

Experimentelle Untersuchung
des Rissausbreitungsverhaltens
von nanopartikelverstärktem
Polyamid 66

Dem Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik
der Technischen Universität Kaiserslautern
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Ing. David Scheliga

aus Beuthen

Tag der mündlichen Prüfung	28. Juni 2013
Vorsitzender:	Prof. Dr.-Ing. Ralf Müller
1. Berichterstatter	Prof. Dr.-Ing. Martin Maier
2. Berichterstatter	Prof. Dr.-Ing. Eberhard Kerscher

MEINEN ELTERN GEWIDMET

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als Doktorand in der Abteilung Berechnung und Konstruktion an der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH (IVW) zwischen den Jahren 2009 und 2012.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing. Martin Maier für das in mich entgegenbrachte Vertrauen, mir die Gestaltungsmöglichkeit und die freie Entwicklung meiner Ideen für diese Arbeit zu überlassen. Ich danke Prof. Dr.-Ing. Kerscher für die freundliche Übernahme des Zweitgutachtens. Danken möchte ich ebenfalls Prof. Dr.-Ing. Müller den Prüfungsvorsitz zu übernehmen.

Bei allen Mitarbeitern des IVW möchte ich mich für die ausgezeichneten Arbeitsbedingungen und die hilfsbereite, kollegiale Zusammenarbeit bedanken. Besonderer Dank gilt André Meichsner, Harald Weber, Herman Giertzsch, Irene Hassinger, Jörg Blaurock, Nikolai Voll, Nora Feiden, Ralf Schimmele, Ralph Schneider, Rolf Walter, Sabine Yancey, Stefan Gabriel, Sebastian Schmeer, Thomas Schütz, Werner Gölzer und Valentine Kessler. Den Studien- und Diplomarbeitern Albina Silov, Christopher Brylski, Paulin Tchewebey und Stephane Gilles Mbe Soh danke für Ihren Anteil am Gelingen dieser Arbeit. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) gebührt mein Dank für die Förderung dieses Forschungsvorhabens im Rahmen des DFG-Graduiertenkollegs 814-3 „Ingenieurmaterialien auf verschiedenen Skalen: Experiment, Modellierung und Simulation“.

Mein größter Dank gilt meinen Eltern. Durch Ihre aufopfernde Förderung und liebevolle Unterstützung haben sie mir den Weg für das Gelingen dieser Arbeit bereitet. Meiner Lebenspartnerin die mich selbstlos und liebevoll in der Zeit meiner Promotion unterstützt hat.

Inhaltsverzeichnis

Nomenklatur	VIII
1 Einleitung.....	1
2 Grundlagen.....	4
2.1 Polyamid 66.....	4
2.2 Nanopartikel und -komposite	6
2.3 Bruchmechanische Grundlagen	8
2.3.1 Bruchmechanische Konzepte	10
2.3.1.1 K-Konzept.....	10
2.3.1.2 J-Integral	12
2.3.1.3 Crack-Tip-Opening-Displacement-Konzept (CTOD)	13
2.3.2 Geometriebedingte Einflüsse	14
2.3.3 Stabiles und instabiles Risswachstum	15
2.3.4 Zäh- und Sprödbruch	17
2.3.5 Kurzzeitdynamische Bruchmechanik	17
2.3.6 Bruchmechanische Prüfmethode von angerissenen Prüfkörpern	19
2.3.7 Übersicht der bruchmechanischen Begriffe	22
3 Motivation und Zielsetzung.....	23
4 Versuchsvorbereitung.....	25
4.1 Verwendete Materialien	25
4.2 Partikelverteilung.....	26
4.3 Probengeometrien und –herstellung.....	30
4.3.1 Probengrundkörper	30
4.3.2 Erzeugung eines natürlichen Risses und der Seitenkerben.....	31
5 Mittelwertkurvengenerierung	32
5.1 Begriffsdefinition	34
5.2 Form der Messwertkurven.....	34

5.3	Messkurvenbearbeitung	35
5.4	Ansätze für die Mittelung von einzelnen Messkurven.....	38
5.5	Mittelwertkurvenbildung.....	41
5.6	Ermittlung charakteristischer Kennwerte aus Mittelwertkurven	44
5.7	Anwendungsergebnisse	48
6	Dehnratenabhängiges uniaxiales mechanisches Verhalten	50
6.1	Prüfmethoden	50
6.1.1	Dehnratenabhängige Zugversuche mit optischer Dehnungsmessung..	50
6.1.2	Lichttransmissionsanalyse	52
6.2	Probenvorbereitung der optischen Dehnungsmessung.....	54
6.2.1	Probengeometrie und Vorbehandlung	54
6.2.2	Probenvorbereitung für die Grauwertkorrelation	56
6.2.2.1	Anforderungen aus der Versuchsmessung	56
6.2.2.2	Auswahl an Lackfarben	57
6.2.2.3	Verdünnen der Lackfarbe	58
6.3	Messwertverarbeitung	61
6.4	Versuchsergebnisse	63
6.4.1	Charakterisierung des Ausgangsmaterials	63
6.4.2	Charakterisierung der Nanokomposite.....	66
6.4.3	Ergebnisse der Lichttransmissionsanalyse	71
6.5	Diskussion der dehnratenabhängigen Zuguntersuchungen	73
6.5.1	Unterschiede der Nanokomposite.....	73
6.5.2	Probengrößenabhängigkeit der Bruchwerte.....	78
7	Quasistatische Bruchuntersuchung	79
7.1	Prüfmethode	80
7.1.1	Risslängenbestimmung.....	80
7.1.2	Probengeometrie	81
7.1.3	Risswiderstandskurvenermittlung	83

7.2	Versuchsergebnisse	85
7.3	Diskussion	87
8	Bruchuntersuchung bei höherer Belastungsrate	89
8.1	Prüfmethoden	89
8.1.1	Prüfmethoden für höhere Belastungsraten	89
8.1.2	Auslegung der Prüfvorrichtung.....	90
8.1.3	Verifizierung der Prüfvorrichtung.....	93
8.2	Versuchsergebnisse	96
8.2.1	Bruchzähigkeit des Ausgangs- und Referenzmaterials.....	96
8.2.2	Einfluss von Silicium- und Titandioxid-Nanopartikeln.....	98
8.3	Diskussion der SENB-Bruchuntersuchung.....	100
9	Zusammenfassung und Ausblick.....	102
10	Literaturverzeichnis.....	107
	Anhang	112

Kurzfassung

Die Nanotechnologie wird als eine der Schlüsseltechnologien des 21sten Jahrhunderts angesehen. Sie ermöglicht es Werkstoffeigenschaften gezielt zu verändern oder dem Werkstoff gänzlich neue Eigenschaften zu verleihen. So kann beispielsweise die Bruchzähigkeit von Polymeren durch Zumischung von wenigen Volumenanteilen Nanopartikel erheblich gesteigert werden. Dadurch wird auch das Energieabsorptionsvermögen dieser Werkstoffe verbessert.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden TiO_2 - und SiO_2 -Nanokomposite auf Basis von Polyamid 66 in einem Zweisechneckenextruder durch Direktmischen mit Füllgehalten von $\frac{1}{2}$, 1, 2 und 4 Vol.-% hergestellt. Mit Zugversuchen (Prüfgeschwindigkeiten von 1 mm – 1000 mm/s) und Bruchuntersuchungen bei quasistatischer sowie kurzzeitdynamischer Belastung wurden die mechanischen Eigenschaften charakterisiert. Mit vergleichenden Untersuchungen an einfach und zweifach extrudiertem ungefüllten Polyamid 66 (Referenzmaterial) konnte die Degradation des Polyamids durch den Extrusionsprozess ermittelt werden. Die TiO_2 - und SiO_2 -Nanokomposite wiesen deutliche Unterschiede in der Zähigkeit zueinander auf. Deshalb wurde ein Vergleich der plastischen Verformung bei Zugbeanspruchung der niedrig gefüllten Nanokomposite mittels einer Lichttransmissionsanalyse durchgeführt.

In den TiO_2 -Nanokompositen sind die Nanopartikel größtenteils in Form von Primärpartikeln homogen im Polyamid 66 verteilt. Die restlichen Nanopartikel fanden sich als Agglomerate unterschiedlicher Größen in der Matrix wieder. SiO_2 Nanokomposite wiesen eine sehr geringe Anzahl an Agglomeraten auf. Stattdessen fanden sich die Nanopartikel vorwiegend homogen als Kleinstagglomerate verteilt vor. Übergreifend zeigten die untersuchten Nanokomposite bei niedrigen Füllgraden gegenüber dem Referenzmaterial die größten mechanischen Eigenschaftssteigerungen, welche mit steigendem Füllgehalt wieder abnahmen.

TiO_2 Nanokomposite sind steifer und spröder als das Referenzmaterial. In den Zugversuchen bei geringen Prüfgeschwindigkeiten zeigten sie geringere Zugfestigkeiten und Duktilität. Mit steigender Belastungsrate wiesen alle untersuchten Materialien eine Versprödung auf, sodass bei den TiO_2 Nanokompositen eine höhere Zugfestigkeit als die des Referenzmaterials bei hohen Prüfgeschwindigkeiten beobachtet wurde. Die Bruchzähigkeit der TiO_2 -Komposite

war in den Bruchuntersuchungen sowohl bei quasistatischer als auch bei kurzzeitdynamischer Belastungsrate größer als bei dem Referenzmaterial.

Trotz gleicher Matrix zeigten die SiO₂ Nanokomposite im Vergleich zu den TiO₂-Nanokompositen ein anderes mechanisches Verhalten. Gegenüber dem Referenzmaterial wiesen sie in den Zugversuchen eine deutlich höhere Duktilität über alle untersuchten Prüfgeschwindigkeiten auf. Sie besaßen eine geringere Zugfestigkeit bei geringen Prüfgeschwindigkeiten. Bedingt durch die dehnratenabhängige Versprödung war die Zugfestigkeit bei der höchsten untersuchten Dehnrates größer als die der Referenz. Die SiO₂ Nanokomposite hatten auch eine höhere Bruchzähigkeit bei quasistatischer und kurzzeitdynamischer Belastung, wobei sie einen geringeren Rissinitiierungswiderstand bei quasistatischer Prüfgeschwindigkeit aufwiesen.

Bezogen auf das Referenzmaterial zeigten die Nanokomposite ein Potential das Absorptionsvermögen von FKV zu steigern. Das Polyamid 66 im Referenzmaterial und in den Nanokompositen besaß eine vergleichbare Verarbeitungshistorie, welche sich auf die Materialeigenschaften ausgewirkt hat.

Abstract

Nanotechnology is seen as one of the key technologies of the 21st century. Mechanical and non-mechanical properties of polymers can be specifically changed by reinforcing composites with nanoparticles (nanocomposites) and customized material properties can be realized for structural requirements. Only a few per cent by volume of nanoparticles are needed to increase the fracture toughness of polymers, which also raises the materials' energy absorption capability.

