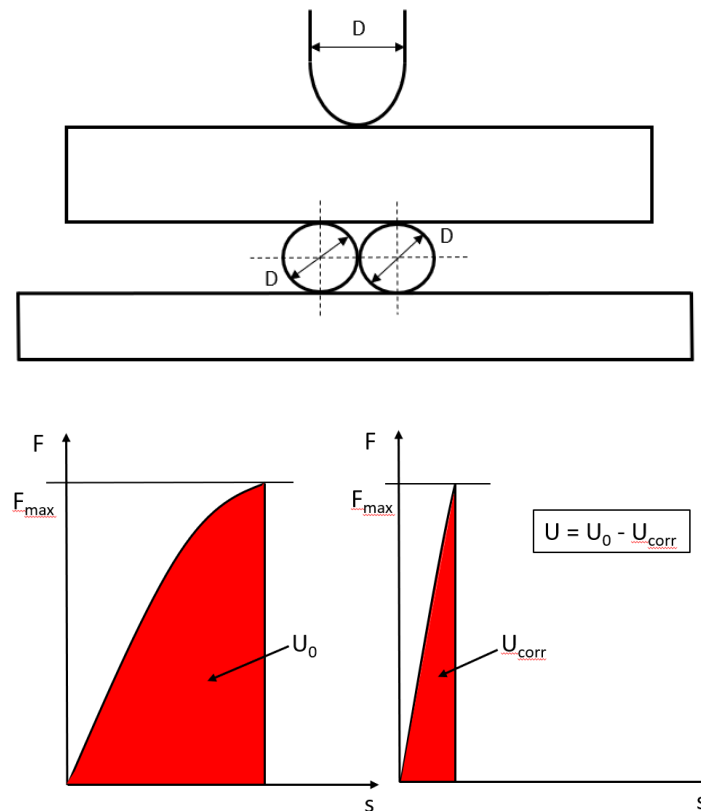
Material	
PP 3D gedruckt	
PP-CF10 3D gedruckt	
PP-CF10 mit PP Interlayer 3D gedruckt	
PET-G 3D gedruckt	
PET-G mit TPC Interlayer 3D gedruckt	

Die Biegeversuche wurden an der Prüfmaschine Zwick Z10, die mit einer Dreipunktbiegevorrichtung der Firma Instron GmbH ausgestattet war (siehe **Abbildung 19**), bei einer konstanten Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min und bei Raumtemperatur (23 °C), durchgeführt.



**Abbildung 16:** Schematische Darstellung der 3-Punkt Biege-Vorrichtung [32].

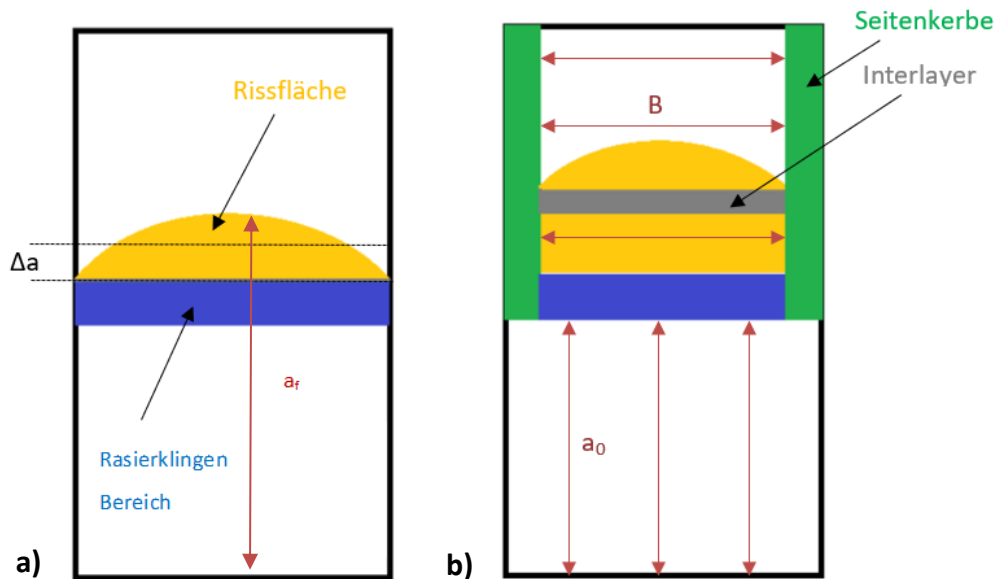
Bei der Ermittlung der aufgenommenen Energie  $U$  ist es erforderlich, die Energie  $U_0$  aufgrund von Verformungseffekten während der Messung (Stifteindruck, Maschinensteifigkeit, usw.) zu korrigieren. Dazu wird eine nicht gekerbte Probe mit der gleichen Belastung wie die gekerbten Proben beladen, die absorbierte Energie  $U_{\text{corr}}$  bestimmt und von der Energie  $U_0$  abgezogen. Die schematische Darstellung dazu ist in **Abbildung 17** ersichtlich [32].



**Abbildung 17:** Schematischer Versuchsaufbau sowie Kraft-Verformungs-Kurven, zur Korrektur der Verformungseffekte [32].

Nach Beendigung der Versuchsdurchführungen wurden die Proben in einem kleinen Flüssigstickstofftank gekühlt und nach einer 45-minütigen Kühlphase mittels Schlagpendel gebrochen. Die anfängliche Risslänge  $a_0$  und das Risswachstum  $\Delta a$  wurden optisch gemessen. Die Bruchflächen wurden mit Hilfe eines Mikroskops SZX12 der Firma Olympus untersucht. **Abbildung 18a** zeigt die schematische Rissoberfläche eines Prüfkörpers. Da die Risswiderstandskurve J-R stark von der der Risslängenmessung beeinflusst wird, sollte die Anfangsrisslänge  $a_0$  und die Endrisslänge  $a_f$  so exakt wie möglich bestimmt werden [24].

**Abbildung 18b** beschreibt die Bruchfläche und die verschiedenen Bereiche für einen SENB Prüfkörper mit Interlayer. Dabei sind die Seitenkerben, der Bereich der Rasierklinge und auch die dünne Zwischenschicht ersichtlich. Ausgemessen wurde die Breite  $B$  der Bruchfläche sowie die Anfangsrissslänge  $a_0$  und die Rissfläche  $A$ , wobei die Endrissslänge  $a_f$  mittels Division der Rissfläche  $A$  durch die mittlere Breite  $B_m$  des Probekörpers bestimmt wurde.



**Abbildung 18:** Schematische Darstellung des Rissfortschritts mit Abmessungen für SENB Prüfkörper **a)** ohne Interlayer **b)** mit Interlayer mit Seitenkerben [8].

Bei Belastung eines gekerbten Probekörpers kommt es vor einer Rissausbreitung zu einer plastischen Verformung und einem Abstumpf-Mechanismus (siehe **Abbildung 19**). Die Identifizierung des Abstumpfungsprozesses ist meist schwierig und wird daher mit sogenannter „blunting line“ kompensiert, welche wie folgt definiert ist [32]:

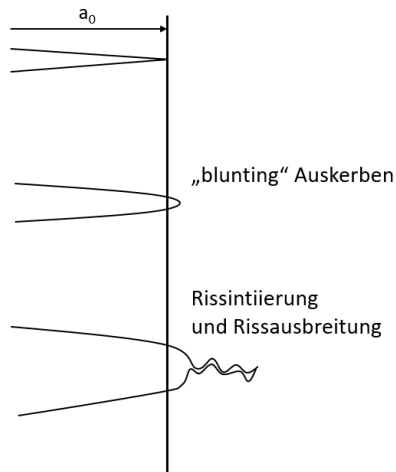
$$J_{Bl} = 2 \cdot \sigma_F \cdot \Delta a \quad (28)$$

wobei  $\sigma_F$  die Fließspannung und  $\Delta a$  eine virtuelle Rissausbreitung aufgrund des Abstumpfungsprozesses beschreibt. Der  $J_{Bl}$ -Wert wird aus dem Schnittpunkt der  $J$ - $\Delta a$ -Kurve mit der „blunting line“ bestimmt [3, 25].

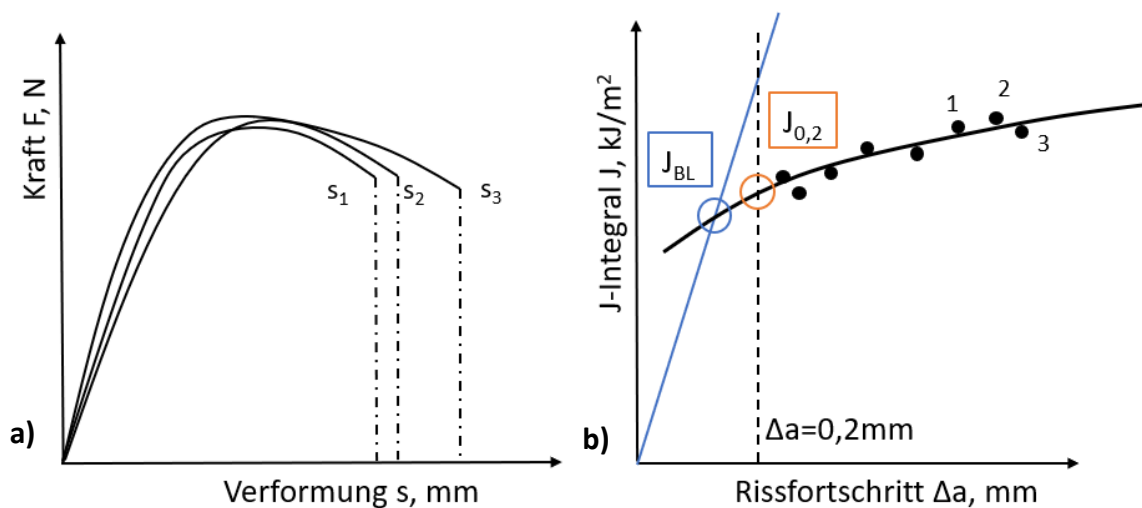
Zur Bestimmung der restlichen  $J$ - $\Delta a$  Kurve wurde die Vielproben-Methode („multi specimen method“) nach [23] verwendet. Bei dieser Methode wurden 20 SENB-



Probekörper [47] bis zu unterschiedlichen Verformungen belastet, aber nicht vollständig gebrochen (siehe **Abbildung 20a**). Die schematische Auswertung des J-Integrals  $J$  ist in **Abbildung 20b** dargestellt [32, 35, 49, 50]. Der  $J_{0,2}$ -Wert beschreibt einen technischen Kennwert zur Bestimmung der Rissinitiiierung.



**Abbildung 19:** Abstumpfen der Risspitze zu Beginn des Bruchvorgangs („blunting“) [25].



**Abbildung 20:** a) Kraft-Verformungs-Kurven der Vielkörper-Methode b) Schematische Darstellung der Auswertung des J-Integrals  $J$  [27].

Das J-Integral  $J_0$  ohne Risswachstum wird mit folgender Gleichung (29) berechnet [32]:

$$J_0 = \frac{\eta \cdot U}{B \cdot (W - a_0)} \tag{29}$$

wobei  $U$  die Fläche unter der Kraft-Deformations-Kurve,  $\eta$  eine prüfkörperabhängige dimensionslose Konstante (2 für SENB Probekörper),  $W$  die Prüfkörperbreite,  $B$  die Prüfkörperdicke und  $a_0$  die Anfangsrisslänge beschreibt. Mit der ausgemessenen Anfangsrisslänge  $a_0$  und Endrisslänge  $a_f$  konnte das tatsächliche Risswachstum  $\Delta a$  durch Subtraktion der beiden Werte bestimmt werden:

$$\Delta a = a_0 - a_f \quad (30)$$

Mit dem ermittelten tatsächlichen Risswachstum  $\Delta a$  wurde  $J_0$  mit folgender Gleichung (31) korrigiert [21, 32]:

$$J = J_0 \cdot \left[ 1 - \frac{(0.75 \cdot \eta - 1) \cdot \Delta a}{W - a_0} \right] \quad (31)$$

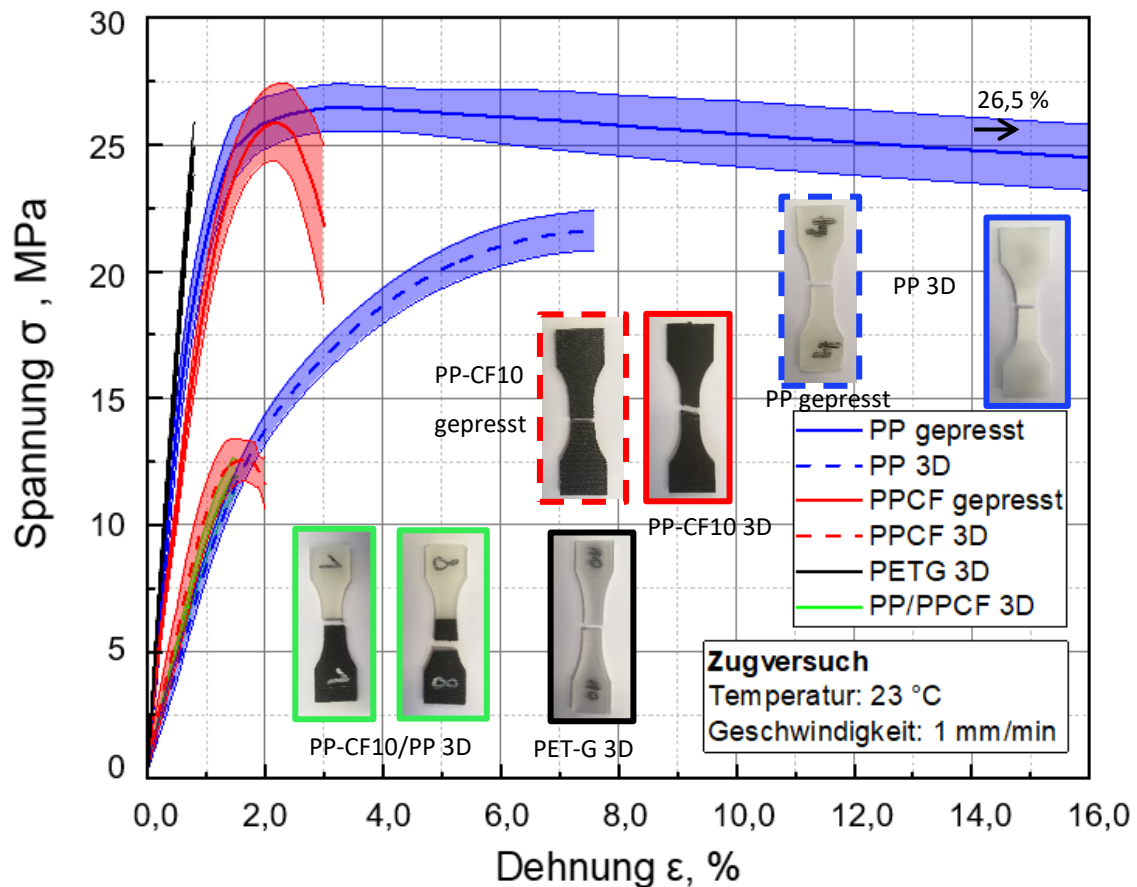
wobei  $J$  dem J-Integral der einzelnen Versuche bei unterschiedlicher Verformung,  $J_0$  dem berechneten J-Integral bei Anfangsrisslänge  $a_0$  mit der Einheit  $\text{kJ/m}^2$ ,  $\eta$  einem Formfaktor,  $\Delta a$  dem Rissfortschritt,  $a_0$  der Anfangsrisslänge und  $W$  der Probenkörperbreite entspricht. Im abschließenden Schritt konnte die Risswiderstandskurve  $J$ - $\Delta a$  (J-R) erstellt werden [49].

## 4 ERGEBNISSE

Zum besseren Verständnis der mechanischen Eigenschaften von additiv gefertigten, im Vergleich zu herkömmlich gefertigten Bauteilen, wurden zu Beginn klassische Zugversuche durchgeführt. Weiters wurden zur Beurteilung der bruchmechanischen Eigenschaften an den einzelnen Materialien und Materialkombinationen monotone und zyklische Zugversuche an gekerbten additiv gefertigten CT-Prüfkörpern durchgeführt. Vor allem sollte bei den zyklischen Versuchen der Einfluss einer dünnen Zwischenschicht auf das Materialverhalten untersucht werden. Zur weiteren bruchmechanischen Beurteilung wurden beide Materialkombinationen PP-CF10/PP und PET-G/TPC nach elastisch plastischer Bruchmechanik (EPBM) geprüft [9, 23]. Dazu wurden 3-Punktbiegeversuche nach der Vielkörper-Methode an additiv gefertigten SENB Probekörpern durchgeführt. Zur Auswertung dieser Versuche wurde das J-Integral  $J$  bestimmt und über der Rissausbreitung  $\Delta a$  aufgetragen.

### 4.1 Auswertung der Zugversuche

Die Zugversuche wurden mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min und ab einer Dehnung von 0,25 % mit 50 mm/min, gemäß ISO Norm 527 durchgeführt. Dies diente dem allgemeinen Verständnis der mechanischen Eigenschaften der mittels FFF-Methode hergestellten Bauteile an den Einzelmaterialien und Materialkombinationen. Die Ergebnisse sind in **Abbildung 21** mit dem Mittelwert aus 10 Versuchen und der jeweiligen Standardabweichung zusammengefasst. Bei der Betrachtung der Ergebnisse ist zu beachten, dass die einzelnen Druckschichten normal zur Zugrichtung angeordnet waren. Für das TPC Material konnten keine Zugprüfkörper, additiv gefertigt werden, da die Steifigkeit des Materials dafür nicht ausreichte. Die Verläufe von PP weichen deutlich voneinander ab. Beim Vergleich des 3D-gedruckten und gepressten PP unterschieden sich die E-Module ( $903 \pm 84$  MPa zu  $1151 \pm 102$  MPa) um ca. 20 %, die maximalen Spannungen um ca. 25 % ( $26 \pm 0,5$  MPa zu  $22 \pm 1,9$  MPa) und der Verformungsweg um das ca. 5-Fache. Bei dem kohlefaserverstärkten PP ergab sich ein um 50 % geringerer E-Modul ( $2341 \pm 211$  MPa zu  $4529 \pm 337$  MPa) und 50 % geringere maximale Spannung  $\sigma_{\max}$  im Vergleich zum additiv gefertigten Probekörper ( $14 \pm 1,2$  MPa zu  $27 \pm 2,2$  MPa).



**Abbildung 21:** Kraft-Verformungskurven aus dem Zugversuch bei 1 mm/min von Zugprüfkörpern unterschiedlicher Materialien/Materialkombinationen.

Der große Unterschied der Eigenschaften kann durch die Herstellung und Orientierung der Kohlefasern bedingt sein. Dabei kommt es beim Ablegen der einzelnen Schichten zu einer Orientierung der Fasern quer zur Belastungsrichtung, zusätzlich verschlechtert sich dadurch die Anbindung der einzelnen Schichten, wodurch die Verringerung der mechanischen Eigenschaften der mit additiver Fertigung hergestellten Probekörper erklärt werden kann. Das Ergebnis für die Materialkombination aus PP-CF10/PP ( $\sigma_{\max}$  von 13 MPa) deckt sich mit dem des 3D-gedruckten PP-CF10, mit ähnlichen Kurvenverläufen und maximalen Spannungen ( $14 \pm 1,2$  MPa und  $13 \pm 1,8$  MPa) sowie ähnlichen E-Modulen ( $2341 \pm 211$  MPa und  $2261 \pm 265$  MPa). Bei der Materialkombination ist vor allem die Anbindung des PP an das PP-CF10 ausschlaggebend für die Eigenschaften des Verbundes. Bei der Betrachtung von PET-G konnten keine gepressten Probekörper zur Verfügung gestellt

werden. Der Kurvenverlauf zeigt einen typisch spröden Verlauf, mit einem steilen Anstieg und einer geringen Bruchdehnung. Die Ergebnisse aus dem Versuch mit den Werten aus dem Datenblatt verglichen und es ergab sich ein ca. 16 % niedrigerer E-Modul ( $1636 \pm 178$  MPa zu 1940 MPa), aber eine um 50 % reduzierte Spannung ( $25 \pm 2,6$  MPa zu 50MPa) beim additiv gefertigten Probekörper. Die berechneten Ergebnisse mit Standardabweichung für den Elastizitätsmodul  $E$ , der Festigkeit  $\sigma_{\max}$  und Bruchdehnung  $\epsilon_B$  sind in **Tabelle 7** zusammengefasst. Grundsätzlich zeigten alle additiv gefertigten Probekörper schlechtere mechanische Eigenschaften und geringere Kennwerte.

**Tabelle 7:** Zusammenfassung der Ergebnisse aus den Zugversuchen mit errechnetem E-Modul  $E$ , maximaler Spannung  $\sigma_{\max}$  und Bruchdehnung  $\epsilon_B$  mit Standardabweichung.

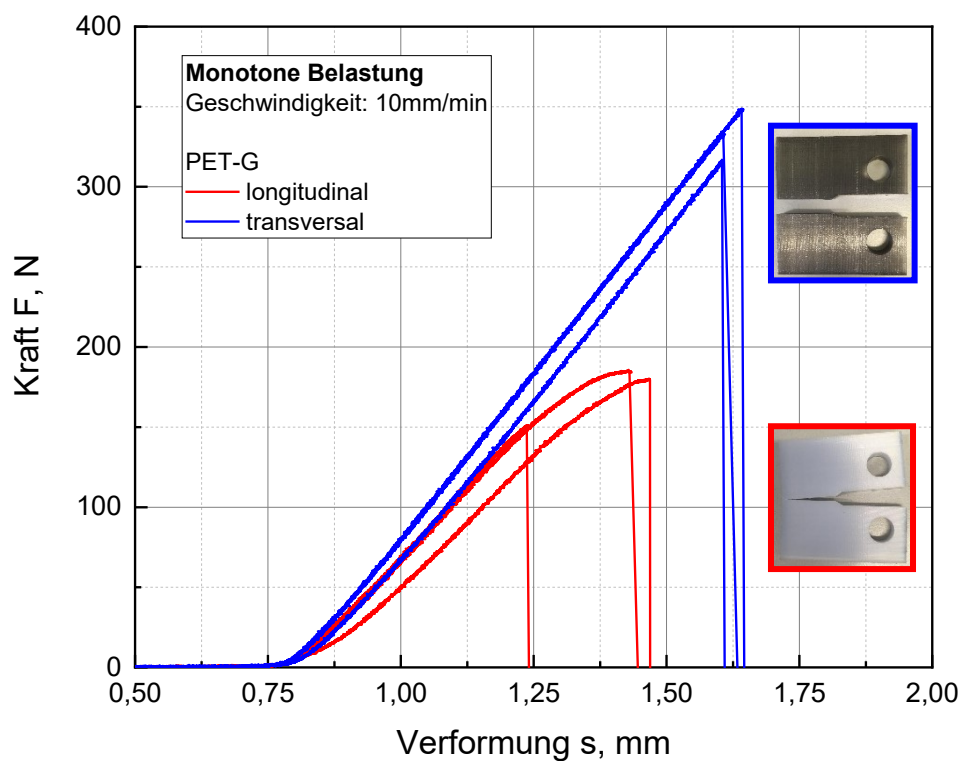
Material	E-Modul [MPa]	Festigkeit $\sigma_{\max}$ [MPa]	Bruchdehnung $\epsilon_B$ [%]
PP 3D	$903 \pm 84$	$22 \pm 1,9$	$7,2 \pm 0,8$
PP gepresst	$1151 \pm 102$	$26 \pm 0,5$	$26,5 \pm 1,0$
PP-CF10 3D	$2341 \pm 211$	$14 \pm 1,2$	$1,4 \pm 0,2$
PP-CF10 gepresst	$4529 \pm 337$	$27 \pm 2,2$	$2,1 \pm 0,4$
PP-CF10/PP 3D	$2261 \pm 265$	$13 \pm 1,8$	$1,1 \pm 0,2$
PET-G 3D	$1636 \pm 178$	$25 \pm 2,6$	$0,5 \pm 0,1$
PET-G Datenblatt	1940	50	

## 4.2 Linear elastische Bruchmechanik mit Auswertung der Zähigkeit und zyklischer Risswachstumskinetik

Zur Betrachtung der linear elastischen Bruchmechanik (LEBM) wurden quasi-statische Versuche zur Bestimmung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors  $K_{Ic}$  und der kritischen Energiefreisetzungsrate  $G_{Ic}$  durchgeführt. Zyklische Versuche wurden zur Bestimmung des Ermüdungsrisswachstums durchgeführt und resultieren in den typischen Diagrammen mit der Rissausbreitungsrate  $da/dN$  über dem anliegenden Spannungsintensitätsfaktor  $\Delta K$ .

#### 4.2.1 Auswertung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors $K_{Ic}$ und kritischer Energiefreisetzungsrates $G_{Ic}$

In **Abbildung 22** sind die Kraft-Weg-Kurven von PET-G mit den zwei verschiedenen Druckrichtungen, bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min dargestellt. Bei longitudinaler Anordnung verläuft die Kraft-Weg-Kurve linear mit einem Risswachstum meist zwischen zwei Druckschichten. Die Zähigkeit ist in diesem Fall hauptsächlich abhängig von der Druckqualität und dem Zusammenhalt der Einzelschichten. Die Kraft steigt bis maximal 190 N an.



**Abbildung 22:** Vergleich der Kraft-Verformungskurven aus dem Zugversuch bei 10 mm/min von additiv gefertigten CT-Prüfkörpern aus PET-G mit longitudinaler und transversaler Anordnung.

Die Kurven aus den Messungen des transversalen PET-G verlaufen linear und enden meist schlagartig. In diesem Fall breitet sich ein Riss normal zur Druckrichtung aus, wodurch die Zähigkeit stark vom Material und nicht primär von der Druckqualität abhängt. Das Resultat

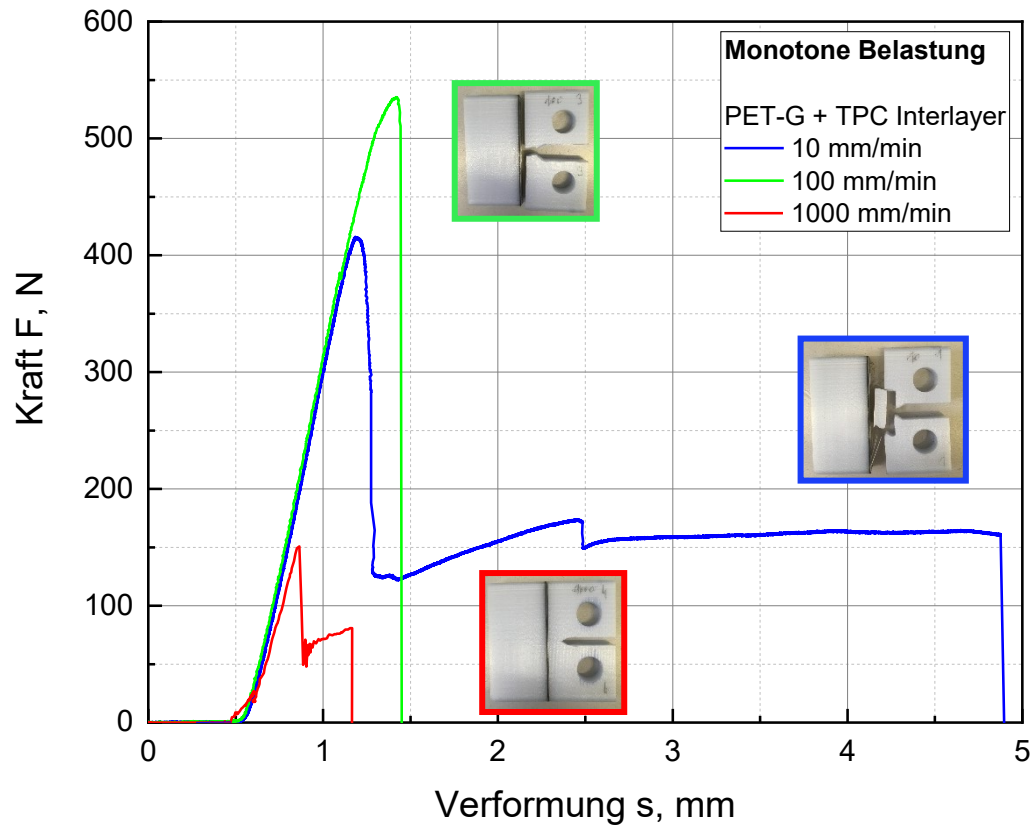
verdeutlicht sich in bis zu doppelten maximalen Kräften, bis zu 400 N. Die kritische Energiefreisetzungsrates  $G_{Ic}$  und der kritische Spannungsintensitätsfaktor  $K_{Ic}$  für die zwei verschiedenen Druckrichtungen sind in **Tabelle 8** zusammengefasst. Zusätzlich wurden die Ergebnisse nach Kriterien der LEBM-Validität geprüft.