In this work TiO_2 and SiO_2 polyamide 66 nanocomposites with volume ratios of $\frac{1}{2}$, 1, 2 and 4 were produced using a co-rotating twin-screw extruder. The materials were characterized by tensile tests (testing speed from 1 to 1000 mm/s) and fracture tests at quasi-static and short-term dynamic loading rates. Polyamide 66 degraded due to the extrusion process. Therefore one time and two times extruded unfilled polyamide 66 was used as a reference material for comparing with the produced nanocomposites. TiO_2 and SiO_2 nanocomposites showed clear differences in their ductility. Therefore a light transmission analysis was performed on low filled nanocomposites to compare their plastic deformation.

Most of the primary TiO_2 nanoparticles were evenly distributed in the polyamide 66 matrix. Remaining particles were found as agglomerates of different sizes. SiO_2 nanocomposites contained a small amount of bigger agglomerates. Most of the SiO_2 nanoparticles evenly distributed as very small agglomerates with sizes of few primary particles in diameter. Low filled nanocomposites showed the biggest increase of mechanical properties, while the properties are decreasing again with higher filling ratios.

TiO_2 nanocomposites are stiffer and more brittle as the reference material. They showed lower tensile strength and ductility in tensile tests at low loading rates. All investigated materials had a loading rate depended embrittlement. Because of this behavior TiO_2 nanocomposites showed higher tensile strength at high testing speed than the reference material. At quasi-static and at short-term dynamic loading rate TiO_2 nanocomposites had higher fracture toughness.

In spite of their similar matrix SiO_2 nanocomposites have a different mechanical behavior than TiO_2 nanocomposites. Compared to the reference material SiO_2 nanocomposites showed a clear higher ductility over all investigated testing speeds. They had a lower tensile strength at low loading rates and higher tensile at high

loading rates strength than the reference material. Their fracture toughness was higher in both investigated testing speeds, while they had lower crack initiation toughness at quasi-static loading rates.

Concerning the reference material the nanocomposites have a potential to increase energy absorption of fibre reinforced plastics. All investigated materials had a similar processing history, which influenced material properties of the used polyamide 66.

Nomenklatur

Mathematische Notation

\bar{a}	Arithmetischer Mittelwert
a	Skalar / Tensor 0-ter Stufe
\underline{a}	Vektor / Tensor 1-ter Stufe
$\underline{\underline{a}}$	Matrix / Tensor 2-ter Stufe
\dot{a}	Zeitliche Ableitung einer skalaren Größe (hier a)
da	Infinitesimales Inkrement der Größe a
Δa	Differenz der Größe a

Abkürzungen

AF	Aramidfasern
CF	Kohlenstofffasern
CT	Compact Tension (Kompaktzug)
EDZ	Ebener Dehnungszustand (auch EVZ)
ESZ	Ebener Spannungszustand
EVZ	Ebener Verzerrungszustand
Geschw.	Geschwindigkeit
GF	Glasfasern
GMT	Glasfasermatten verstärkter Thermoplast
HTM5020	Zwick Hochgeschwindigkeitstestmaschine Amsler 5020
kond.	konditioniert
konst.	konstant
nom.	nominell
PA (PA12, PA66)	Polyamid (Polyamid 12, Polyamid 66)

PKW	Personenkraftwagen
REM	Rasterelektronenmikroskop
SENB	single-edged-notched-bending
SMC	Sheet moulding compound
TiO ₂	Titandioxid
tr.	trocken
Vol.	Volumen

Symbole	Einheit	
a	[m/s ²]	Beschleunigung
a	[mm]	Risslänge
a ₀	[mm]	Anfangsrisslänge
A	[m ²]	Fläche
A ₀	[mm ²]	Probenanfangsquerschnitt
A _i	[mm ²]	Tatsächlicher Probenquerschnitt im Inkrement i
A _a	[mm ²]	Flächeninhalt einer Phase auf einer Testfläche
A _A	[1]	Relativer Flächeninhalt (~Partikelvolumengehalt)
A _T	[mm ²]	Flächeninhalt der Testfläche
Δa	[mm]	Rissverlängerung
Δb	[mm]	Probenbreitenänderung
Δd	[mm]	Probendickenänderung
ΔL	[mm]	Probenlängenänderung
B, b	[mm]	Probendicke
b _i	[mm]	Probenbreite im Inkrement i
δ _I	[mm]	Rissöffnungsverschiebung bei Mode-I-Belastung
δ _{Ic}	[mm]	Kritische Rissöffnungsverschiebung

ε	[1]	Dehnung
D, d	[mm]	Probendicke
d_i	[mm]	Probendicke im Inkrement i
e	[1]	wahre Dehnung
E	[MPa]	Elastizitätsmodul
F	[N]	Kraft
\mathcal{G}	[J/m ²]	Energiefreisetzungrate
J	[J/m ²]	J-Integral
J_I, J_{II}, J_{III}	[J/m ²]	J-Integral bei Mode-I, II, III Belastung
J_{Ic}	[J/m ²]	Kritisches J-Integral
K	[MPa \sqrt{m}]	Spannungsintensitätsfaktor
K_I, K_{II}, K_{III}	[MPa \sqrt{m}]	K in Mode-I, II und III-Richtung
K_{Ic}	[MPa \sqrt{m}]	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor für Mode-I
L_0	[mm]	Probenanfangslänge
L_i	[mm]	Probenlänge im Inkrement i
Π	[J]	Elastisches Potential
R_e	[MPa]	Streckgrenze
σ	[MPa]	Spannung
σ_i	[MPa]	wahre Spannung im Inkrement i
σ_N	[MPa]	Nennspannung
s	[m]	Strecke
S_E	[MPa]	Varianz des Elastizitätsmodul
t	[s]	Zeit
U	[J]	Energie
V_a	[mm ³]	Partikelvolumen in einem Testvolumen
V_A	[1]	Partikelvolumengehalt

V_T	[mm ³]	Testvolumen
μ	-	Mittelwert
ν	[1]	Querkontraktionszahl
v	[m/s]	Geschwindigkeit
W	[mm]	Probenbreite (CT- & SENB-Probe)

Spezifische Einheiten

mJ	Millijoule
nm	Nanometer
mm	Millimeter

1 Einleitung

Die Nanotechnologie wird als eine der wichtigsten Technologien des 21sten Jahrhunderts angesehen. Mit ihr ist es möglich, neue Werkstoffe zu entwickeln, welche erhöhte Eigenschaften, wie beispielsweise Härte, Bruchfestigkeit und Zähigkeit aufweisen, bis hin zu neuen Werkstoffeigenschaften, die im Ausgangsmaterial nicht zu beobachten sind. Nanokomposite auf polymerer Basis selbst besitzen Eigenschaften, die zwischen denen von organischen Polymeren und anorganischen Keramiken liegen. Um die internationale Wettbewerbsfähigkeit der deutschen Automobilindustrie zu erhalten, wird der Einsatz der Nanotechnologie in Werkstoffen zu den Schlüsseltechnologien gehören. Auch für die Luftfahrtindustrie bestehen für die Nanotechnologie mittel- bis langfristig vielfältige Anwendungsmöglichkeiten [1, 2, 3]. In beiden Industrien ist die passive Sicherheit ein mögliches Anwendungsfeld für Nanokomposite. Ist ein Unfall nicht mehr vermeidbar, sieht das passive Sicherheitskonzept vor, die auftretenden Lasten auf die Fahrzeuginsassen zu verringern, um das Verletzungsrisiko zu senken [4, 5]. Für die deutsche Volkswirtschaft bedeutet eine Reduzierung sowohl der Verletztenrate als auch der Schwere der Unfallfolgen eine Reduzierung volkswirtschaftlicher Verletzungsfolgekosten (durch Todesfälle, Arbeitsunfähigkeit oder –ausfall) [6].

Im Falle eines Aufpralls, sei es ein Automobil, Hubschrauber oder Flugzeug, wirken mittlere Beschleunigungskräfte auf die Insassen, die sich mit folgender Faustformel

$$U = \int F ds \rightarrow F = \frac{U}{s} \rightarrow \bar{a} = \frac{v^2}{2s} \quad (1.1)$$

abschätzen lassen. Die Knautschzone s vermindert die Beschleunigung mit zunehmender Länge. Ist die Knautschzone durch den Crashvorgang „aufgebraucht“ wirkt die im Fahrzeug verbleibende Energie in Form stärkerer Beschleunigungen auf die Insassen. Die Knautschzone ist konstruktiv begrenzt (Bild 1.2) und kann nicht beliebig vergrößert werden. Auch die Aufprallgeschwindigkeit ist eine Größe auf die bedingt Einfluss genommen werden kann [7]. Insbesondere bei einem stark reduzierten Bauraum sind Anforderungen an die eingesetzten Materialien durch passive Crashesicherheit höher als bei konventionellen Fahrzeugen [8]. Über den Werkstoff kann die Energieabsorption der endlichen Knautschzone vergrößert werden. Hier besteht beispielsweise die Möglichkeit, durch den Einsatz von

Nanokompositen das spezifische Energieabsorptionsvermögen (1.2) von faserverstärkten Kunststoff-Crashabsorbern zu erhöhen.

$$\text{spez. abs. Energie} = \frac{\int F ds}{\text{zerstörte Bauteilmasse}} \quad (1.2)$$

Faserkunststoffverbunde (FKV) besitzen gegenüber Metallen ein höheres spezifisches Energieabsorptionsvermögen, wie in Bild 1.1 zu erkennen. So haben FKV-Absorber den Vorteil bei geringerem Gewicht die gleiche Menge an Energie zu absorbieren wie baugleiche Metallabsorber. Im anderen Grenzfall absorbieren FKV-Absorber mehr Energie bei gleichem Gewicht. Für neue Mobilitätskonzepte, in denen die Reduzierung der Fahrzeuggröße zu den Hauptkonstruktionsbedingungen gehört, besitzen die FKV für die passive Crashesicherheit ein hohes Potential, im begrenzten Bauraum ausreichend Energie zu absorbieren [9].

In Anbetracht der begrenzten fossilen Brennstoffe und der negativen Auswirkung des Treibhauseffekts hat die Politik die deutsche Automobilindustrie verpflichtet, den Kraftstoffverbrauch ihrer Fahrzeuge zu reduzieren [6, 8]. Die Reduzierung des Fahrzeuggewichts geht einher mit der Reduzierung des Verbrauchs und somit der Emission von schädlichen Treibhausgasen. Mit dem Hintergrund steigender Kraftstoffpreise sind verbrauchsarme Fahrzeuge attraktiver für die Konsumenten und somit wettbewerbsfähiger auf dem Fahrzeugmarkt. Jedoch ist eine Gewichtsreduktion der Fahrzeuge auf Kosten der passiven Sicherheit sowohl aus gesetzlichen Gründen als auch der Wettbewerbsfähigkeit nicht denkbar. In dieser Konfliktstellung von Verbrauchsreduzierung und passiver Sicherheit haben FKV durch ihr hohes spezifisches Energieabsorptionsvermögen und ihre hohen spezifischen Festigkeiten das Potential, diese Problemstellung zu lösen. Die Nanotechnologie stellt in Aussicht, das Absorptionsvermögen der Kunststoffmatrix und somit auch des FKV zu steigern.

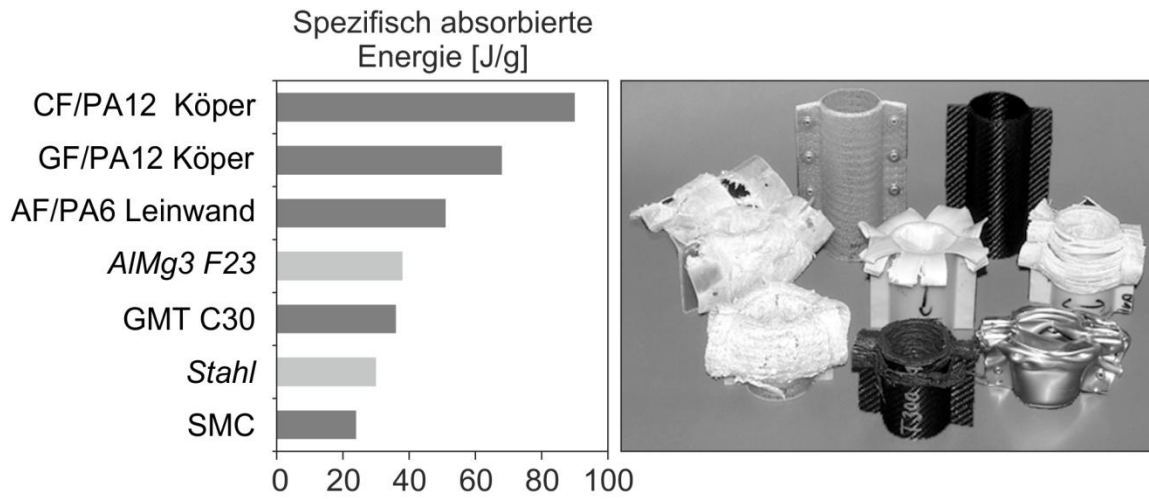


Bild 1.1: Spezifisch absorbierte Energie von Crashabsorbieren aus Stahl, Aluminium und Faserkunststoffverbunden (FKV) [10, 11]

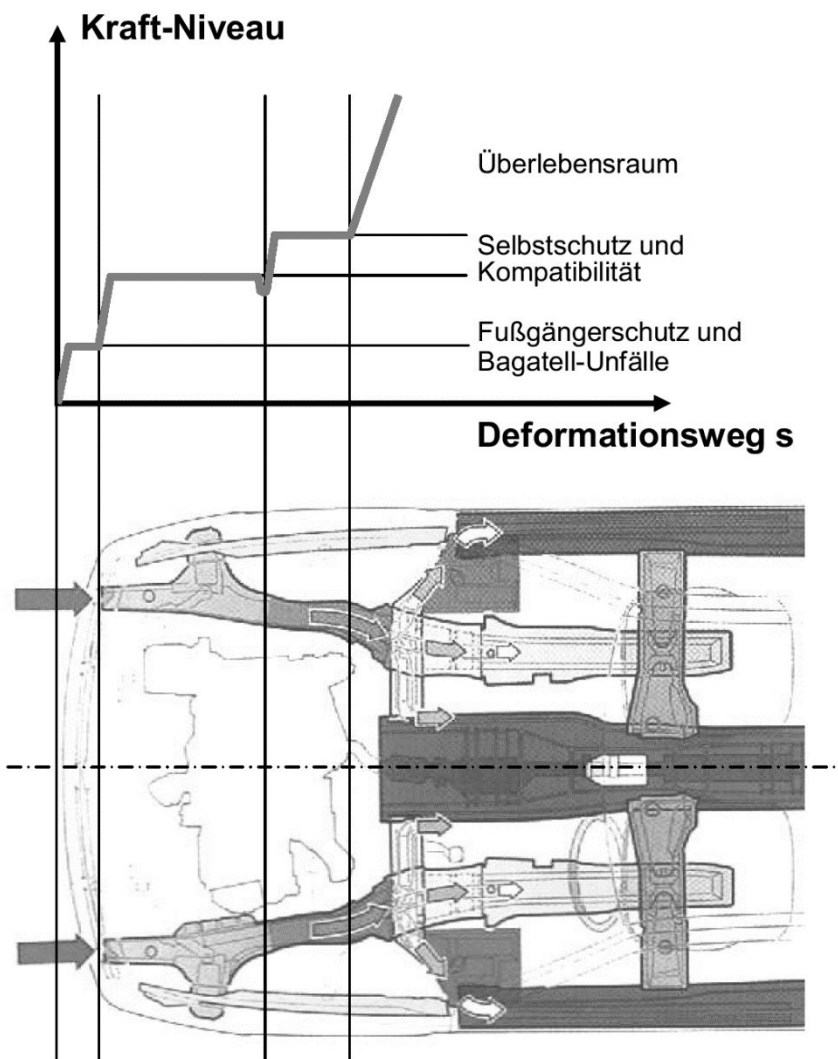


Bild 1.2: Kraft-Niveau der vorderen Knautschzone eines PKW [6]

2 Grundlagen

2.1 Polyamid 66

Aus der Werkstoffgruppe der Kunststoffe handelt es sich bei dem in dieser Arbeit verwendeten Polyamid 66 um einen Thermoplast. Ein Unterscheidungsmerkmal gegenüber den Duroplasten und Elastomeren ist die beliebig häufige Schmelz- bzw. Erweichbarkeit der Thermoplaste. Sie bestehen aus langkettigen Makromolekülen, welche durch Verschlaufungen und Sekundärbindungen zusammenhalten. Polyamid 66 zeichnet sich durch eine große Härte, Steifigkeit, Abriebfestigkeit und Formbeständigkeit in der Wärme aus. Es besitzt eine wirtschaftliche Verarbeitbarkeit und hat eine hohe Beständigkeit gegen Lösemittel, Kraftstoffe und Schmiermittel. Polyamid 66 nimmt 38 % der weltweiten Produktion von Polyamiden nach Polyamid 6 (59 %) ein. Die mechanischen Eigenschaften hängen direkt von der molaren Masse, dem Kristallinitätsgrad und dem Feuchtigkeitsgehalt ab, was sich indirekt im experimentellen Versuch durch eine Abhängigkeit der Temperatur, Dehnrate und des Feuchtigkeitsgehalts bemerkbar macht. Bezüglich des Feuchtegehalts sind in der Tabelle 2.1 für einige mechanische und physikalische Eigenschaften des Polyamids 66 Unterschiede zwischen dem trockenen und konditionierten Zustand dargestellt. Im trockenen Zustand sind alle Polyamide hart und mehr oder weniger spröde. Mit zunehmendem Wassergehalt nimmt die Zähigkeit und Verschleißfestigkeit zu [12]. Für Bruchuntersuchungen erfordert insbesondere die feuchtigkeitsbedingte Zähigkeitssteigerung einen definierten Probenzustand zu schaffen.

Polyamid 66 gehört zu den teilkristallinen Thermoplasten, in welchen die Molekülketten in kristalliner und amorpher Struktur vorliegen. Beide Strukturen besitzen unterschiedliche Freiheitsgrade der Molekülkettenbewegung, woraus sich die Abhängigkeit des mechanischen Verhaltens von dem Kristallinitätsgrad ableitet. Die entsprechende Mechanik auf Molekülebene ist in Bild 2.1 dargestellt. [12, 13]

Tabelle 2.1. Chemische, mechanische und physikalische Eigenschaften von Polyamid 66 (hier. Schulamid 66 MV2) [14]

Eigenschaft	tr./kond.	Einheit	Prüfnorm
Zug-Modul	3000 / 1500	MPa	ISO 527-1/-2
Streckspannung	85 / 60	MPa	ISO 527-1/-2
Streckdehnung	4 / 15	%	ISO 527-1/-2
Nominelle Bruchdehnung	15 / >50	%	ISO 527-1/-2
Charpy-Schlagzähigkeit ¹ (+23°C)	N / N	kJ/m ²	ISO 179/1eU
Charpy-Kerbschlagzähigkeit (+23°C)	5 / 12	kJ/m ²	ISO 179/1eA
Schmelztemperatur (10°C/min)	263 / *	°C	ISO 11357-1/-3
Glasübergangstemperatur	50 / *	°C	ISO 11357-1/-2
Dichte	1140 / -	kg/m ³	ISO 1183

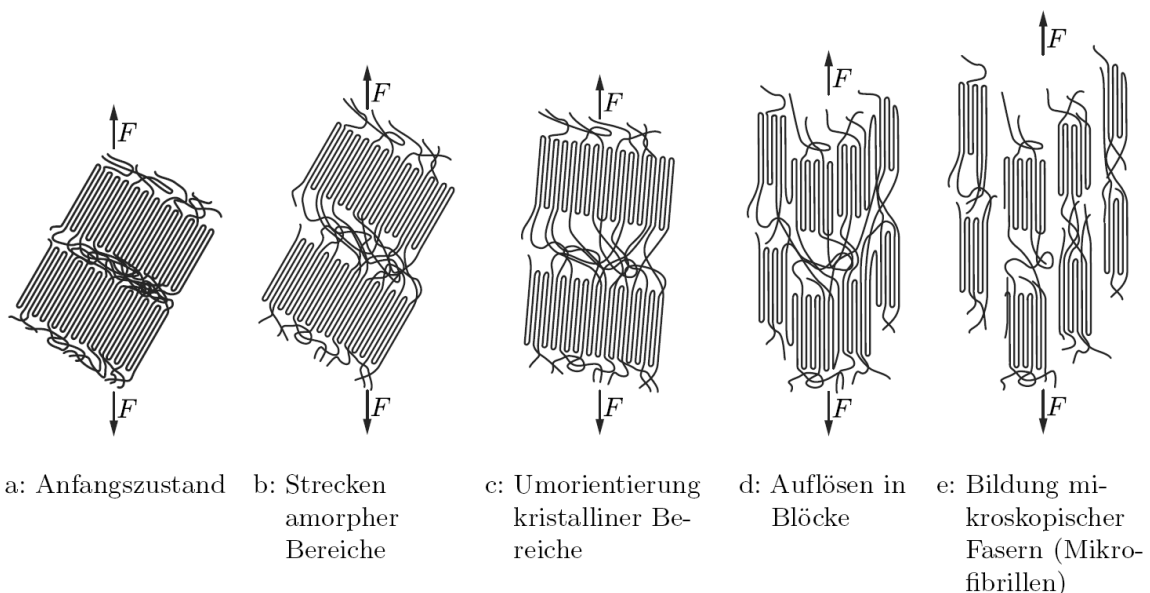


Bild 2.1: Verformungsstadien eines teilkristallinen Thermoplasten [13]

¹ N : Die Probe ist im Versuch nicht zerbrochen.