**Tabelle 8:**  $K_{Ic}$  und  $G_{Ic}$  Werte für PET-G mit longitudinaler und transversaler Anordnung bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min.

Material	$K_{Ic}$ [MPam <sup>1/2</sup> ]	$G_{Ic}$ [kJ/m <sup>2</sup> ]	Validierung
PET-G L	0.91 ± 0,10	0.82 ± 0,30	✓
PET-G T	1.81 ± 0,08	2.04 ± 0,18	✓

Wenn eine Druckrichtung parallel zum eingeleiteten Riss (Längsriss) vorliegt, beträgt  $G_{Ic}$  0,82 ± 0,30 kJ/m<sup>2</sup> und  $K_{Ic}$  0,91 ± 0,10 MPam<sup>1/2</sup>. Andererseits führt eine Druckrichtung senkrecht zum Riss zu  $G_{Ic}$ - und  $K_{Ic}$ -Werten von 2,04 ± 0,18 kJ/m<sup>2</sup> und 1,81 ± 0,08 MPam<sup>1/2</sup>. Da sich der Riss leichter zwischen den einzelnen Druckschichten ausbreiten konnte, sind die verringerten Werte für PET-G L plausibel, insbesondere wenn der eingeleitete Riss bereits in der Region zwischen den Einzelschichten eingekerbt war. Auch aus den Zugversuchen war ersichtlich, dass die Anordnung der Einzelschichten senkrecht zur Belastungsrichtung in niedrigeren Werten resultierte. Nach [26] liegt der  $G_{Ic}$ -Wert einer festen PET-G-Probe je nach Kerbtechnik zwischen 2 und 4 kJ/m<sup>2</sup> und der  $K_{Ic}$ -Wert zwischen 2 und 3 MPam<sup>1/2</sup>, was den errechneten Werten vom transversal gedruckten Probekörper entspricht.

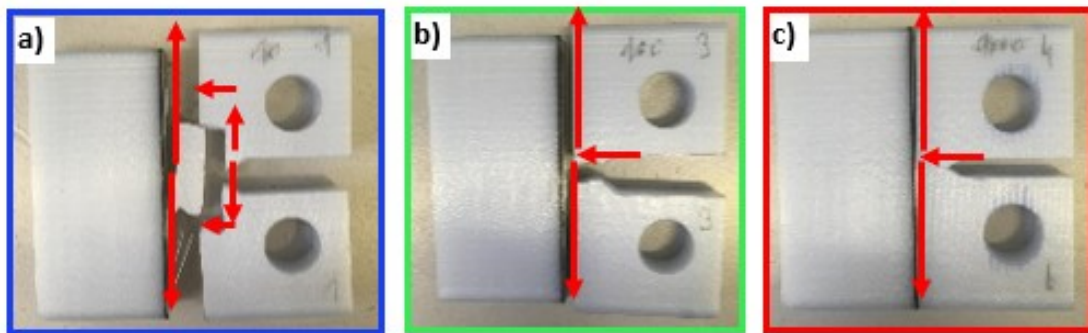
Die resultierenden Kraft-Weg-Kurven für PET-G mit TPC-Zwischenschicht, die bei drei verschiedenen Geschwindigkeiten getestet wurden, sind in **Abbildung 23** zusammengefasst. Die Probekörper delaminierten im Bereich der TPC-Schicht, unabhängig von der Testgeschwindigkeit. Die maximale Kraft steigt von 416 N (10 mm/min) auf 535 N (100 mm/min) und sinkt mit zunehmender Prüfgeschwindigkeit auf 151 N (1000 mm/min).



**Abbildung 23:** Kraft-Verformungskurven aus dem Zugversuch von CT-Prüfkörpern aus PET-G mit einem TPC Interlayer bei unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten, 10 mm/min, 100 mm/min und 1000 mm/min.

Die Rissausbreitung beim Versuch mit 10 mm/min (siehe **Abbildung 24a**) erfolgte anfangs parallel zur Belastungsrichtung (somit senkrecht zur eingebrachten Kerbrichtung), wobei sich die Richtungen beider Risse ab einem gewissen Punkt änderte. Bis zur Zwischenschicht erfolgte ein Risswachstum senkrecht zur Zugrichtung und endete in der Delamination an dem TPC-Interlayer und einem Ausbrechen eines Probekörperstücks. Da ein Riss schneller verlief als der andere, fiel die Kraft nicht vollständig auf 0 und die Ausbreitung des zweiten Risses wurde aufgezeichnet. Dieser Versuch konnte somit nicht nach LEBM validiert werden. Bei 100 mm/min sowie bei 1000 mm/min breitete sich der Riss linear bis zur TPC Zwischenschicht aus (siehe **Abbildung 24b** und **Abbildung 24c**), wobei es bei beiden Versuchen zu einer Delamination am Interlayer kam. Bei der Kraft-Weg-Kurve, gemessen bei 1000 mm/min, ergaben sich aus dem Kraftabfall, aufgrund der Delamination und einem unvollständigen Riss, zwei Kraftmaxima.





**Abbildung 24:** Rissfortschritt bei den unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten **a)** 10mm/min **b)** 100 mm/min **c)** 1000 mm/min.

$G_{Ic}$  reduziert sich von 2,04 auf 0,69 kJ/m<sup>2</sup> und  $K_{Ic}$  von 1,81 auf 1,43 MPam<sup>1/2</sup>, wenn eine TPC-Schicht hinzugefügt wurde. Trotz der höheren maximalen Kraft, die mit der PET-G Probe einschließlich einer TPC-Zwischenschicht erreicht wurden, verringert sich der  $K_{Ic}$ -Wert (siehe **Tabelle 9**).

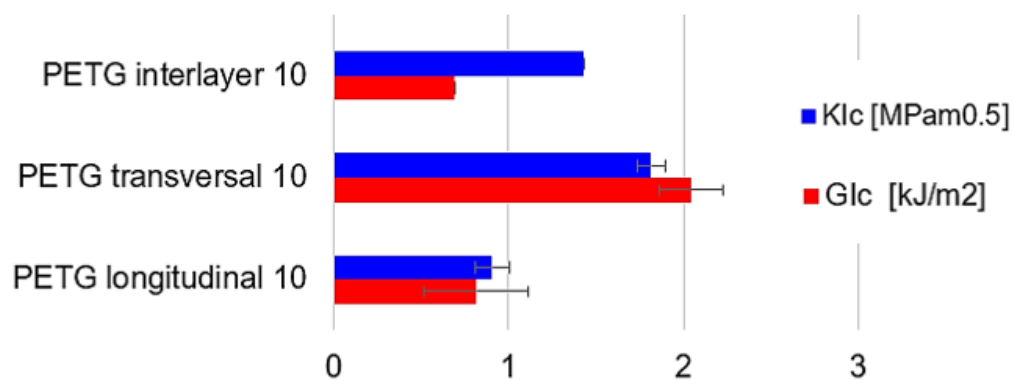
**Tabelle 9:**  $K_{Ic}$  und  $G_{Ic}$  Werte für den Mehrschichtverbund aus PET-G/TPC bei unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten, 10 mm/min, 100 mm/min und 1000 mm/min.

Material	$K_{Ic}$ [MPam <sup>1/2</sup> ]	$G_{Ic}$ [kJ/m <sup>2</sup> ]	Validierung
PET-G + TPC 10 mm/min	1.43	0.69	X
PET-G + TPC 100 mm/min	1.74	1.91	✓
PET-G + TPC 1000 mm/min	0.51	0.36	✓

Im Vergleich zum Einzelmaterial mit transversaler Anordnung, PET-G T besitzt der Multischichtverbund eine geringere Beständigkeit gegen Rissausbreitung und es kam insbesondere durch die schlechte Kohäsion zwischen TPC und PET-G zu geringeren Gesamteigenschaften und zu einer Delamination an der Zwischenschicht. Durch den in **Kapitel 2.3.3** beschriebenen Effekt der Materialinhomogenität, kommt es beim Übergang von einem steifen zu einem weichen Material zu einer Steigerung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit und zu einer höheren Belastung. Aufgrund der Delamination und der Ablenkung des Risses und somit keiner Rissausbreitung in der

Zwischenschicht, konnte der gegensätzliche Effekt (Abschirmungseffekt) nicht ausgenutzt und somit das Gegenteil mit einer Verschlechterung der Materialeigenschaften bewirkt werden.

Aufbauend auf den Ergebnissen der Versuche mittels CT-Prüfkörper, die aufgrund der Anordnung der Einzelschichten und der Belastungsrichtung in Zugrichtung, keine Aussagen über den Einfluss der Zwischenschicht auf den Gesamtverbund treffen konnte, sollten weitere Versuche mit anderen Probekörpern (SENB) und unter Biegebelastung durchgeführt werden. Zu den Ergebnissen der bruchmechanischen Untersuchungen an SENB folgt mehr in **Kapitel 4.3**. In **Abbildung 25** sind alle  $K_{Ic}$  und  $G_{Ic}$  mit deren Standardabweichung aller monotonen Versuche bei 10 mm/min, zusammengefasst.

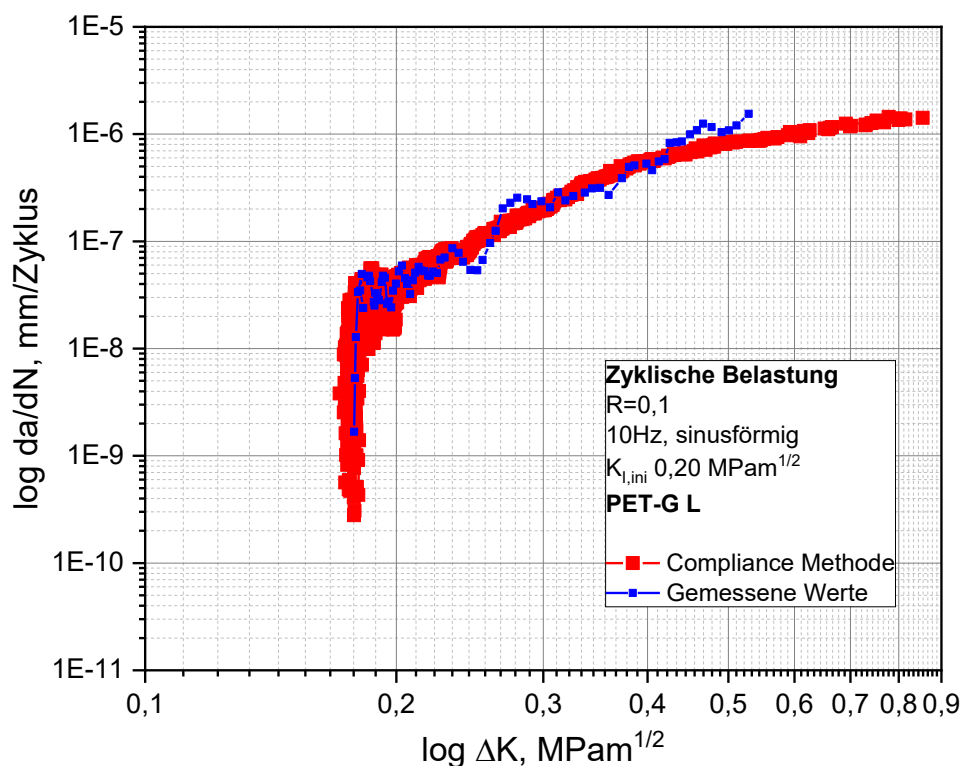


**Abbildung 25:** Vergleich der  $K_{Ic}$ -Werte und  $G_{Ic}$ -Werte für alle PETG-Kombinationen mit berechneten Standardabweichungen.

Mit Hilfe der Ergebnisse der quasi-statischen Versuche des reinen PET-G T und PET-G L konnte das Bruchverhalten von additiv gefertigten Bauteilen untersucht und Aufschluss über den Einfluss der Druckrichtung auf das Materialverhalten und deren Eigenschaften getroffen werden. Bedingt durch den Prüfaufbau, der schnellen monotonen Belastung dem Effekt der Inhomogenität und der damit einhergehenden Delamination an der Zwischenschicht, sollten Versuche durchgeführt werden, die ein langsames Risswachstum bewirken, um somit den Einfluss des Interlayers untersuchen zu können. Im nachfolgenden **Kapitel 4.2.2** wird die zyklische Belastung von CT-Prüfkörpern, der Versuchsaufbau und deren Ergebnisse betrachtet.