2.2 Nanopartikel und -komposite

Als Nanokomposite werden Verbundwerkstoffe bezeichnet, in denen ein oder mehrere Bestandteile aus Nanopartikeln bzw. Nanostrukturen bestehen [15, 16]. Unter Nanopartikel bzw. Nanostrukturen fallen alle Partikel bzw. Strukturen, welche mindestens in einer Dimension kleiner als 100 nm sind [2]. Bei Nanopartikeln ist zwischen Aggregaten und Agglomeraten zu unterscheiden. Wie Bild 2.2 darstellt, handelt es sich bei Aggregaten um einzelne nahezu untrennbare Partikel, welche auch als Primärpartikel bezeichnet werden. Agglomerate bilden sich durch Anziehungskräfte aus Primärpartikeln und lassen sich in diese zerteilen. [17]

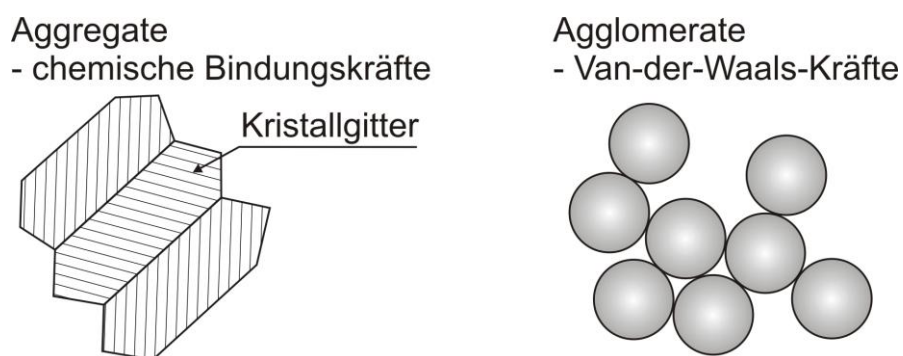


Bild 2.2: Aggregate und Agglomerate

Bezüglich ihrer geometrischen Ausprägung lassen sich Nanopartikel in drei Strukturen einteilen. Punktförmige Strukturen sind in allen drei Raumrichtungen kleiner als 100 nm, linienförmige Strukturen haben nur eine charakteristische Ausdehnung, die größer als 10 nm ist, und Schichtstrukturen besitzen lediglich eine nanoskalige Schichtdicke. Gesondert werden nanoskalige Poren („inverse Nanostrukturen“) und komplexe Strukturen betrachtet. Bei letzteren handelt es sich um supramolekulare Strukturen, welche unter geeigneten Bedingungen spontan ohne äußere Steuerung entstehen. Zu solchen komplexen Strukturen gehören beispielsweise Flüssigkristalle und Desoxyribonukleinsäure (DNA). [2, 3]

Mit Nanopartikeln lassen sich chemische, elektrische, physikalische, mechanische oder tribologische Eigenschaftsänderungen von Kunststoffen erzielen. Polymere Nanokomposite sind somit, entsprechend ihrem Anwendungsziel optimierte, im Einsatz befindliche Kunststoffe. Bekannte Änderungen der mechanischen Eigenschaften umfassen eine Steigerung der Bruchzähigkeit, Schlagzähigkeit, Zugfestigkeit, Duktilität und Steifigkeit [2, 15, 16, 18 – 23].

Nanokomposite können durch vier grundsätzliche Verfahren hergestellt werden, von denen das Direktmischen zu den etablierten Methoden für die Verarbeitung von Thermoplasten gehört. Das Kompoundieren ist eine dieser Methoden und bietet die Möglichkeit, Produkte schnell an den Markt zu bringen. In diesem Verfahren werden die Nanopartikel mit der hochviskosen Polymerschmelze in einem Extruder oder einem Kneiter dispergiert. Ziel der Kompoundierung ist eine möglichst homogene Dispersion der Primärpartikel. Der Prozess bis zum fertigen Nanokomposit, welcher in Bild 2.3 abgebildet ist, besteht aus dem Füllen des Thermoplasten mit Nanopartikeln zu einem Masterbatch. Ein erneutes Extrudieren des Masterbatchs soll die vorhandenen Agglomerate zerkleinern und in der Matrix dispergieren. Zur Herstellung eines Nanokomposit mit einem definierten Partikelvolumengehalt wird das Masterbatch durch Hinzugabe ungefüllten Materials verdünnt. Durch das Direktmischen erfährt der Thermoplast eine hohe thermische und mechanische Belastung, in dessen Folge das Material degradiert und seine mechanischen Eigenschaften verändert. [17]

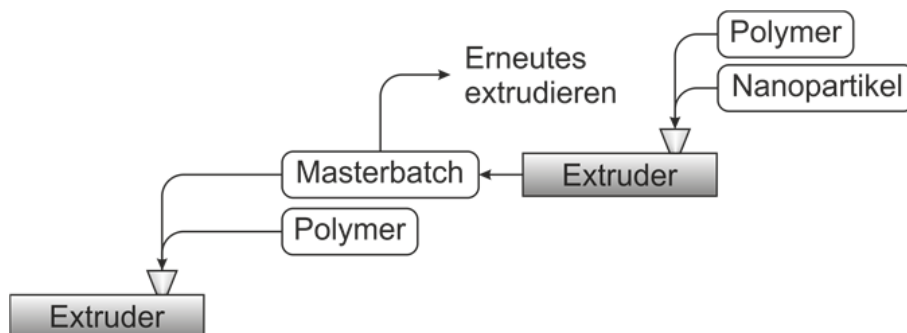


Bild 2.3: Kompoundierung von Nanokompositen

2.3 Bruchmechanische Grundlagen

Die Quantifizierung des Risswiderstands durch bruchmechanische Kennwerte ist abhängig vom mechanischen Werkstoffverhalten (Bild 2.4). Grundlegend wird zwischen der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) und der Elasto-Plasto-Bruchmechanik (EPBM) unterschieden. Erstere beschreibt einen Riss in einem rein linear-elastischen Material und ist nur unter der Bedingung sehr geringer plastischer Verformung anwendbar. Werkstoffe mit ausgeprägter plastischer Verformung lassen sich durch Konzepte aus der Fließbruchmechanik beschreiben. Die Beschreibung des Risswiderstandes durch einen Kennwert ist dabei bezogen auf einen von drei Bruchmodi (Bild 2.5). Sie beschreiben Grundbelastungsarten, welche zum instabilen Risswachstum führen können. Ihre Einteilung erfolgt über die kinematische Verschiebung der Rissflanken. Die Belastungen unter:

- Modus I führen zum Öffnen der Rissflanken senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung.
- Modus II führen zu einem entgegengesetzten Verschieben der Rissflanken in Richtung der Rissausbreitungsrichtung.
- Modus III führen zu einem entgegengesetzten Verschieben der Rissflanken quer zur Rissausbreitungsrichtung.

Beginnend von rein elastisch bis zu einer stark ausgeprägten Duktilität des Materials sind die wichtigsten bruchmechanischen Konzepte, das K-Konzept (Spannungsintensitätsfaktor), das J-Integral und die Rissöffnungverschiebung (CTOD) zu nennen, welche sich mit Hilfe einer Compact-Tension-Probe unter Mode-I-Belastung ermitteln lassen. Das K-Konzept und das J-Integral gehen ebenfalls von einem linear-elastischen Material im Ansatz aus, wobei das J-Integral auch auf duktile Werkstoffe anwendbar ist, solange die plastische Zone an der Rissspitze gegenüber den Probenabmessungen vernachlässigbar klein ist. Bei ausgeprägter plastischer Verformung der Bruchprobe ist das CTOD-Konzept anwendbar, welches sich definitionsbedingt auf den Bruchmodus I beschränkt [24 – 27].

Die Bruchmechanik geht beim Riss von einer makroskopisch geschärften Kerbe aus, dessen Spannungsfeld in Rissspitzennähe von einer Singularität dominiert wird. Demgegenüber stehen rissähnliche Kerben mit einem hinreichend kleinen Kerbradius. Bei diesen treten sehr große Spannungen auf, welche gegenüber der Rissspitze im Kerbgrund immer beschränkt und nicht singular sind. Die Erstellung

eines möglichst scharfen natürlichen Risses ist somit das Ziel der Herstellung des Initialrisses in den Bruchproben. Bei Kunststoffen wird der Riss durch das Einschlagen einer Rasierklinge in die Probe hergestellt. Das bloße Eindringen bzw. Einschneiden in den Werkstoff reicht nicht, da die Rasierklinge dadurch eine Kerbe hinterlässt und keinen natürlichen Anriss. Letzteres ist nur zulässig, wenn der Werkstoff selbst beim Unterschreiten der Glasübergangstemperatur über eine derart hohe Duktilität verfügt, dass kein natürlicher Anriss durch das Einschlagen hergestellt werden kann [28, 29, 30, 31].

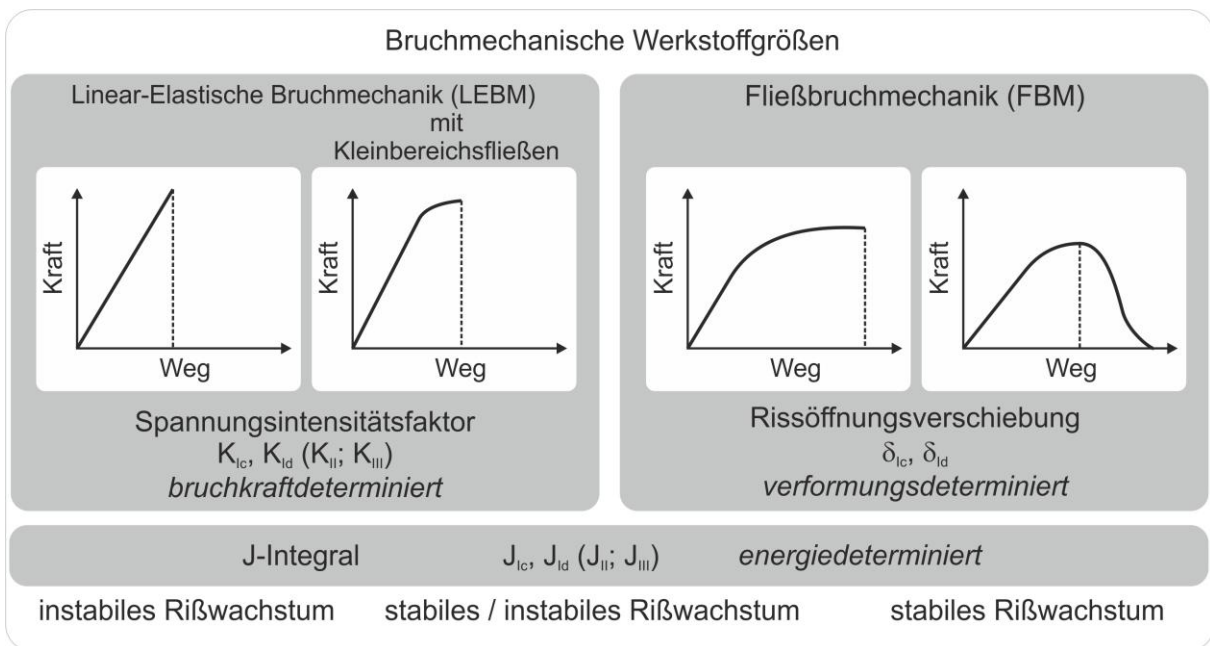


Bild 2.4: Möglichkeiten der bruchmechanischen Kennwertermittlung nach [24]

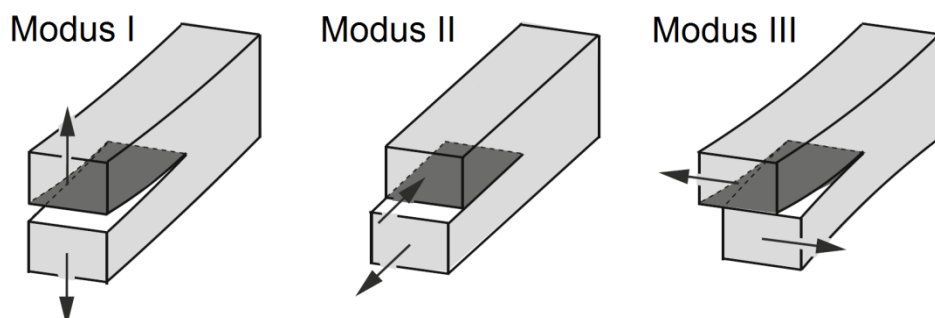


Bild 2.5: Grundbelastungsarten mit Möglichkeit auf instabiles Rißwachstum [25]

2.3.1 Bruchmechanische Konzepte

2.3.1.1 K-Konzept

Die Bruchmechanik geht beim Riss von einer makroskopisch geschärften Kerbe aus, deren Fortschritt durch die Freisetzung von Energie (Energiefreisetzungsrates) ausgedrückt werden kann. Ausgehend von der Kerbe ist eine Kerbspannung definierbar (Spannungsintensitätsfaktor). Für linear-elastisches Verhalten wird davon ausgegangen, dass so viel elastische Energie im Körper gespeichert wird, bis diese ausreicht, um die Bildungsenergie für die Bruchfläche zu liefern. Die benötigte kritische Energie wird als kritische Energiefreisetzungsrates \mathcal{G}_c bezeichnet. Dies ist an die ursprüngliche Überlegung von A.A. Griffith (1892-1963) angelehnt, welche in die Beschreibung des Rissfortschritts die dafür erforderliche Energie einführte. Im allgemeinen Fall bezieht sich die auf einen infinitesimalen Rissfortschritt dA freigesetzte Energie $-d\Pi$ und wird Energiefreisetzungsrates genannt.

$$\mathcal{G} = - \frac{d \Pi}{d A} \quad (2.1)$$

Im ebenen Problem bezieht sich $-d\Pi$ auf die Einheitsdicke und mit der infinitesimalen Rissverlängerung wird aus (2.1) die Gleichung (2.2) [28].

$$\mathcal{G} = - \frac{d \Pi}{d a} \quad (2.2)$$

Im linear elastischen Fall kann die Energiefreisetzungsrates durch die Spannungsintensitätsfaktoren beschrieben werden. Im Beispiel für die Modus-I-Belastung gilt [28]:

$$\mathcal{G} = \begin{cases} \frac{K_I^2}{E} & ESZ \\ (1 - \nu^2) \frac{K_I^2}{E} & EVZ \end{cases} \quad (2.3)$$

Bei einem nicht linear-elastischen Materialverhalten, bei dem plastische Zonen in der Risspitze auftreten, ist diese Betrachtung nicht mehr ausreichend genau. Hierbei schafft das J-Integral Abhilfe. Es beschreibt den Teil des Energieflusses bei Verformung, der durch ein geschlossenes Gebiet um die Risspitze fließt und dort nicht gespeichert wird, sondern bei der Risserweiterung dissipiert. Im Falle des

linearen Verformungsverhaltens geht der J-Wert in die Energiefreisetzungsrate \mathcal{G} über [29].

Wie in Bild 2.4 dargestellt, fallen unter die Linear-Elastische-Bruchmechanik Werkstoffe, die ein rein linear-elastisches Verhalten aufweisen oder dessen plastischer Bereich gering gegenüber dem elastischen ausfällt (Kleinbereichsfließen). Das LEBM-Konzept beschreibt den Spannungszustand in der Nähe der Risspitze durch den Spannungsintensitätsfaktor K_i ($i = I, II, III$). In Gleichung (2.4) des Spannungsintensitätsfaktors wird die endliche Größe des Prüfkörpers und die Rissgeometrie durch eine Geometriefunktion berücksichtigt. [24, 32]

$$K = \sigma_N \sqrt{\pi a} f(a/W) \quad (2.4)$$

σ_N Nennspannung

a Risslänge

W Prüfkörperbreite

Der kritische Spannungsintensitätsfaktor definiert den Punkt, bei dem instabiles Risswachstum eintritt. Daraus ergibt sich die Bruchbedingung:

$$K_i \leq K_{ic} \quad \text{mit } i = I, II, III \quad (2.5)$$

Diese besagt, dass die Bruchsicherheit des Bauteils gewährleistet ist, solange der Spannungsintensitätsfaktor den kritischen Wert nicht überschreitet. In die Gleichung (2.4) geht die Breite der Probe nicht ein, was bedeutet, dass der Rissfortschritt als 2-dimensionaler Fall betrachtet wird und ein ebener Dehnungszustand in der Risspitze vorausgesetzt wird. Dies ist in der Realität in guter Näherung der Fall, wenn die Probendicke bezüglich der Probenweite und Risslänge groß genug ist. Ist dies nicht gegeben, werden Seitenkerben empfohlen [33].

2.3.1.2 J-Integral

Das J-Integral definiert die Energiefreisetzungsrate als Differenz zwischen der elastisch gespeicherten Energie im Körper und der elastischen Energiedichte $w = \int \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}$, welche sich aus der äußeren Arbeit ergibt. Deren Einheit ist Energie durch Fläche. In einem kerbfreien Körper ist $J = 0$. Mit der in Bild 2.6 dargestellten Rissgeometrie ist J^2 definiert als:

$$J = \int_C \left[w dx_2 - \left(\underline{\underline{\sigma}} \cdot \frac{\partial \underline{u}}{\partial x_1} \right) \cdot \underline{n} ds \right] \quad (2.6)$$

C ist eine geschlossene Kurve um die Risspitze. Sie muss die Risspitze umschließen, ist jedoch in ihrem Verlauf unabhängig. Die Praxis zeigt (beispielsweise bei FE-Simulationen), dass es sinnvoll ist, den Integrationspfad nicht zu nah an die Risspitze zu setzen. Dieser sollte am besten im elastischen Bereich liegen, welcher den plastischen Bereich der Risspitze umschließt [13].

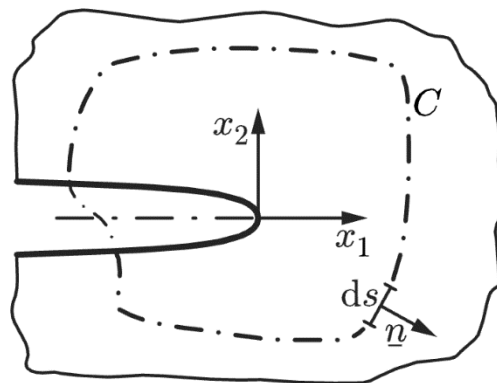


Bild 2.6: Koordinatensystem und Integrationspfad für das J-Integral [13]

Wird die Definition des J-Integrals betrachtet, so zeigt sich, dass hierbei ein homogener Spannungszustand bzw. Rissfortschritt über die Probendicke angenommen wird. J^3 kann ebenfalls durch

$$J = -\frac{1}{B} \frac{dU_v}{da} \quad (2.7)$$

² \underline{u} :
 \underline{n} : Normalenvektor auf der Kurve C (Bild 2.6)

Verschiebungsvektor

³ U_v :
 B :
 a : Risslänge

Verformungsenergie
 Probenbreite

ausgedrückt werden [34]. Nach Gleichung (2.7) ergibt sich das J-Integral aus der Veränderung der Verformungsenergie über den Rissfortschritt. Bei einer konstanten Probendicke B ergibt sich hierbei die Fläche zu $B \cdot da$. Ermitteltbar ist die Verformungsenergie aus einem Kraft-Weg-Verlauf. Die konstante Breite B ist durch die genormte Probengeometrie vorgegeben. Bei dem definierten Rissfortschritt da ist zu beachten, dass die Rissfront im Idealfall eine gerade Linie bildet.

2.3.1.3 Crack-Tip-Opening-Displacement-Konzept (CTOD)

Das CTOD-Konzept beruht auf der Annahme, dass bei duktilem Werkstoffverhalten der Bruchvorgang nicht mehr von der Spannungsintensität, sondern von der plastischen Verformung vor der Rissspitze kontrolliert wird. Ein Maß dafür ist die Aufweitung an der Rissspitze, die als Rissspitzenverschiebung oder Rissöffnung δ bezeichnet wird. Dies wird in Bild 2.7 dargestellt, welches Gleichungen für die plastische δ_{pl} ⁴

$$\delta_{pl} = \frac{v_p}{1 + n \left(\frac{a+z}{W-a} \right)} \quad (2.8)$$

und die elastische δ_{el} ⁵

$$\delta_{el} = \frac{K^2 (1 - \nu^2)}{2R_e E} \quad (2.9)$$

Rissöffnung enthält. Die Rissöffnung δ ergibt sich aus der Addition beider Anteile. Die Bruchbedingung

$$\delta_I \leq \delta_{Ic} \quad (2.10)$$

erfolgt durch die kritische Rissöffnung δ_c , welche durch die Kerbaufweitung v_c definiert wird. Mit Erreichen der kritischen Rissöffnung setzt instabiles Bruchversagen ein [24, 25, 32].