#### 4.2.2 Auswertung des Ermüdungsrisswachstums $da/dN$ über $\Delta K$

Am Beispiel einer PET-G L Probe wurde die „Compliance“-Methode mit der Sekanten-Methode (manuelles Messen) bei einem  $K_{I,ini}$ -Wert von  $0,20 \text{ MPam}^{1/2}$  verglichen. In **Abbildung 26** werden die Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums der manuell gemessenen Werte mit den mittels „Compliance“-Methode berechneten Werten, für das Material PET-G L gezeigt. Beide Kurven beginnen mit dem gleichen anfänglichen  $\Delta K$ -Wert von ca.  $0,18 \text{ MPam}^{1/2}$ , wobei die „Compliance“-Methode über den gesamten Messbereich deutlich mehr Messpunkte aufweist als die manuelle Methode. Beide Kurven zeigen eine Ansammlung von Messpunkten im Bereich von  $\Delta K$  mit  $0,2 \text{ MPam}^{1/2}$ . Bedingt durch die sehr geringen Werte und der begrenzten Auflösung in diesem Bereich kam es zu diesen hohen Streuungen. Anschließend zeigen beide Kurven eine nahezu idente Steigung bis zu einem Wert von  $0,5 \text{ MPam}^{1/2}$ . Ab diesem Punkt beginnen sich die Kurven zu unterscheiden, was durch die Tatsache erklärt wird, dass die Rissausbreitung schneller wurde und daher das manuelle Ablesen immer schwieriger und ungenauer wurde.

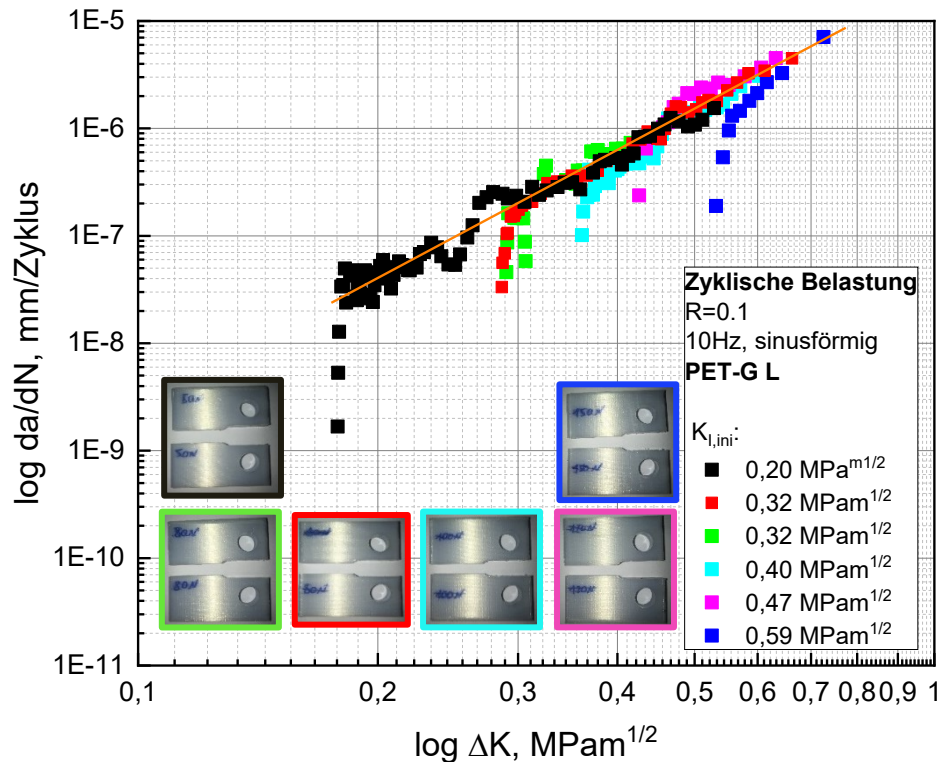


**Abbildung 26:** Vergleich der Sekanten-Methode Rissausbreitungs-Messung mit der „Compliance“-Methode von PET-G in longitudinaler Anordnung, bei einem  $K_{I,ini}$  von  $0,2 \text{ MPa}^{1/2}$ .

Die Kurven sollten einen abrupten Anstieg von  $da/dN$  ab einem bestimmten Punkt von  $\Delta K$  bis zum Kritischen Wert  $\Delta K_c$  haben [9, Seite 190], wobei die genauen Auswirkungen am Ende der Kurven aufgrund des plötzlichen Bruchs nicht untersucht werden konnten. Beide Kurven enden mit einem unterschiedlichen  $\Delta K$ -Wert. Der Endwert der manuellen Messung liegt bei einem  $\Delta K_c$  von ca.  $0,52 \text{ MPam}^{1/2}$ . Der Endwert der „Compliance“-Methode ist aufgrund der Anzahl der Messwerte, der Interpolation, mehrmaligem Glätten und Anpassen deutlich höher und beträgt ca.  $0,9 \text{ MPam}^{1/2}$ .

Trotz der vielen Faktoren, die die Anwendung der „Compliance“-Methode beeinflussen, insbesondere das wiederholte Anpassen und Glätten sowie die Verwendung ausgewerteter Fits mit hohen Standardabweichungen, liefert sie nützliche Ergebnisse. Die „Compliance“-Methode hat den Vorteil, dass deutlich mehr Messpunkte zur Verfügung stehen, in der Praxis würde dies bedeuten, dass nur wenige Messpunkte für die Risslänge  $a$  aufgezeichnet werden müssen und die „Compliance“-Methode den Rest der Punkte liefern könnte. Im Zuge dieser Arbeit wurde diese Methode für die Auswertung jedes zyklischen Versuches angewendet. Die zyklischen Versuche jedes Materials wurden bei unterschiedlichen  $K_{I,ini}$ -Werten durchgeführt. Diese Werte wurden mit den Probekörperabmaßen und einzustellenden Kräften ( $F_{max}$  und  $F_{min}$ ) bestimmt. Die Versuchsserien wurden mit hohem Kraftniveau (hohen  $K_{I,ini}$  Werten) begonnen. Diese führten zu niedrigen Versuchszeiten und einem schnellen Versagen der Prüfkörper. Die Anfangswerte wurden sukzessive reduziert, um Aussagen über das Materialverhalten bei höheren Zykluszahlen zu erhalten. Die Einzelkurven der zyklischen Versuche mit unterschiedlichen  $K_{I,ini}$  Werten für das PET-G L sind in **Abbildung 27** zusammengefasst. Die Versuche wurden mit unterschiedlichen Kraftniveaus und damit mit unterschiedlichen  $K_{I,ini}$ -Werten durchgeführt, beginnend mit dem höchsten von Wert von  $0,59 \text{ MPam}^{1/2}$ . Die Belastung wurde Schritt für Schritt reduziert bis ein  $K_{I,ini}$  Wert von  $0,2 \text{ MPam}^{1/2}$  verwendet wurde. Jede Einzelkurve beschreibt eine Initiierungsphase, in der die Rissausbreitungsgeschwindigkeit langsam begann und anschließend schnell anstieg, bis sich ein konstantes Risswachstum einstellte. Alle Kurven verlaufen in eine gleiche lineare Steigung, die sogenannte „Paris-Erdogan-Gerade“ [12 Seite 254]. Diese konstante Rissausbreitung setzt sich bis zu einem kritischen Wert, also bis zum Bruch fort. Die Endwerte für  $\Delta K$  liegen bei ca.  $0,75 \text{ MPam}^{1/2}$ . Die Effekte am Ende der

Versuche konnten nicht genau bestimmt werden, da es ab einem gewissen Punkt zu einem spröden Bruch der Probekörper kam.

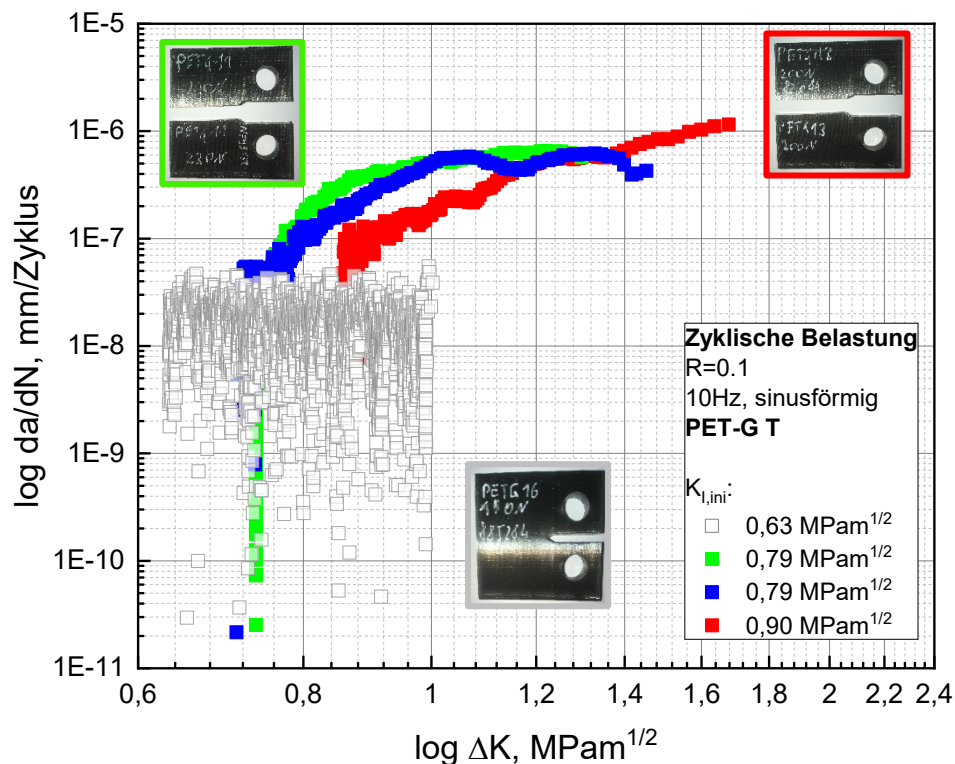


**Abbildung 27:** Zusammenlegung der Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums (bei zyklischer Beanspruchung) von CT-Prüfkörpern aus PET-G mit longitudinaler Anordnung bei unterschiedlichen  $K_{1,ini}$ -Werten.

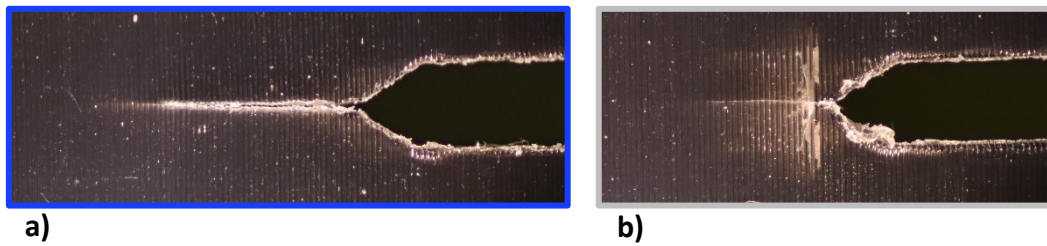
Aufgrund der longitudinalen Anordnung der Einzelschichten kam es zu einem linearen Risswachstum, wobei die Risse meist in der Zwischenschicht zweier Schichten verliefen. Die Eigenschaften werden maßgeblich durch die Druckqualität und der Verschmelzung der Einzelschichten bei der Herstellung bestimmt. Grundsätzlich ergab sich eine Gesamtkurve mit einem linear steigenden Verlauf, resultierend in einem aussagekräftigen Ergebnis des Rissverhaltens und Ermüdungsrisswachstums von PET-G in longitudinaler Anordnung.

Die Einzelkurven der zyklischen Versuche mit unterschiedlichen  $K_{1,ini}$ -Werten für das PET-G T sind in **Abbildung 28** zusammengefasst. Die Versuche wurden bei 3 verschiedenen  $K_{1,ini}$ -Werten mit 0,90 MPa<sup>m</sup><sup>1/2</sup>, 0,79 MPa<sup>m</sup><sup>1/2</sup> und 0,63 MPa<sup>m</sup><sup>1/2</sup> durchgeführt. Der Verlauf

der Einzelkurven zeigt eine Initiierungsphase aber einem ungleichen Verlauf und mit keiner Ausprägung einer „Paris Erdogan Geraden“. Bei optischen Aufzeichnungen wurde festgestellt, dass sich Risse Schicht für Schicht linear durch den Probekörper ausbreiten (siehe **Abbildung 29a**). Dabei wuchs der Riss zunächst in eine Schicht, ca.  $\frac{1}{4}$  von der Einzelschichtbreite hinein, mit einem anschließenden Stopp des Risswachstums. Der Riss verweilte eine gewisse Zeit in dieser Position, bis der Riss schlagartig die Einzelschicht durchdrang. Dieser Vorgang wiederholte sich, bis der gesamte Probekörper spröde versagte. Unterhalb einer gewissen Belastung kam es zu einer Rissbildung in mehrere Richtungen (siehe **Abbildung 29b**). Hierbei reichte die Belastung nicht aus, um einen linearen Riss durch den Probekörper zu bewirken und das Risswachstum in mehrere Richtungen war begünstigt. Dies zeigt sich im Ergebnis für den Versuch mit einem  $K_{I,ini}$ -Werten von  $0,63 \text{ MPam}^{1/2}$ , mit einer Wolke aus Einzelwerten, ohne erkennbaren Trend.

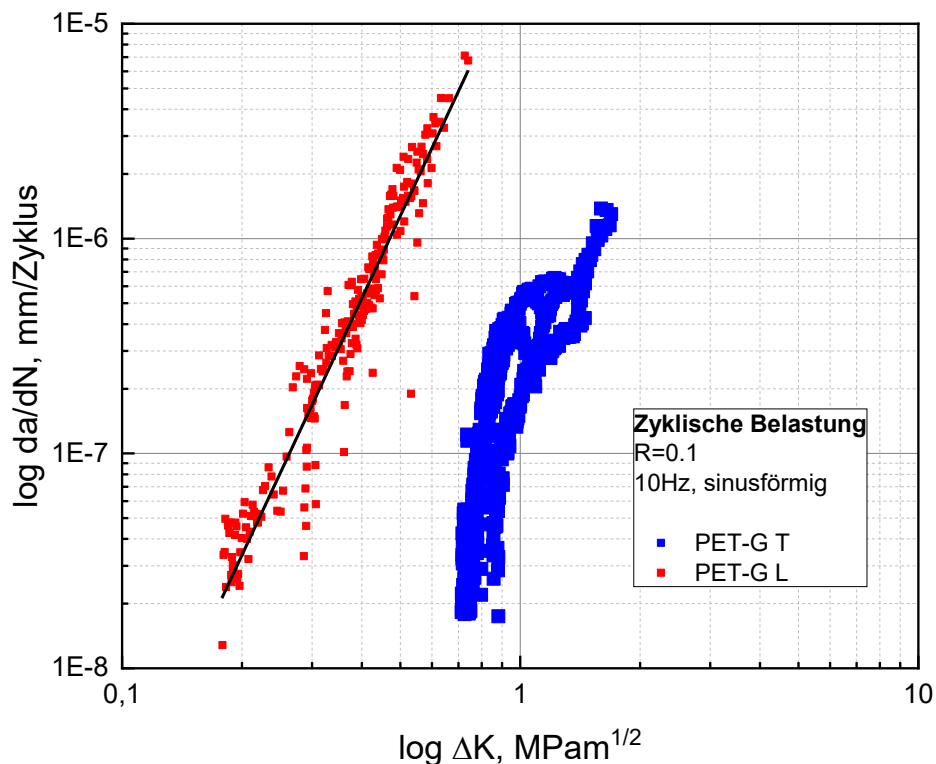


**Abbildung 28:** Zusammenlegung der Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums (bei zyklischer Beanspruchung) von CT-Prüfkörpern aus PET-G mit transversaler Anordnung bei unterschiedlichen  $K_{I,ini}$ .