⁴ v_p : plastische Kerbaufweitung (Bestimmung anhand Kraft-Kerbaufweitung-Kurve)
 z : Abstand des Wegaufnehmers
 n : Rotationsfaktor (beschreibt die Lage des Drehpunktes im Restquerschnitt; i.d.R. $n = 2,5$)

⁵ K : Spannungsintensitätsfaktor
 ν : Querkontraktionszahl
 R_e : Streckgrenze
 E : Elastizitätsmodul

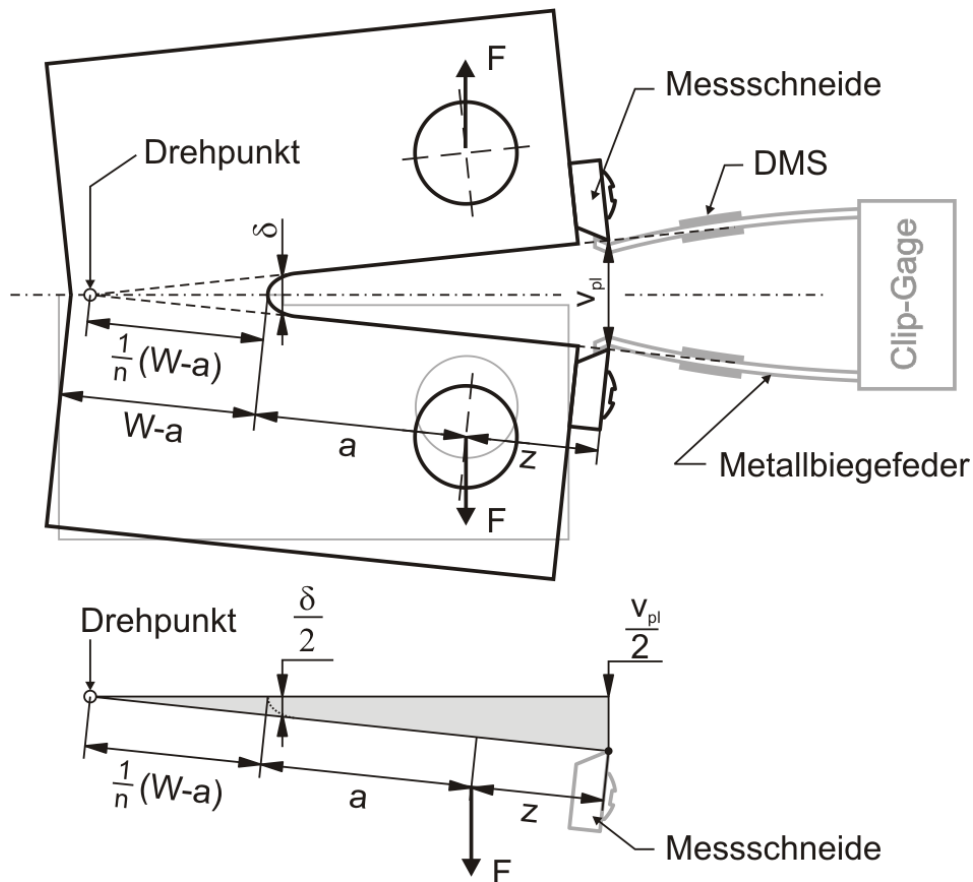


Bild 2.7: Geometrie der Rissausbreitung einer CT-Probe [25]

2.3.2 Geometriebedingte Einflüsse

In Bild 2.8 (b) wird die Form der plastischen Zone um die Risspitze einer gekerbten Probe dargestellt. Diese ist im Randbereich größer als im inneren Bereich, bei der die Querkontraktion durch das umliegende Material behindert wird. Da eine plastische Verformung mit Energiedissipation verbunden ist, nimmt der Widerstand gegen den Rissfortschritt mit abnehmender Probendicke durch den Randeinfluss zu [13]. Die Auswirkung dieses Einflusses zeigt das Bild 2.8 (a). Mit Zunahme der Probenbreite nehmen die Risswiderstandsbeiwerte ab und nähern sich einem konstanten Wert an. Wie in Bild 2.8 (c) zu erkennen, führt der inhomogene Verzerrungszustand über die Probenbreite zu einer sichelförmigen Rissfront, deren Ausprägung sich mit abnehmender Probendicke verstärkt.

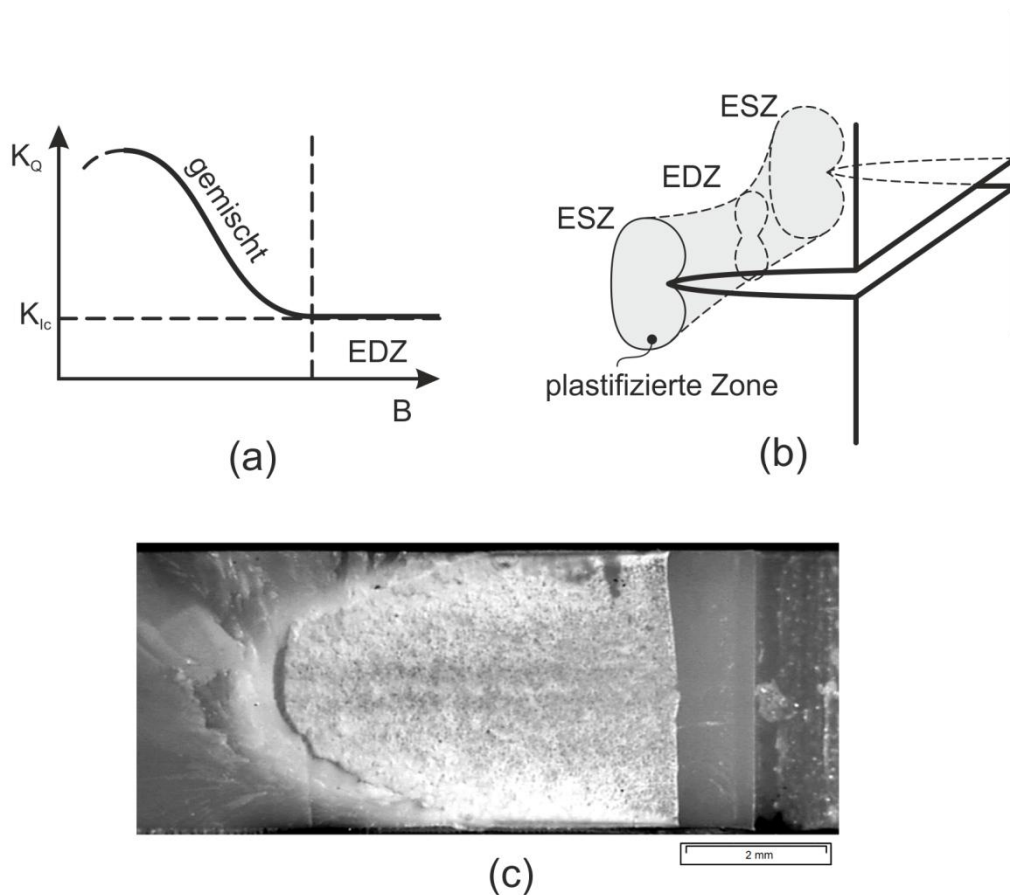


Bild 2.8: (a) Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors von der Probenbreite und (b) Größe und Form der plastischen Zone an der Rissspitze [13]; (c) Sichelförmige Ausprägung der Rissfront in einer CT-Probe aus PA 66

2.3.3 Stabiles und instabiles Risswachstum

Der Risswiderstand G ist in seltenen Fällen konstant, sondern in Abhängigkeit des Rissfortschrittes Δa in Form einer monoton ansteigenden Risswiderstandskurve $R(\Delta a)$, wie in Bild 2.9 a, darstellbar. Gründe für dieses Verhalten sind sowohl die Bewegung und Größenänderung der plastischen Zone, als auch die aus dem Material stammenden unterschiedlichen Spannungshistorien aus Be- und Entlastung. Insbesondere die Spannungs-Dehnungs-Beziehung von Thermoplasten ist in ihren verschiedenen Verformungsstadien unstetig [12]. Die genaue Beschreibung der Risswiderstandssteigerung durch die genannten Phänomene gestaltet sich als sehr komplex, sodass die Zunahme des Risswiderstandes mit zunehmendem Risswachstum experimentell bestimmt wird [28].

Im vorliegenden Fallbeispiel in Bild 2.9 sei ein Riss in der Ebene unter Mode I Belastung angenommen. Der energetische Zustand in der Rissspitze lässt sich durch

die Rissausbreitungskraft $\mathcal{G}(F, a)$ in Abhängigkeit der Belastung F und der Risslänge a beschreiben. Die Größe des Rissfortschritts ist durch die Gleichgewichtsbedingung

$$\mathcal{G}(F, a) = R(\Delta a) \quad (2.11)$$

zwischen der Rissausbreitungskraft und des Risswiderstands festgelegt. In den Fallbeispielen in Bild 2.9 führt der Belastungszustand F_1 nicht zu einer Rissausbreitung, da kein Schnittpunkt mit der Risswiderstandskurve besteht. In diesem Fall ist, ausgedrückt durch (2.12), die Energiefreisetzungsrate geringer als die für die Rissinitiierung benötigte \mathcal{G}_{ic} . [28]

$$\mathcal{G}(F_1, a_0) < R(0) = \mathcal{G}_{ic} \quad (2.12)$$

Ein stabiles Risswachstum liegt vor, wenn bei konstanter Last der Risswiderstand mit zunehmender Risslänge stärker ansteigt als die Rissausbreitungskraft,

$$\left. \frac{\partial \mathcal{G}}{\partial a} \right|_{F=\text{konst}} < \frac{dR}{da} \quad (2.13)$$

wie es im Belastungsbeispiel F_2 in Bild 2.9 der Fall ist. In einem gedanklichen Experiment an einer Bruchprobe würde in diesem Fall der Riss nicht selbstständig weiter wachsen, wenn die Prüfmaschine bzw. die Belastung angehalten wird. Die Grenze des stabilen Risswachstums wird im Belastungsfall F_c erreicht, wenn die Energiefreisetzungsrate größer als der Risswiderstand ist. Ab diesem Punkt beginnt sich der Riss dynamisch auszubreiten. Würde im Gedankenexperiment die Prüfmaschine nach Überschreiten dieses Punkts gestoppt werden, würde das Risswachstum weiter fortschreiten bis die in der Probe vorhandene Energie aufgebraucht ist und / oder diese komplett zerbrochen ist. [28]

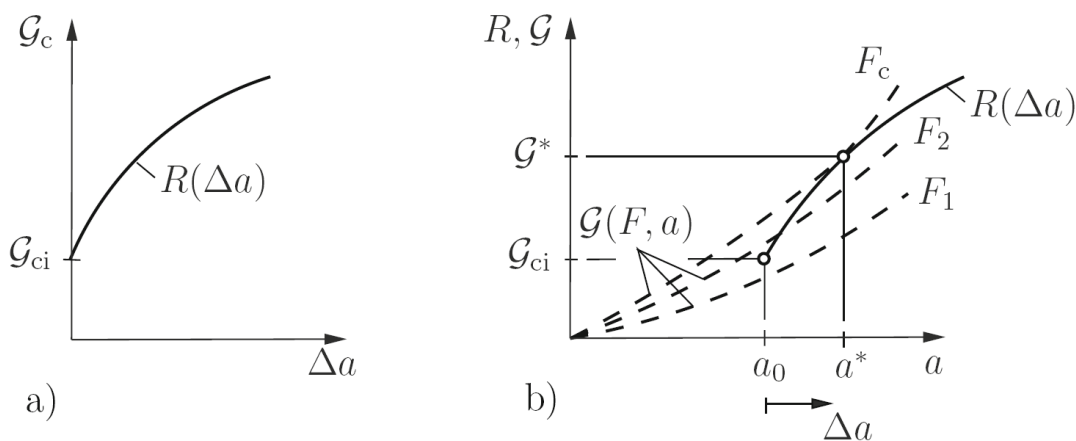


Bild 2.9: a) Risswiderstandskurve und b) stabiles Risswachstum [28]