**Abbildung 29:** Darstellung des Rissfortschritts von PET-G T bei einem  $\Delta K_{i,ini}$  von **a)**  $0,79 \text{ MPam}^{1/2}$  **b)**  $0,63 \text{ MPam}^{1/2}$ .

Zur Veranschaulichung des Einflusses der Druckrichtung auf das Ermüdungsrisswachstums sind alle Kurven, ausgenommen der Kurven bei unklarem Risswachstum von PET-G L und PET-G T, in **Abbildung 30** dargestellt. Wobei der Vergleich der Ergebnisse des longitudinalen PET-G L zu den des PET-G T deutlich unterschiedliche  $\Delta K$ -Werte.

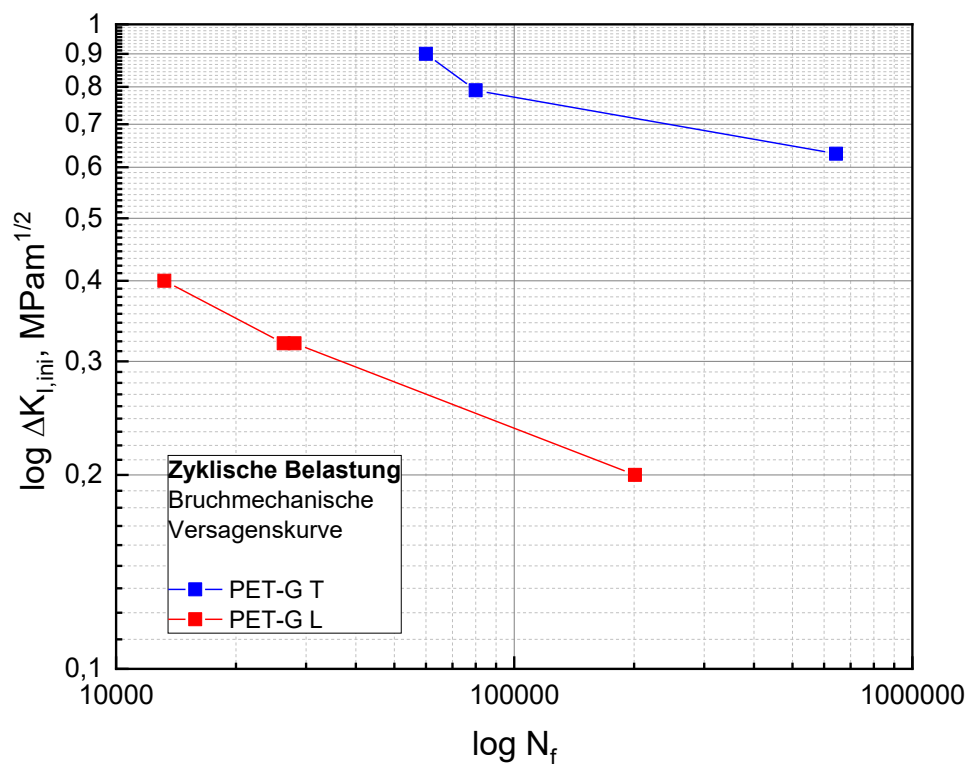


**Abbildung 30:** Vergleich der Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums von PET-G mit longitudinaler und transversaler Anordnung.

Die Kurve von PET-G L verläuft von einem  $\Delta K$ -Wert  $0,18 \text{ MPam}^{1/2}$  bis zu einem kritischen Wert von  $0,75 \text{ MPam}^{1/2}$ . Wohingegen das transversale PET-G erst bei einem  $\Delta K$ -Wert von  $0,63 \text{ MPam}^{1/2}$  startet und bis ca.  $1,8 \text{ MPam}^{1/2}$  ansteigt. Wie schon beschrieben, verläuft der Riss beim PET-G L in der Zwischenschicht zweier Einzelschichten. Wie schon bei den Zugversuchen festgestellt werden konnte, sind die mechanischen Eigenschaften der longitudinalen Anordnung geringer und von der Druckqualität der additiven Fertigung abhängig. Die Rissausbreitung beim PET-G T erfolgt durch jede Schicht einzeln, wobei es dabei zu einem ständigen Rissinitiieren an jeder Einzelschicht kam. Aufgrund des unterschiedlichen Rissverhaltens bei transversaler Anordnung hängt die Rissbeständigkeit von der Druckqualität und sehr stark vom Grundmaterial PET-G ab. Die Gesamtkurve des longitudinalen PET-G ist deutlich linear und die Einzelkurven verlaufen ineinander. Der Verlauf der Kurve für PET-G T ist nicht linear und weist Streuungen aufgrund der unterschiedlichen Rissdynamik auf. Grundsätzlich weist das PET-G T durchgehend höhere  $\Delta K$ -Werte auf, resultierend in einem kritischen  $\Delta K$ -Wert, für PETG-T von  $1,8 \text{ MPam}^{1/2}$  und einem weniger als halben Wert für PET-G L von  $0,75 \text{ MPam}^{1/2}$ . Grundsätzlich hat ein Material im rechten unteren Bereich des  $da/dN$ - $\Delta K$ -Diagramms deutlich bessere Materialeigenschaften und Widerstand gegen Rissausbreitung, was in diesem Fall auf das transversale PET-G T zutrifft [9].

Zusätzlich zum Vergleich des Ermüdungsrisswachstums in **Abbildung 30** wurden die  $K_{I,ini}$ -Werte über der Anzahl der kritischen Zykluszahl  $N_f$  bei longitudinaler und transversaler Anordnung aufgetragen, um eine zyklische Versagenskurve zu erhalten (siehe **Abbildung 31**). Werte unterhalb von 10.000 Zyklen wurden bei der Versagenskurve nicht betrachtet. Der Verlauf des longitudinalen PET-G beginnt mit einem  $K_{I,ini}$ -Wert von ca.  $0,40 \text{ MPam}^{1/2}$  und einer kritischen Zykluszahl von ca. 14.000 Zyklen, endet bei  $0,2 \text{ MPam}^{1/2}$  und 200.000 Zyklen. Die Kurve verläuft linear abfallend in der doppelt logarithmischen Darstellung. Der Vergleich des Endwerts der longitudinalen Kurve mit 200.000 Zyklen und einem  $K_{I,ini}$ -Wert von  $0,20 \text{ MPam}^{1/2}$  zeigt einen mehr als 3-fach höheren Wert von  $0,73 \text{ MPam}^{1/2}$  der transversalen Anordnung. Schlussfolgernd spielen auch beim zyklischen Versagen die Anordnung der Druckrichtung und Druckqualität eine entscheidende Rolle in Bezug zu den bruchmechanischen Eigenschaften.

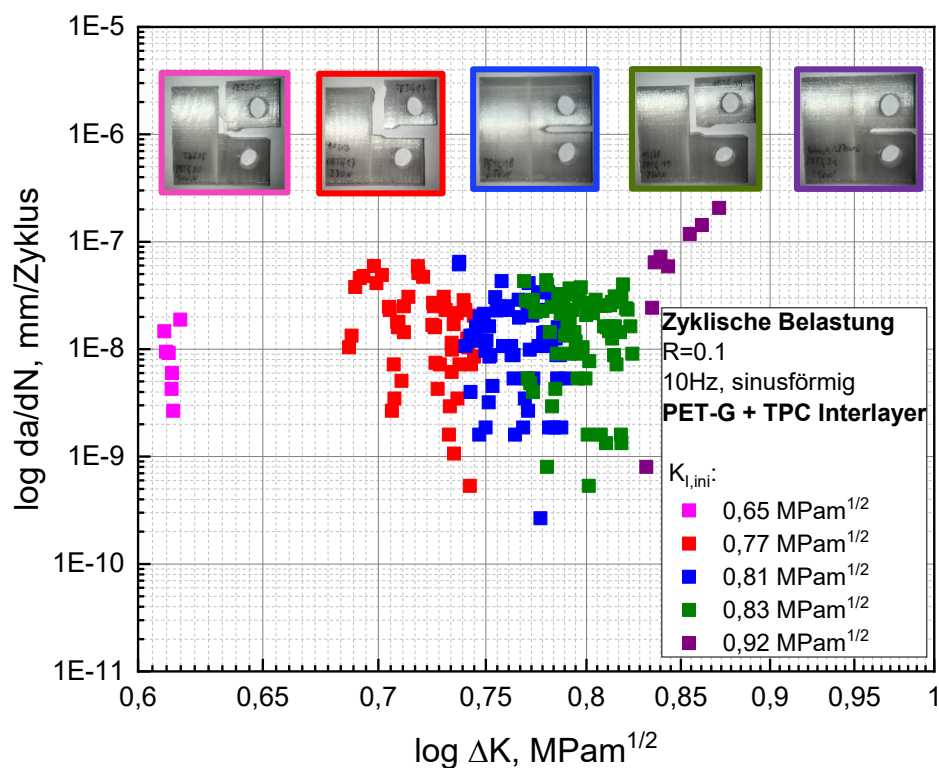




**Abbildung 31:** Vergleich der  $K_{I,ini}$ -Werte über der Anzahl der Belastungszyklen von PET-G mit longitudinaler und transversaler Anordnung.

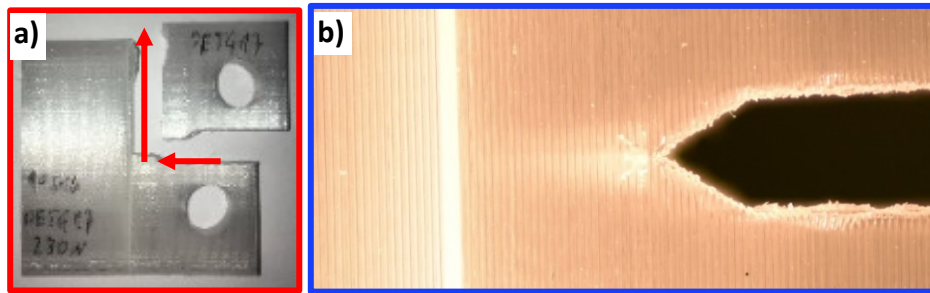
Zur Überprüfung des Einflusses einer weichen Zwischenschicht auf das Materialverhalten eines grundsätzlich spröden Materials wurden ebenfalls zyklische Versuche an Mehrschichtprobekörpern durchgeführt. Durch die Anordnung der Zwischenschicht normal zur Prüfrichtung liegt der Gesamtverbund in transversaler Anordnung vor. Anzumerken ist, dass keine Probekörper mit Kombination aus transversaler Zwischenschicht und longitudinalem Grundmaterial hergestellt werden konnten. Die Zusammenfassung aller Kurven, ausgenommen der Kurven bei unklarem Risswachstum des Multischichtverbundes aus PET-G T mit TPC Interlayer, sind in **Abbildung 32** dargestellt. Bei diesem Versuch wurde wie bei den zuvor beschriebenen zyklischen Versuchen vorgegangen, wobei die Probekörper zunächst mit hohen und darauf mit immer niedrigen K-Werten belastet wurden. Zu Beginn mit einem  $K_{I,ini}$  Wert von  $0,92 \text{ MPam}^{1/2}$ ; welcher sukzessive auf  $0,65 \text{ MPam}^{1/2}$  reduziert wurde. Diese erhaltenen Werten sind fast ident mit denen vom reinen PET-G in transversaler Anordnung ( $0,90 \text{ MPam}^{1/2}$  und  $0,63 \text{ MPam}^{1/2}$ ). Die Ähnlichkeit ist durch dieselbe Anordnung der Einzelschichten des PET-G im

Gesamtverbund erklärbar. Bedingt durch das Bruchverhalten, kam es bei einigen Probekörpern zu einem spröden und schnellen Riss bis zur Zwischenschicht mit einem senkrechten Risswachstum entlang dieser Schicht bis zum Probenende (siehe **Abbildung 33a**). Der Riss breitete sich, wie schon beim reinen PET-G T, bei zu geringer Belastung in mehrere Richtungen aus, mit keinem vollständigen Bruch des Probekörpers (siehe **Abbildung 33b**). Dieses ungeordnete Risswachstum spiegelt sich in den Ergebnissen wider, wobei sich bei jedem Versuch nur eine Wolke aus Messwerten, mit undefiniertem Ermüdungsriss-wachstum ergab.



**Abbildung 32:** Zusammenlegung der Ergebnisse des Ermüdungsrisswachstums (bei zyklischer Beanspruchung) von CT-Prüfkörpern aus PET-G mit transversaler Anordnung und TPC-Interlayer bei unterschiedlichen  $K_{1,ini}$ -Werten.

Generell konnte ein Riss, nie in die Zwischenschicht eindringen, stattdessen delaminierte der Verbund an der Zwischenschicht und der Riss wurde, an dieser nach oben bis zum Probenende, abgelenkt. Die Anbindung der zwei unterschiedlichen Materialien reichte nicht aus, um einen Riss linear durch das Material zu bewirken. Grundsätzlich zeigte sich



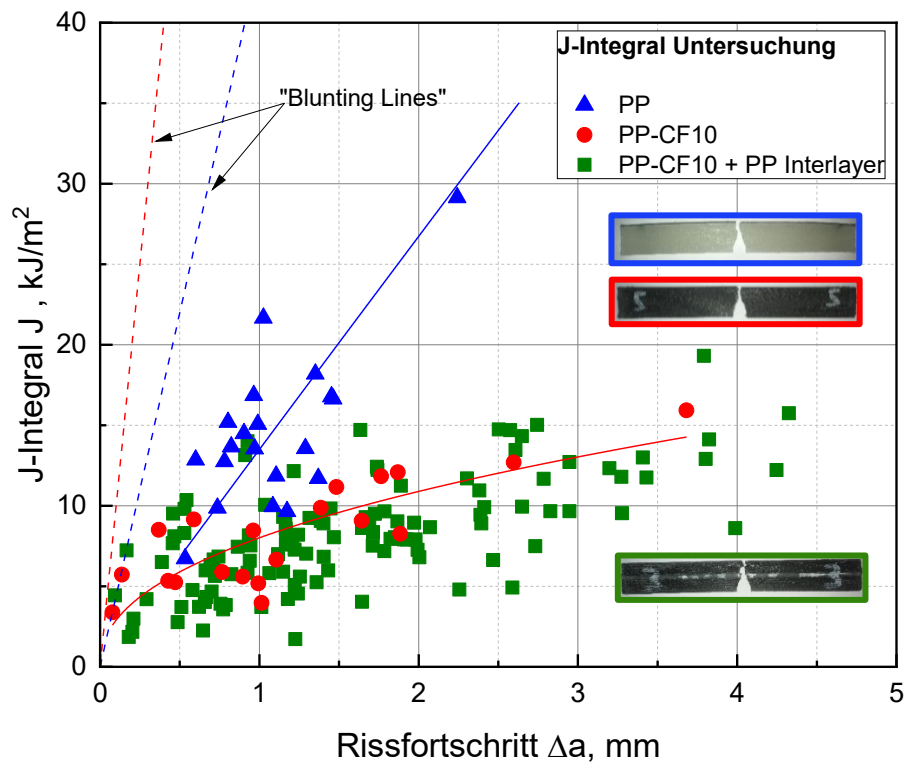
**Abbildung 33:** Darstellung des Rissfortschritts von PET-G T mit TPC Interlayer bei einem  $K_{I,ini}$  von **a)**  $0,77 \text{ MPam}^{1/2}$  und **b)**  $0,81 \text{ MPam}^{1/2}$ .

ein ähnliches Materialverhalten wie bei den quasi-statischen Belastung und auch hier kann der Effekt der Inhomogenität dafür verantwortlich gemacht werden. Mit dieser Prüfanordnung, mittels zyklischer Belastung an CT-Prüfkörpern konnte der Einfluss einer weichen Zwischenschicht und eine Verbesserung der Materialeigenschaften eines Multischichtverbunds nicht untersucht werden. Somit wurde eine andere Prüfmethode mit der elastisch plastischen Bruchmechanik (Druckbelastung an SENB Prüfkörpern) und der Bestimmung des J-Integrals herangezogen.

### 4.3 Elastisch plastische Bruchmechanik mit Auswertung des J-Integrals J

Die Auswertung der Versuche zur Bestimmung elastisch plastischer Bruchmechanismen wurde mittels J-Integral J und dabei mit der Vielkörper-Methode („multi specimen method“) an Mehrschichtprobekörpern durchgeführt [35]. Die Versuche wurden an additiv gefertigten Probekörpern an Einzelmaterialien (PP, PP-CF10 und PET-G) und an 2 unterschiedlichen Materialkombinationen durchgeführt. Einerseits einer Kombination aus Materialien mit ähnlichen Eigenschaften, Polypropylen (PP) mit einem 10 % Kohlefaser verstärktem Polypropylen (PP-CF10) [27]. Andererseits mit einer Materialkombination aus deutlich unterschiedlichen Materialien, mit einem spröden PET-G und einer weichen Zwischenschicht aus TPC. Die Risszähigkeit J-Integral J wurde als Funktion des Rissfortschritts  $\Delta a$ , mit zusätzlicher „blunting line“ dargestellt [21, 24]. Zur Vergleichbarkeit wurden die Risslängen  $\Delta a$  über die Prüfzeit t abgebildet.

In **Abbildung 34** ist die Risszähigkeit für die Einzelmaterialien PP und PP-CF10 und der ersten Materialkombination PP-CF10/PP abgebildet. Das reine Polypropylen zeigt bei steigendem Rissfortschritt eine höhere Zähigkeit als das verstärkte PP-CF10, was zu erwarten war, da die zugegebenen Kohlefasern zwar einen mechanisch verstärkenden, aber auch einen versprödenden Effekt haben [24]. Die „blunting line“ des steiferen Materials PP-CF10 ist steiler als die des reinen Polypropylens, da das Grundmaterial eine höhere Festigkeit hat. Zusätzlich wurde die Position des Interlayers variiert, wobei die gesamten Ergebnisse für die Materialkombination in der der J- $\Delta a$  Kurve zusammengefasst sind. Dabei ist ersichtlich, dass die Position, außer auf die Streuung der Messergebnisse, keinen signifikanten Einfluss auf die Risszähigkeit bewirkte [26].

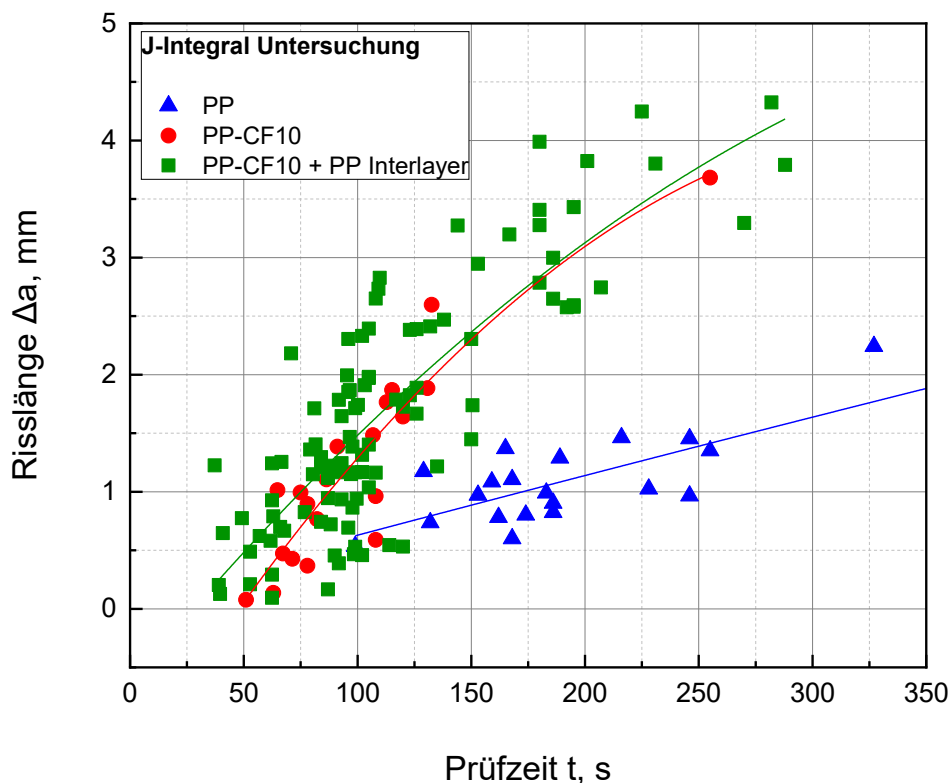


**Abbildung 34:** Vergleich der Ergebnisse der J-Integralkurven von PP, PP-CF10 und einem Multischichtverbund aus PP-CF10 mit PP-Interlayer.

Der Verlauf der Risszähigkeit des Mehrschichtverbundes ist fast ident zu dem des verstärkten PP-CF10, resultierend in der die Annahme, dass die Zwischenschicht keine Verbesserung der Eigenschaften des Gesamtverbundes bewirken konnte. Dies könnte

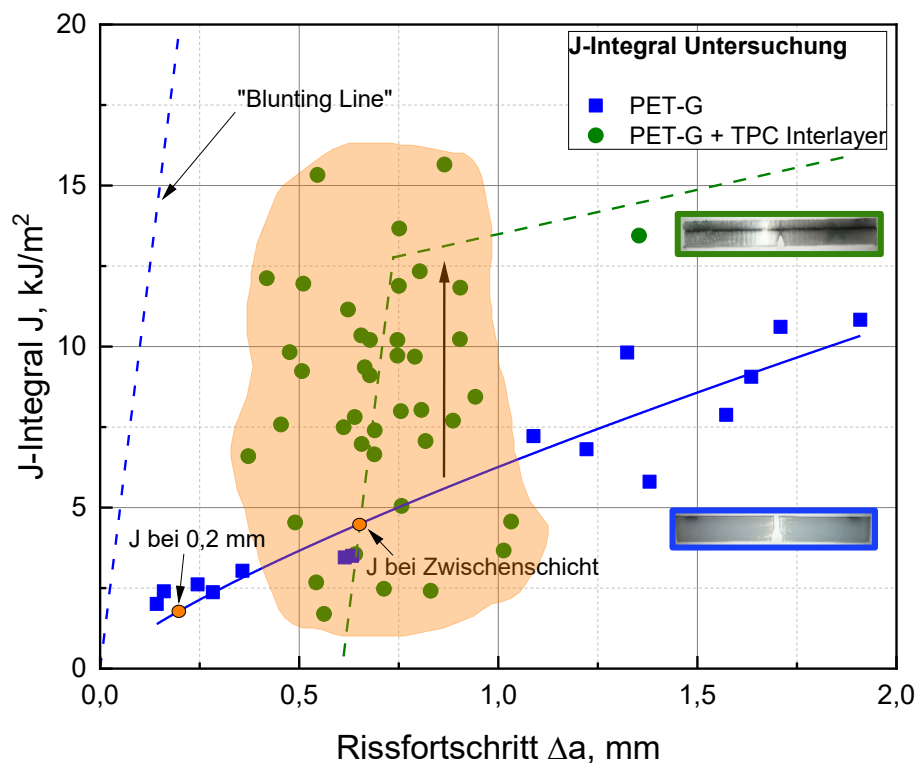
dadurch erklärt werden, dass sich der Riss vor dem Interlayer und danach nur im PP-CF10 ausbreitete und nicht in die Zwischenschicht eindringen konnte. Ebenfalls kam es zu einer Delamination an der Zwischenschicht der unterschiedlichen Materialien, wodurch der Einfluss des weichen Interlayers auf das Gesamtmaterialverhalten nicht genau bestimmt werden konnte.

Für ein besseres Verständnis des Rissfortschritts, beschreibt **Abbildung 35** den Verlauf der Risslänge  $\Delta a$  über der Prüfdauer  $t$  für die Einzelmaterialien PP und PP-CF10 und den Multischichtverbund PP-CF10/PP. Die  $\Delta a$ - $t$  Kurve für das reine PP verläuft deutlich flacher als die der beiden anderen, wobei sich ein langsames Risswachstum widerspiegelt, resultierend in höheren Zähigkeitswerten. Über eine Prüfdauer von ca. 300 Sekunden ergab sich für das reine PP nur die halbe Risslänge  $a$  (Vergleich 2 mm zu 4 mm). Wie schon beim Verlauf der  $J$ - $\Delta a$  Kurve, sind die Kurven für das reine PP-CF10 und dem PP-CF10/PP Verbund fast ident, was die Aussage bestätigt, dass die dünne Zwischenschicht keinen Einfluss auf die Risseigenschaften des Verbunds hatte.



**Abbildung 35:** Vergleich der Risslängen  $\Delta a$  über die Prüfdauer  $t$  von PP, PP-CF10 und einem Multischichtverbund aus PP-CF10 mit PP-Interlayer.

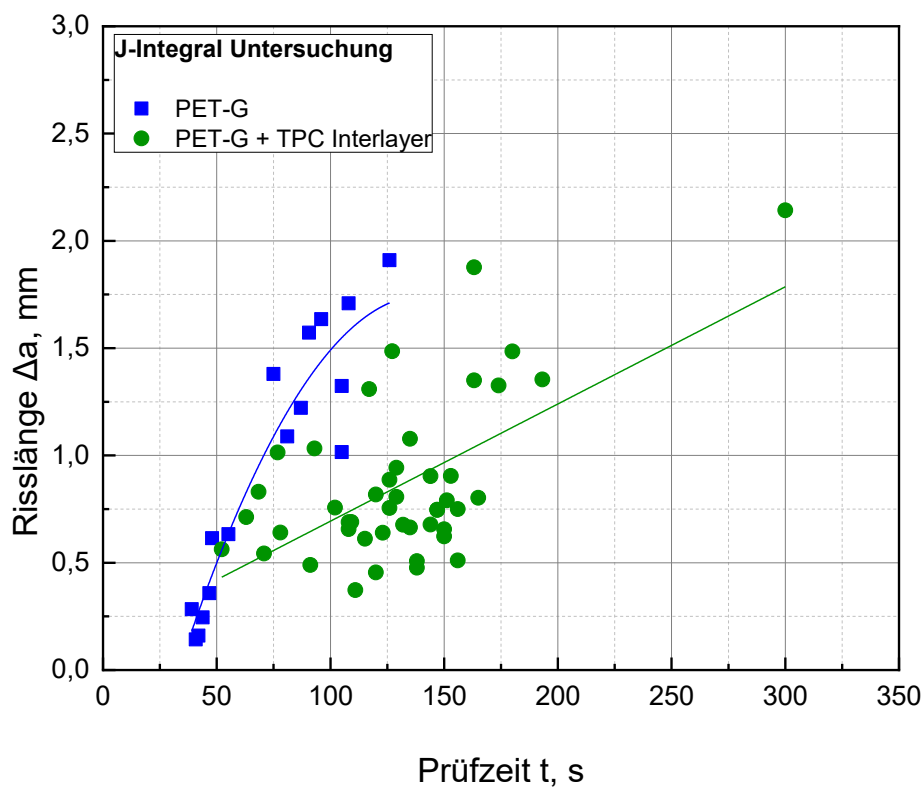
Die Darstellung der Risszähigkeit der zweiten Materialkombination (siehe **Abbildung 36**), zeigt im Gegensatz dazu einen deutlicheren Einfluss der weichen Zwischenschicht auf das gesamte Materialverhalten. Während das spröde PET-G einen klassischen Verlauf beschreibt, zeigt die Kurve des Mehrschichtaufbaus ein anderes Rissverhalten, mit einer deutlich größeren Streuung der Ergebnisse. Anzumerken ist dabei, dass die Zähigkeit des reinen Zwischenschicht-Materials nicht mittels EPBM bestimmt werden konnte, da dieses Material eine zu hohe Elastizität aufwies. Beim Verlauf der Risszähigkeit des Multischichtverbundes kommt es zu einem Anstieg im Bereich der weichen Zwischenschicht. Durch den Anstieg der Messwerte in diesem Bereich kann eine Reduktion oder sogar ein Stoppen der Rissausbreitung interpretiert werden.