2.3.4 Zäh- und Spröbruch

Ein zäher (duktiler) Bruch kündigt sich durch plastische Verformung an bzw. beinhaltet eine plastische Verformung der Riss Spitze. Der Spröbruch tritt hingegen ohne vorherige plastische Verformung auf. Eine in der Praxis verwendete Definition lässt eine plastische Verformung unterhalb von 0,1% zu. In der linearelastischen Bruchmechanik wird dies unter der Bezeichnung Kleinstbereichsfließen definiert. Ein Spröbruch beinhaltet die Rissinitiierung und die Rissausbreitung, welche Geschwindigkeiten bis zur Schallgeschwindigkeit des zerbrechenden Materials erreichen kann. Die Bruchart gibt begrenzt sowohl eine Auskunft über stabiles und instabiles Risswachstum als auch über die Rissausbreitungsgeschwindigkeit. Ein Spröbruch kann bei geringer Rissausbreitungskraft kontrolliert in Stufen ablaufen und einem quasi-stabilen Risswachstum entsprechen. Ein zäher Bruch kann selbstständig beschleunigt durch das Material verlaufen. [24, 26, 28]

2.3.5 Kurzzeitdynamische Bruchmechanik

Eine Betrachtung der Rissausbreitung unter kurzzeitdynamischer Belastung ist deshalb von Interesse, da durch hohe Verzerrungsraten das Bruchverhalten wesentlich beeinflusst wird. Im Falle des visko-elastischen Verhaltens von Polyamid 66 führen höhere Verzerrungsraten zu einer Abnahme des plastischen und viskosen Fließens. Das Material wird nach außen hin spröde. [28]

Die Betrachtung einer dynamischen Belastung eines stationären Risses nach dem K-Konzept wird dadurch erschwert, dass die Bruchzähigkeit von der Belastungsrate \dot{K}_I des Spannungsintensitätsfaktors abhängig ist. Anders ausgedrückt ist die Risszähigkeit abhängig von der Zeit. Bild 2.10 zeigt hierzu exemplarisch das Kraft-Zeit- und Spannungsintensitätsfaktor-Zeit-Antwortverhalten einer 3-Punkt-Biegeprobe unter idealer Stoßbelastung. Es ist zu erkennen, dass aus der momentanen Größe von F nicht auf die momentane Größe von K_I geschlossen werden kann. Bei einem solchen Versuch kommt es zu ein- oder mehrfachen Kontaktverlust zwischen Probe und Fallgewicht. [28]

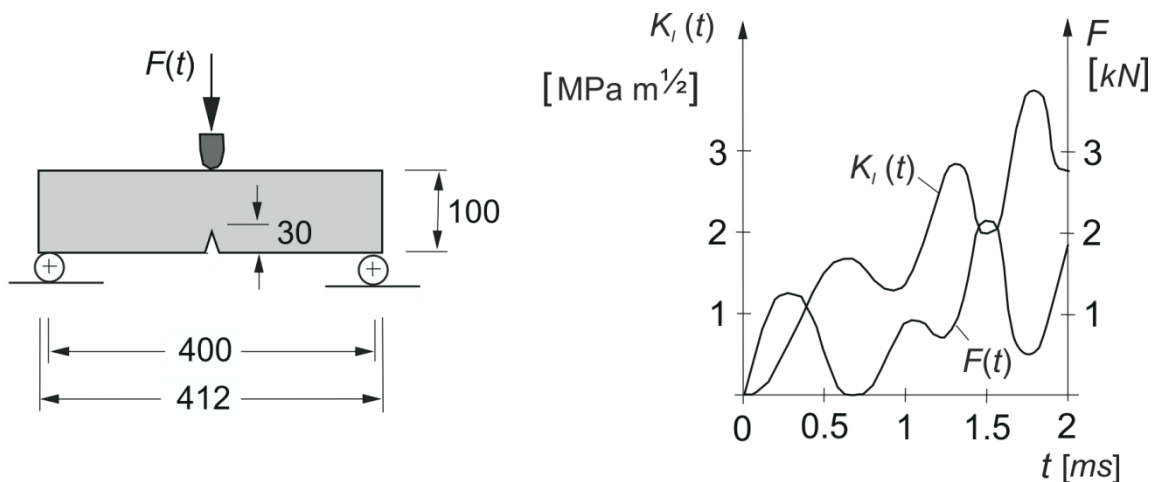


Bild 2.10: Stoßbelastung einer 3-Punkt-Biegeprobe [28]

Es gibt unterschiedliche Herangehensweisen an dieses Problem. Die ISO 17281 beschreibt den Einsatz einer mechanischen Dämpfungsschicht auf der Probe, welche die dynamischen Effekte abmildern soll. Die Norm geht von einer konstanten Belastungsgeschwindigkeit der Probe aus und engt ihre Abweichung über den Versuchsverlauf auf 10 % ein. Auch soll die Schwingungsamplitude der Kraftkurve nicht mehr als 10 % von einer Regressionsfunktion abweichen. Sind nach der Norm diese Bedingungen erfüllt, lässt sich der Spannungsintensitätsfaktor nach der Norm ISO 13586 bestimmen.

In [35] und [36] wird der dynamische Spannungsintensitätsfaktor aus einem quasistatischen und einem dynamischen Anteil berechnet. Für den dynamischen Anteil werden Schlüsselkurven verwendet, die analytisch auf Grundlage eines Massefedermodells berechnet werden. Entwickelt wurde das Modell für Metalle und ist daher nicht vollständig für alle Kunststoffe anwendbar. Dies wird in [36] für den Fall von modifiziertem PVC behandelt.

Eine andere Betrachtungsweise der Risszähigkeit stellt das J-Integral dar. Im Gegensatz zum K-Konzept wird hierbei nicht die Kraft, sondern die in der Probe befindliche Energie verwendet. Dies hat den Vorteil, dass der Bruch bzw. der Rissfortschritt auf die Energie bezogen wird. Dadurch kann der Versuch dynamische Effekte enthalten. Hierbei sollten die Proben jedoch einen stabilen Rissfortschritt aufweisen [37]. Eine richtige Risswiderstandskurve stellen die Versuche nur dar, wenn die Proben durch die Belastung nicht zerbrechen, um eine Beziehung zwischen Energie und Rissfortschritt aufzeigen können [29]. Zerbrechen die Proben in diesem Versuch, so zeigt jedoch [37], dass eine Beziehung der scheinbar stabilen

Bruchfläche zur Energie besteht. Mit dieser Bruchfläche ist die Fläche gemeint, welche sich zwischen dem Initialanriss und der Sprödbbruchfläche befindet.

2.3.6 Bruchmechanische Prüfmethode von angerissenen Prüfkörpern

Unter den verschiedenen Prüfmethode handelt es sich bei der Kompaktzug-Prob (CT-Prob) und der Single-Edge-Notched-Bending-Prob (SENB-Prob) um zwei etablierte Prüfmethode für die Kennwertermittlung unter Mode-I-Belastung. Mechanisch betrachtet handelt es sich bei diesen Proben um Drei-Punkt-Biegeproben mit einem scharfen Anriss. Die geometrischen Abmessungen der Proben, Auflager und Belastungspunkte sind durch entsprechende Normen definiert. Ihr Vorteil liegt darin, dass bei Einhaltung der geometrischen Randbedingungen analytische Lösungen für den Belastungszustand in der Risspitze vorliegen. Hinsichtlich der Kennwertermittlung gibt es unter Voraussetzung der Gültigkeitsbedingungen keinen Unterschied im Ergebnis zwischen CT- und SENB-Proben.

Die Messung der Bruchzähigkeit bei höheren Belastungsgeschwindigkeiten stellt an die Prüfvorrichtung höhere Anforderungen als im quasistatischen Fall. Das Bild 2.11 zeigt einen Vorschlag aus der ASTM 1820-08a für die kurzzeitdynamische Prüfung von CT-Proben. Deren kurze Beschreibung nennt auch den Grund, warum dieses Konzept nicht verwendet wurde. Die Prob ist wie in Bild 2.11 in zwei Rahmen⁶ eingespannt. Ein beweglicher Rahmen wird linear durch den mit dem Fundament verbundenen Rahmen geführt. Die Probenbelastung resultiert durch den Aufprall eines Gewichts auf den beweglichen Rahmen, der beschleunigt wird und der dadurch die Prob auseinander zieht. Um definierte Rissöffnungen zu erzielen, kann der bewegliche Rahmen durch einen Block in seiner Bewegung gestoppt werden. Ebenfalls mit in Bild 2.11 eingezeichnet ist ein Dämpferelement aus Aluminium, welches den harten Stoß abdämpfen soll. In Vorversuchen wiesen CT-Proben aus Polyamid 6 geringe Bruchenergien auf. Ebenfalls zeigten die Versuche eine Versprödung des Materials mit steigender Belastungsrate, was zu abnehmenden Bruchenergien führte. Die zu beschleunigende Masse des beweglichen Rahmens könnte jedoch zu einem Problem bei der Prüfung der Proben werden, da nur für deren ausreichende Beschleunigung mehr Energie erforderlich ist, als die Prob zum

⁶ Es handelt sich in diesem Fall um ein gleichförmiges, viergliedriges Getriebe mit einer geradlinigen Arbeitsführung nach der Definition von [60]

Bruch benötigt. In den Vorversuchen brachen Proben bei höheren Belastungsraten durch abruptes Verzögern der Prüfgeschwindigkeit, obwohl die Proben deutlich unterhalb der maximal möglichen Rissöffnung belastet waren. Deshalb eignet sich die Prüfvorrichtung in Bild 2.11 nicht für das zu untersuchende Material, da ein gezielter Rissfortschritt durch das schlagartige Stoppen des beweglichen Rahmens auf einem Block realisiert wird.