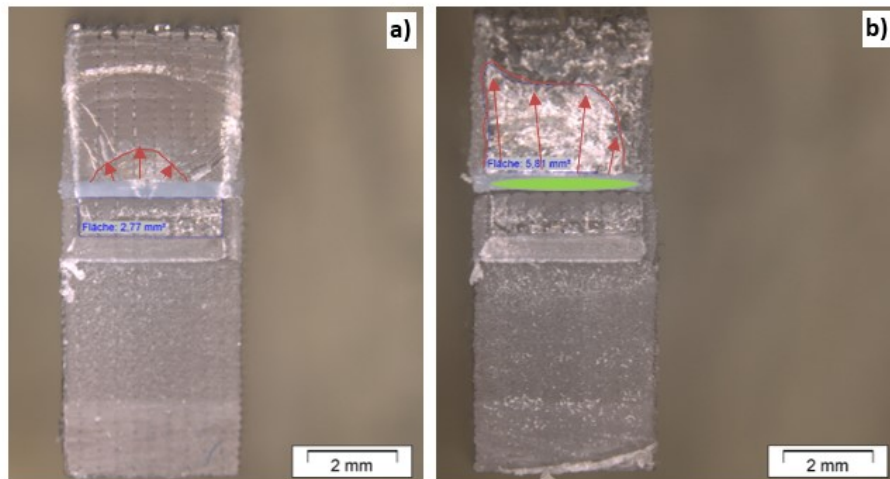
**Abbildung 36:** Vergleich der J-Integrale von PET-G und einem Multischichtverbund aus sprödem PET-G mit weichem TPC-Interlayer.

Durch eine mögliche Re-initiierung des Risses nach der Zwischenschicht kann ein Fortlauf des Risswachstum stattgefunden haben. Jedoch kann dieser Effekt nicht genau bestimmt werden und somit ist Kurve der Risszähigkeit J, für die Materialkombination strichliert dargestellt. Der Vergleich der Risslängen  $\Delta a$  über der Prüfzeit t ist in **Abbildung 37**

dargestellt. Hierbei ergibt sich eine höhere Streuung der Messwerte, für PET-G/TPC, aufgrund der bereits genannten Einflussfaktoren. Der Verlauf der Kurve des Multischichtverbundes beschreibt eine deutlich flachere Kurve, wobei dies bei gleicher Prüfzeit (100 s) eine halbierte Risslänge  $\Delta a$  (ca. 0,6 mm zu ca. 1,5 mm) bedeutet. Durch das langsamere Risswachstum trotz Streuung, konnte eine Verbesserung der Risszähigkeit angenommen werden. Zum besseren Verständnis des Rissvorgangs wurden die Bruchflächen genauer untersucht (siehe **Abbildung 38**). Es wurde festgestellt, dass sich kein Riss in den Interlayer ausbreitete, sondern nach diesem im reinen PET-G re-initiierte (siehe **Abbildung 38a**). Zusätzlich war ersichtlich, dass die Streuung der Werte der verschiedenen Probekörper auf die unterschiedliche Position des Anfangsrisses zurückzuführen war, grün gekennzeichnete Bereich in **Abbildung 38b**. Diese Abweichungen wurden durch die Einbringung der Kerbe und des Anfangsrisses mittels Rasierklinge verursacht. Durch die manuelle Bearbeitung der Probekörper konnten diese nicht exakt gleich angefertigt werden. Ebenfalls kam es durch die Herstellung der Probekörper mittels additiver Fertigung zu geringen geometrischen Abweichungen.

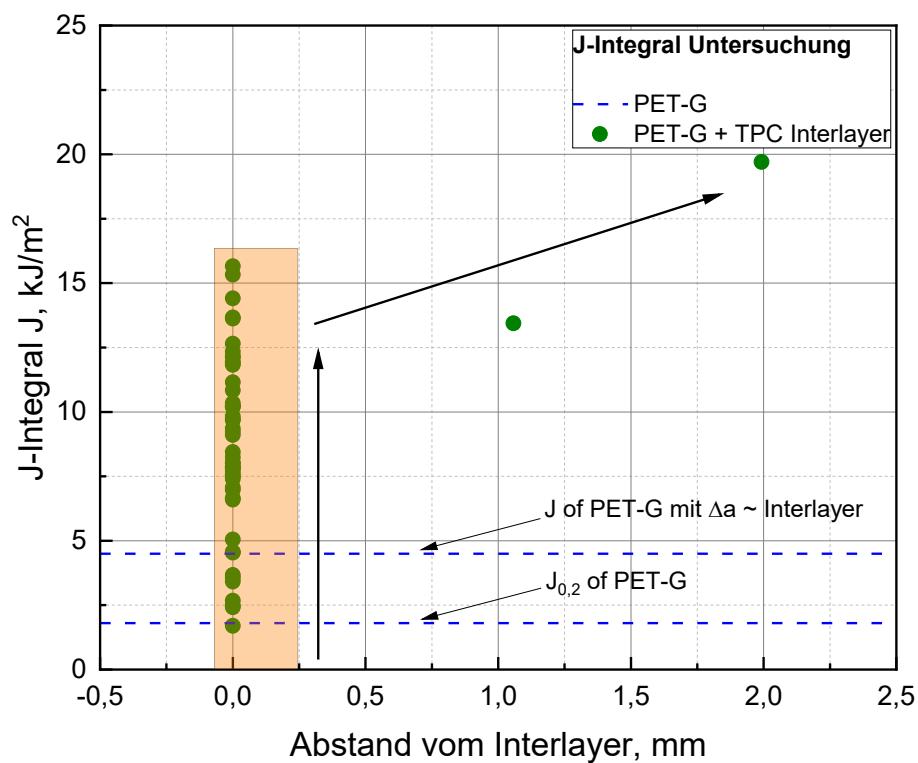


**Abbildung 37:** Vergleich der Risslänge  $\Delta a$  über die Prüfdauer t von PET-G und einem Multischichtverbund aus sprödem PET-G mit duktilem TPC-Interlayer.



**Abbildung 38:** Bruchflächen des Mehrschichtverbunds aus PET-G mit TPC Interlayer **a)** mit rot gekennzeichnete Re-Initiierung des Risses nach der Zwischenschicht **b)** und grün gekennzeichnetem Bereich des undefinierten Bereichs des Anfangsrisses.

Zur Kompensation des Einflusses der Position des Anfangsrisses wurden die Ergebnisse statt als Funktion des Rissfortschritts  $\Delta a$  auf den Abstand der Risspitze zum TPC Interlayer referenziert, (siehe **Abbildung 39**) mit der Position des Interlayers als neue Basis [8].



**Abbildung 39:** Korrigierte Darstellung des Einflusses des weichen TPC-Interlayers auf die J-Integralwerte des PET-G/TPC Mehrschichtverbundes.



Die Position  $L=0$  beschreibt eine Rissausbreitung bis zur TPC-Schicht, wobei eine genaue Aussage über das Risswachstum in der Zwischenschicht nicht angestellt werden konnte. Die Auftragung  $L<0$  beschreibt ein Risswachstum vor und  $L>0$  nach der Zwischenschicht. Mit Hilfe dieser Auftragung ist ersichtlich, dass sich der Riss anfangs sehr schnell bis zur Zwischenschicht ausbreitete. Durch die Barriere-Eigenschaft der Zwischenschicht steigt der Wert bis ca.  $15 \text{ kJ/m}^2$  an. Bei gleichem Rissfortschritt  $\Delta a$  ergibt sich für das reine PET-G ein Wert von ca.  $5 \text{ kJ/m}^2$ . Somit konnte eine Erhöhung der Risszähigkeit um ca. 200% erreicht werden.

## 5 ZUSAMMENFASSUNG, SCHLUSSFOLGERUNGEN UND AUSBLICK

Um die besonderen Eigenschaften biologischer Materialien nachzuahmen und auf technische Bauteile übertragen zu können, d.h. um Kombinationen aus steifen und zähen Eigenschaften zu schaffen, wurde der Einfluss einer weichen Zwischenschicht auf ein sonst sprödes Grundmaterial untersucht. Der erste Schritt war die Herstellung geeigneter Probekörper mittels additiver Fertigung und die Bestimmung einer geeigneten Versuchsanordnung, um eventuelle Eigenschaftsverbesserungen zu quantifizieren.

Zum allgemeinen Verständnis des Vergleiches der mechanischen Eigenschaften additiv gefertigter Bauteile im Vergleich zu konventionell hergestellten Bauteilen wurden klassische Zugversuche durchgeführt. Es zeigten sich generell schlechtere mechanische Eigenschaften und um bis zu 50% niedrigere Kennwerte der additiv gefertigten Probekörper.

Zur Betrachtung des Einflusses einer Zwischenschicht auf die Zähigkeit des Gesamtverbundes wurden bruchmechanische Untersuchungen nach linear elastischen Bruchmechanik Methoden (LEBM) durchgeführt. Dazu wurden quasi-statische Zugversuche an vorgekerbten additiv gefertigten CT-Prüfkörpern durchgeführt. Die Prüfanordnung wurde zur Bestimmung von Materialkennwerten, dem kritischen Spannungsintensitätsfaktors  $K_{Ic}$  und der kritischen Energiefreisetzungsrate  $G_{Ic}$  herangezogen. Der Vergleich des Materialverhaltens von einem reinen PET-G mit unterschiedlichen Druckrichtungen, longitudinal und transversal, resultierte in ca. doppelten Werten für das transversale PET-G. Die Betrachtung eines Multimaterialverbundes aus PET-G T mit einer dünnen TPC Zwischenschicht zeigte bei unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten eine Reduktion der Kennwerte des Verbundwerkstoffes im Vergleich zum reinen transversal gedruckten PET-G. Dies könnte durch den Effekt der Materialinhomogenität und einem schnellerem Risswachstum von der harten zur weichen Phase verursacht worden sein. Da der Riss sich nicht in die Zwischenschicht ausbreitete konnte der positive Effekt der Inhomogenität nicht ausgenutzt werden konnte [5].

Zusätzlich wurden zyklische Versuche zur Bestimmung der Ermüdungseigenschaften der Probekörper durchgeführt, mit der Betrachtung der Rissausbreitungsrate  $da/dN$  über einem angelegten subkritischen  $\Delta K$ . Während sich ein Riss beim longitudinalen PET-G längs zwischen den Einzelschichten ausbreitete, ergab sich beim transversalen PET-G ein Riss von Schicht zu Schicht. Trotz der Unterschiede des Rissverhaltens besitzen beide Kurven ähnliche Steigungen, mit dem Ergebnis von ca. 3-fach höheren  $\Delta K$ -Werten des transversalen PET-G T bei gleicher Rissausbreitungsgeschwindigkeit. Die Betrachtung des Ermüdungsrisswachstums des Multischichtverbunds aus PET-G mit einem dünnen TPC Interlayer resultierte in einer Wolke aus Messergebnissen mit unklarem Rissverhalten, da sich der Riss meist schlagartig bis zur Zwischenschicht und dann entlang der Zwischenschicht senkrecht bis zum oberen Ende des Probekörpers ausbreitete.

Aufgrund der unklaren Ergebnisse wurde eine andere Prüfmethodik aus der elastisch plastischen Bruchmechanik (EPBM) mit der Bestimmung des J-Integrals  $J$  über der Rissausbreitung  $\Delta a$  herangezogen. Dabei wurden gekerbte additiv gefertigte SENB Prüfkörper mittels Dreipunkt-Biegung geprüft und ausgewertet. Die Betrachtung der ersten Materialkombination aus PP-CF10 mit PP Interlayer zeigte keinen Unterschied der Zähigkeit im Vergleich zum reinen PP-CF10. Das reine PP hatte, wie erwartet deutlich höhere Zähigkeitswerte. Die Betrachtung des Verlaufs der Risslänge  $\Delta a$  über der Prüfzeit  $t$  bestätigte das deutlich langsamere Risswachstum des reinen PP. Bei Betrachtung der Ergebnisse der zweiten Materialkombination aus einem spröden PET-G und einem weichen TPC konnte zunächst kein eindeutiges Ergebnis erzielt werden. Die Messwerte bildeten eine Wolke aus Einzelwerten mit großen Streuungen, jedoch mit der Tendenz einer Steigerung des Risswiderstands, bedingt durch den Interlayer. Die Betrachtung der Risslänge  $\Delta a$  über der Prüfdauer deutete eine halb so schnelle Rissausbreitung des Multimaterialverbunds an. Wobei mit Hilfe einer anderen Auftragung [8] zur Kompensation des Einflusses der Position des Anfangsrisses ein deutlicher Einfluss der Zwischenschicht festgesellt werden konnte. Bei Betrachtung der Bruchfläche konnte zusätzlich beobachtet werden, dass es zu keinem Risswachstum innerhalb des Interlayers kam, sondern zu einer Re-Initiierung des Risses nach der Zwischenschicht. Beim Vergleich mit ähnlichem Rissfortschritt  $\Delta a$ , ergab sich für das reine PET-G ein Wert von ca.  $5 \text{ kJ/m}^2$ , wohingegen der Mehrschichtverbund einen Wert bis zu  $15 \text{ kJ/m}^2$  aufwies. Somit konnte durch Ausnutzung

des Konzepts der Materialinhomogenität und einem großen Unterschied des Elastizitätsmoduls  $E$  (Faktor 67) und der Fließspannung  $\sigma_F$  (Faktor 6) eine Erhöhung der Risszähigkeit um ca. 200% erzielt werden.

Trotz der vielen Einflussfaktoren der einzelnen Versuche und aufgrund der Qualität der additiven Fertigung der Probekörper konnten nachvollziehbare Ergebnisse erzielt werden. Zusätzlich wurde mit der EPBM eine Prüfmethode gefunden, um zähigkeitssteigernde Einflüsse, eines Multischichtverbundes zu bestimmen. Wie schon in Literatur [2, 7] kommt es durch eine einfache Kombination von verschiedenen Materialien mit unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften zu deutlichen Eigenschaftsverbesserungen, mit dem Resultat des dreifachen Werts des Risswiderstands der Materialkombination aus PET-G und TPC. Jedoch ist beim Effekt der Materialinhomogenität zu beachten ist, dass ein Risswachstum zum weicheren Material beschleunigt wird. Um aber den Effekt (Abschirmungseffekt) zur Steigerung der Materialeigenschaften ausnützen zu können sollte ein Risswachstum durch den Interlayer oder eine Re-Initiierung des Risses nach der Zwischenschicht. gewährleistet werden.

In weiteren Versuchen könnte der Einfluss der Materialinhomogenität durch verschiedene Variationen der Zwischenschichtdicken und Anzahl von Schichten untersucht werden. Zur Vorhersage von Eigenschaftsverbesserungen könnte dazu die Verwendung Finiterelemente Methoden (FEM) kombiniert werden [8]. Da der Bereich der Biomimetik noch sehr unerforscht ist, aber bedingt durch immer bessere werdende additive Fertigungsverfahren zunehmend an Popularität gewinnt, birgt er ein großes Potential für zukünftige Anwendungsbereiche.

## 6 LITERATUR

- [1] Velasco-Hogan, A.; Xu, J.; Meyers, M. A. (2018). Additive Manufacturing as a Method to Design and Optimize Bioinspired Structures, *Advanced Materials* 2018, 30, 180094. <https://doi.org/10.1002/adma.201800940>
- [2] Jia, Z.; Wang, L. (2019). 3D printing of biomimetic composites with improved fracture toughness, Elsevier Applied Science Publishers LTD, Volume **173**, Pages 61-73. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.04.052>
- [3] Libonati, F.; Gu, G. X.; Qin, Z.; Vergani, L.; Buehler, M. J. (2016). Bone-Inspired Materials by Design: Toughness Amplification Observed Using 3D Printing and Testing, *Advanced Engineering Materials*, Volume **18**, Issue8, Pages 1354-1363. <https://doi.org/10.1002/adem.201600143>
- [4] Yang, y.; Song, X.; Li, X.; Chen, Z.; Zhou, C.; Zhou, Q.; Chen, Y. (2018). Recent Progress in Biomimetic Additive Manufacturing Technology: From Materials to Functional Structures, *Advanced Materials*, Volume **30**, Issue36, 1706539. <https://doi.org/10.1002/adma.201706539>
- [5] Kolednik, O., Predan, J., Fischer, F.D., Fratzl, P., (2011). Bioinspired design criteria for damage-resistant materials with periodically varying microstructure. *Adv. Funct. Mater.* 21 (19), 3634–3641. <https://doi.org/10.1002/adfm.201100443>.
- [6] Kolednik, O., (2000). The yield stress gradient effect in inhomogeneous materials. *Int. J. Solids Struct.* (International Journal of Solids and Structures) 37 (5), 781–808. [https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(99\)00060-8](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(99)00060-8).
- [7] Jian, Z.; Yu, Y.; Hou, S.; Wang, L. (2019). Biomimetic architected materials with improved dynamic performance, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **125**: 178-197. [10.1016/j.jmps.2018.12.015](https://doi.org/10.1016/j.jmps.2018.12.015)
- [8] J. Wiener, F. Arbeiter, A. Tiwari, O. Kolednik, G. Pinter, (2020). Bioinspired toughness improvement through soft interlayers in mineral reinforced polypropylene, *Mechanics of Materials*, Volume **140**, 103243, <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2019.103243>

- [9] Anderson, T. L. (2005). Fracture Mechanics, Tayler & Francis Group, UK.
- [10] Grellmann, W., Seidler, S. (2011). Kunststoffprüfung, 3. Auflage, Carl Hanser Verlag, Munich, Germany.
- [11] Gross, D. und Seelig, T. (2011). Bruchmechanik, 5. Auflage, Springer Verlag, Berlin, Germany.
- [12] Broek, D. (1986). Elementary Engineering Fracture Mechanics, Springer Verlag, Berlin, Germany.
- [13] Gebhardt, A.; Kessler, J.; Thurn, L. K. (2016). 3D-Drucken: Grundlagen und Anwendungen des Additive Manufacturing (AM), 2. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, Deutschland.
- [14] Fastermann, P. (2012). 3D-Druck/Rapid Prototyping Eine Zukunftstechnologie kompakt erklärt, Springer Verlag, Berlin, Germany.
- [15] Gurr, M.; Mühlhaupt, R. (2012). Rapid Prototyping Polymer Science: A Comprehensive Reference, Volume 8, Pages 77-99. 10.1016/B978-0-12-803581-8.01477-6
- [16] Katschnig, M.; Arbeiter, F.; Haar, B.; Gord van Camoe; Holzer, C. (2016). Cranial Polypropylene Implants by Fused Filament Fabrication, Advanced Engineering Materials, 19, No 4., WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA,, Weinheim. <https://doi.org/10.1002/adem.201600676>
- [17] Chin Ang, K., Fai Leong, K., Kai Chua, C. and Chandrasekaran, M. (2006), "Investigation of the mechanical properties and porosity relationships in fused deposition modelling-fabricated porous structures", Rapid Prototyping Journal, Vol. 12 No. 2, pp. 100-105. <https://doi.org/10.1108/13552540610652447>
- [18] Stampfl, J. (2004). 3D-techniques in Materials Science, Habilitationsschrift, Institut für Maschinenbau, TU Wien, Austria.
- [19] Diegel, O. (2014). Additive Manufacturing: An Overview, Elsevier Ltd., Comprehensive Materials Processin, Volume 10, S. 3-17. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-096532-1.01000-1>

- [20] Ligon, S. C.; Lisak, R.; Stampfl, J.; Gurr, M.; Mülhaupt, R. (2017). *Polymers for 3D Printing and Customized Additive Manufacturing*, American Chemical Society, **117**, 10212–10290. DOI: 10.1021/acs.chemrev.7b00074
- [21] Salazar, A. (2010). Influence of the notch sharpening technique on the fracture toughness of bulk ethylene–propylene block copolymers. *Polymer Testing*, **29**:49–59.
- [22] Schmiedel, H. (1992). *“Handbuch der Kunststoffprüfung”*, Hanser Verlag, Munich.
- [23] Hertzberg, R. W. (2012). *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, 5th Edition, John Wiley & Sons Inc., Canada.
- [24] Gosch, A. (2017). „Examination of J-Integral methods and their applicability to tough polypropylene materials”, Masterarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Austria.
- [25] Haque, M. A. (2008). Visualization of crack blunting using secondary fluorescence in soft polymers. *Polymer Testing*, **27**:404–411.
- [26] Martinez, A.B.; Leon, N.; Arencon, D.; Rodriguez, J.; Salazar, A. (2013). On the effect of the different notch techniques on the fracture toughness of PET, *Polymer Testing*, Elsevier, **32**, 1244-1252.
- [27] Arbeiter, F.; Spoerk, M.; Wiener, J.; Gosch, A.; Pinter, G. (2018). Fracture mechanical characterization and lifetime estimation of near-homogeneous components produced by fused filament fabrication, Elsevier Ltd., *Polymer Testing* **66**:105–113. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.01.002>
- [28] Ang, K. C.; Leong, K. F.; Chua, C. K.; Chandrasekaran, M. (2006). Investigation of the mechanical properties and porosity relationships in fused deposition modelling-fabricated porous structures, *Rapid Prototyping Journal*, Vol. **12** Iss 2 pp. 100 – 105. <http://dx.doi.org/10.1108/13552540610652447>
- [29] Spoerk, M.; Savandaiah, C.; Arbeiter, F.; Traxler, G.; Cardon, L.; Holzer, C.; Sapkota (2018). Anisotropic properties of oriented short carbon fibre filled polypropylene parts fabricated by extrusion-based additive manufacturing, Elsevier Ltd., *Composites Part A* **113** 95–104. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.06.018>

- [30] Gao, W., Zhang, Y., Ramanujan, D., Ramani, K., Chen, Y., B. Williams, C., Wang, CCL, Shin, YC.; Zhang, S.; Zavattieri, P. D. (2015). The Status, Challenges, and Future of Additive Manufacturing in Engineering, *Computer-Aided Design*, vol. **69**, pp. 65-89. <https://doi.org/10.1016/j.cad.2015.04.001>
- [31] Sistaninia, M.; Kolednik, O. (2014). Effect of a single soft interlayer on the crack driving force, *Engineering Fracture Mechanics*, Volume **130**, 21-41, ISSN 0013-7944, <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2014.02.026>
- [32] Hale, G.E.; Ramsteiner, F. (2001). J-Fracture toughness of polymers at slow speed, Editor(s): D.R. Moore, A. Pavan, J.G. Williams, European Structural Integrity Society, Elsevier, Volume **28**, 123-157. [https://doi.org/10.1016/S1566-1369\(01\)80031-5](https://doi.org/10.1016/S1566-1369(01)80031-5)
- [33] Launey, M. E.; Buehler, M. J.; Ritchie, R. O. (2010). On the Mechanistic Origins of Toughness in Bone, *Annual Review of Materials Research*, **40:1**, 25-53.
- [34] X.K. Zhu (2009). J-integral resistance curve testing and evaluation. *Journal of Zhejiang University Science A*, **10**:1541–1560.
- [35] Heine, B. (2003). "Werkstoffprüfung", Carl Hanser Verlag, München, Deutschland.
- [36] Yadav, R.; Goud, R.; Dutta, A.; Wang, X.; Naebe, M.; Kandasubramanian, B. (2018). Biomimicking of Hierarchical Molluscan Shell Structure Via Layer by Layer 3D Printing, *Ind. Eng. Chem. Res.* 2018573210832-10840. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.8b01738>
- [37] White, E. F. T. (1982). *Fracture behaviour of Polymers*, Edited by A. J. Kinloch and R. J. Young, Applied Science Publishers, London and New York.
- [38] Irwin, G. (1957) Analysis of Stresses and Strains near the End of a Crack Traversing a Plate. *Journal of Applied Mechanics*, **24**, 361-364.
- [39] Rice, J. R. (1968). A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks, *J. Appl. Mech.* Jun 1968, **35(2)**: 379-386. <https://doi.org/10.1115/1.3601206>



- [40] Davies, J. W.; Wells, A. A. (1961). Cleavage Fracture Initiation in Notched Impact Tests of Mild Steel. <https://doi.org/10.1038/190432a0>
- [41] F. Baldi (2010). On the applicability of the load separation criterion in determining the fracture resistance ( $J_{Ic}$ ) of ductile polymers at low and high loading rates. *Int J Fract*, **165**:105–119.
- [42] F. Baldi (2013). On the determination of the point of fracture initiation by the load separation criterion in j-testing of ductile polymers. *Polymer Testing*, **32**:1326–1333.
- [43] P. Frontini (1996). On the applicability of the load separation criterion to acrylonitrile/butadiene/styrene terpolymer resins. *Polymer*, 4033–4039.
- [44] Leon, N. (2017). The post-yield fracture of a ductile polymer film: Notch quality, essential work of fracture, crack tip opening displacement, and j-integral. *Engineering Fracture Mechanics*, **173**, 21–31.
- [45] Hutchinson, J. W. (1982). Crack-tip singularity fields in nonlinear fracture mechanics: a survey of current status, *Advances in Fracture Research*, Vol. 6.
- [46] Begley, J. A.; Landes, J. D. (1971). The j-integral as a fracture criterion. *National Symposium on Fracture mechanics, Part II, ASTM STP 514*:1–20.
- [47] Landes, J. D. and Begley, J. A. (1974). Test results from J-Integral studies: An attempt to establish a  $J_{Ic}$  testing procedure, In: *ASTM STP 560*.
- [48] Landes, J.D.; Zhou, Z. (1993). Application of load separation and normalisation methods for polycarbonate materials, *Int. Journal of Fracture*, Vol. 63, No. 4, 15, pp 383-393.
- [49] Salazar, A. (2008). The use of the load separation parameter spb method to determine the j–r curves of polypropylenes. *Polymer Testing*, **27**:977–984.
- [50] F. Baldi (2015). Application of the load separation criterion in j-testing of ductile polymers: A round-robin testing exercise. *Polymer Testing*, **44** :72–81.

- 
- [51] Gibson, I.; Rosen, D.; Stucker, B. (2014). Additive Manufacturing Technologies: 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing, Second Edition, Springer Verlag, Berlin, Germany.
- [54] Fratzl, P., Gupta, H.S., Fischer, F.D., Kolednik, O., (2007). Hindered crack propagation in materials with periodically varying young's modulus—lessons from biological materials. *Adv. Mater.* 19 (18), 2657–2661. <https://doi.org/10.1002/adma.200602394>.
- [55] Chen, C., Pascual, J., Fischer, F., Kolednik, O., Danzer, R., (2007). Prediction of the fracture toughness of a ceramic multilayer composite – Modeling and experiments. *Acta. Mat.* 55 (2), 409–421. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.046>.
- [56] Kolednik, O., Predan, J., Fischer, F.D., (2010). Cracks in inhomogeneous materials: comprehensive assessment using the configurational forces concept. *Eng. Fract. Mech.* 77 (14), 2698–2711. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2010.07.002>.