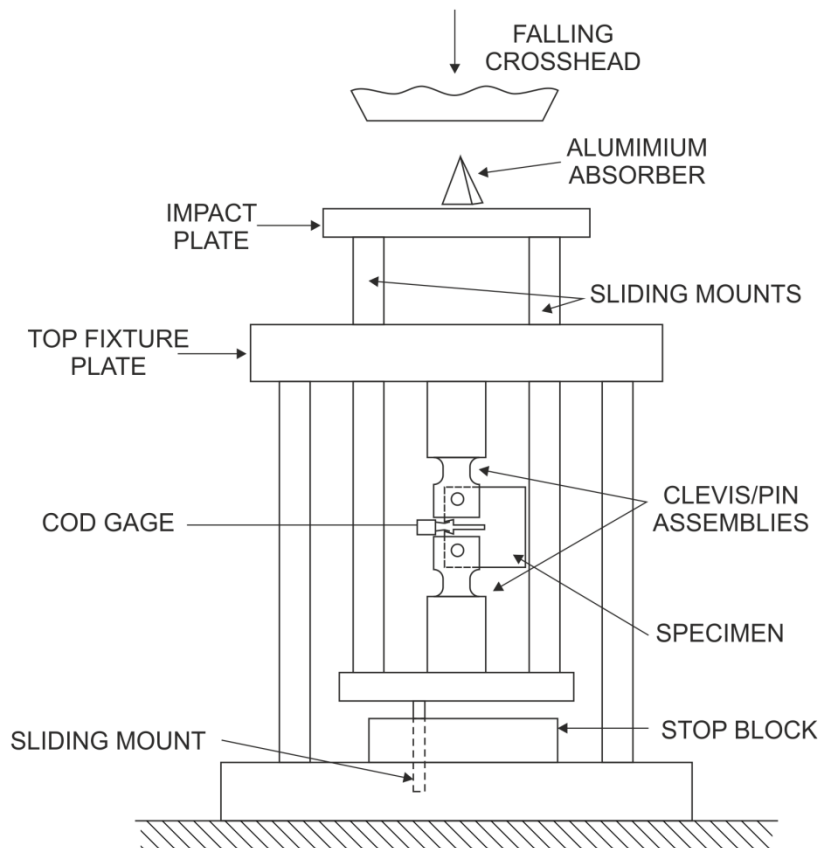


Bild 2.11: CT-Prüfvorrichtung für kurzzeitdynamische Versuche [38]

Als Alternative wird in [29] und der ASTM 1820-08a die SENB-Probe für kurzzeitdynamische Prüfungen vorgestellt, dessen Prüfvorrichtungen schematisch in Bild 2.12 dargestellt sind. Die Belastung dieser Probe ist einfacher als bei der CT-Probe. Es ist dabei zu beachten, dass die Probenabmessungen bei dieser Probe geringere Ligamentlängen als CT-Proben besitzen. Für sehr duktile Werkstoffe müsste die Ligamentlänge der SENB-Proben erhöht werden, um eine Geometrieunabhängigkeit des ermittelten Kennwerts zu gewährleisten.

Die in Bild 2.12 a gezeigte Prüfvorrichtung wird zur Risswiderstandskurvenermittlung in [29] vorgestellt. Bei dieser Vorrichtung werden die Proben mit einer definierten Energie bei gleicher Geschwindigkeit belastet. Gemessen werden der zeitliche

Verlauf des Impaktorwegs und die Kraft in einem der beiden Auflager. Hierbei dürfen die Proben nicht zerbrechen, da sonst die Messung unbrauchbar wird. Für die J-Integral- Ermittlung kann die Gesamtverformungsenergie herangezogen werden, sodass bei dieser Vorrichtung die Annahme getroffen wird, dass die kinetische Energie des Impaktors als Verformungsenergie angenommen werden kann. Diese Annahme bleibt gültig, solange die Probe bei der Prüfung nicht zerbricht. Ebenfalls sollte die Probe nach der Belastung einen Rissfortschritt aufweisen. Für spröde Materialien ist diese Vorrichtung somit nicht geeignet, da diese gegebenenfalls keinen ausreichend stabilen Rissfortschritt aufweisen.

Die Prüfvorrichtung aus der ASTM 1820-08a in Bild 2.12 b zeigt eine SENB-Probe mit aufgeklebten Dehnmessstreifen zur Kraftmessung. Dies schließt die Kenntnis des dehnratenabhängigen Elastizitätsmoduls ein, weil die Kraft sonst nicht berechnet werden kann. Hierzu ist eine Reihe von Zugversuchen bei höheren Dehnraten nötig, um den dehnratenabhängigen E-Modul zu bestimmen. Diese für Metalle konzipierte Vorrichtung lässt sich nicht ohne weiteres auf Kunststoffe übertragen.

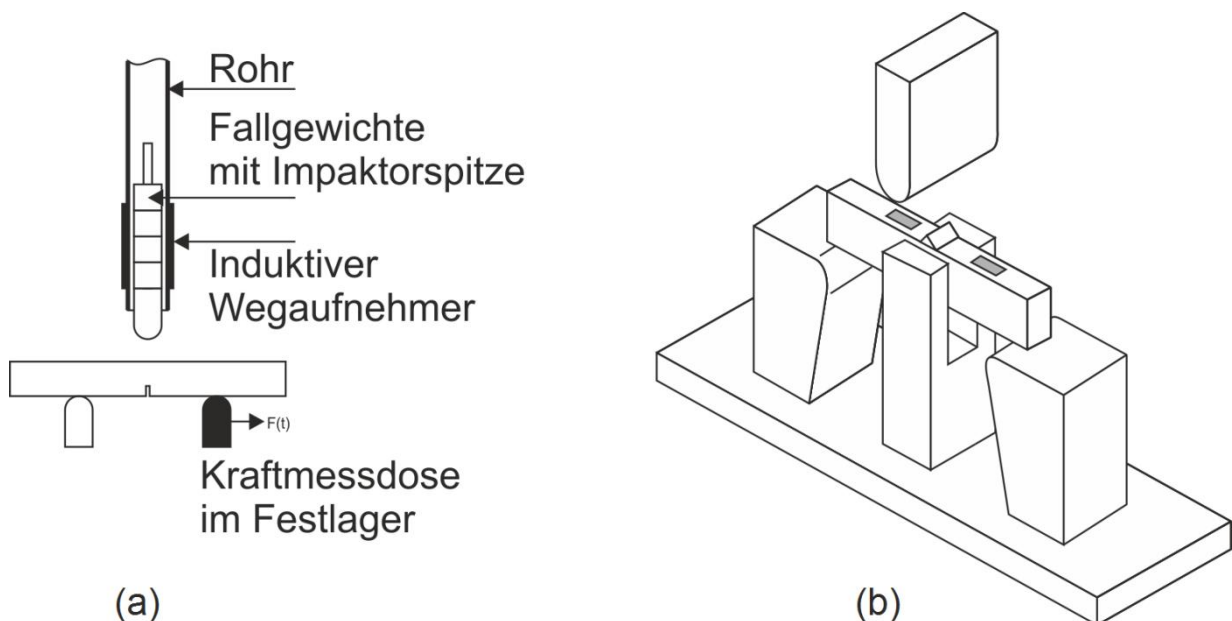


Bild 2.12: SENB-Vorrichtungen für kurzzeitdynamische Versuche zur Ermittlung von Risswiderstandskurven; (a) [29]; (b) ASTM 1820-08a

2.3.7 Übersicht der bruchmechanischen Begriffe

Zu den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Begriffe aus der Bruchmechanik gibt die Tabelle 2.2 eine Übersicht.

Tabelle 2.2: Begriffsdefinitionen [13, 25, 28, 32]

Anfangsriss bzw. Anfangsanriss	<ul style="list-style-type: none"> Natürlicher Riss ohne plastischer Verformung in der Rissspitze im Anfangszustand vor Belastung
Blunting	<ul style="list-style-type: none"> Abstumpfen der Anfangsrisspitze durch plastische Verformung vor Eintreten des Rissfortschrittes
Bruch- bzw. Risszähigkeit	<ul style="list-style-type: none"> Widerstand des Materials gegenüber Eintreten und Fortschreiten⁷ eines Risses (sowohl stabil als auch instabil)
Ligament Ligamentlänge	<ul style="list-style-type: none"> Die Strecke zwischen Rissspitze und Probenkante bzw. Restquerschnitt der Probe
Natürlicher Riss	<ul style="list-style-type: none"> Riss mit nahe unendlich scharfer Kerbe; führt zu einer Spannungssingularität an der Rissspitze
Kerbe	<ul style="list-style-type: none"> Spitz zulaufender Einschnitt im Material mit einem endlichen Radius im Kerbgrund; führt zu einer Spannungsüberhöhung, nicht aber zu einer Singularität der Spannung
Rissfortschritt	<ul style="list-style-type: none"> Fortschreiten eines Risses im stabilen Zustand ohne vollständiges Auftrennen des Bruchkörpers und im instabilen Zustand mit einem vollständigen Zerteilen in mindestens zwei Bruchstücke
Rissinitiierung	<ul style="list-style-type: none"> Initiierung oder Erschaffung eines Risses in einem Material ohne Risse Beginn der Rissausbreitung in einem Material mit vorhandenen Rissen (häufig mit vorrausgehender Rissabstumpfung)

⁷ In der Literatur gibt es keine eindeutige Festlegung, ob es sich um stabilen oder instabilen Fortschreiten handelt. (Siehe Beispiele: [13] Seite 148 Fußnote 13 oder [32] Seite 7 Absatz 1

3 Motivation und Zielsetzung

In der Forschung konnten Veränderungen von Werkstoffeigenschaften durch Nanopartikel beobachtet werden, welche bezüglich der Einsatzanforderungen in vielen Fällen zu einer Verbesserung des Werkstoffes führten. Im Falle von crashrelevanten Bauteilen im Automobilbereich ist das Energieabsorptionsvermögen von Bauteilen aus Verbundwerkstoffen von großem Interesse. Insbesondere am Beispiel von Crashabsorbern aus Verbundwerkstoffen soll die Aufprallenergie kontrolliert dissipiert werden. Die polymere Matrix der Absorber übernimmt dabei einen beträchtlichen Teil der gesamten Energieabsorption im Crashvorgang. Mit Hilfe von Nanokompositen könnte das Energiedissipationsvermögen dieser Bauteile erhöht werden, da im Falle von Titandioxid-Polyamid 66-Nanokompositen eine Steigerung der Kerbschlagzähigkeit beobachtet werden konnte, wie in Bild 3.1 zu erkennen ist. [2, 11, 15-23, 39]

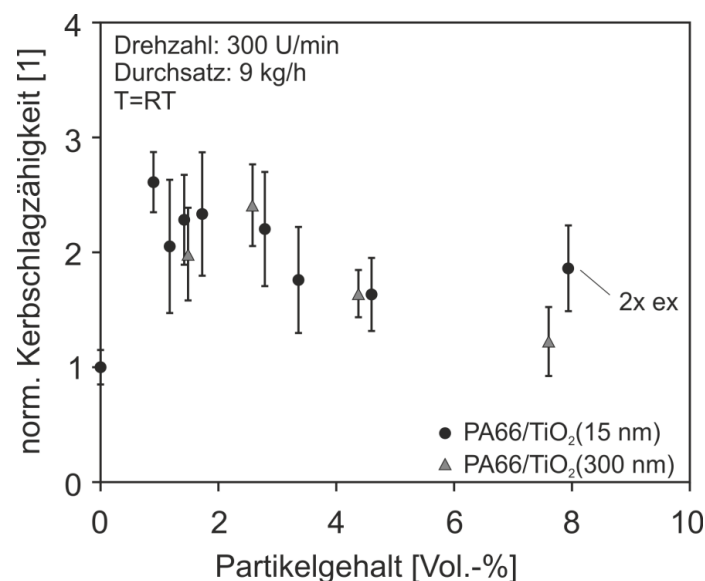


Bild 3.1: Auf unverstärktes Ausgangsmaterial normierte Kerbschlagzähigkeit von Titandioxid-Nanokompositen in Abhängigkeit der Partikelgröße und des Füllgehaltes [17]

Die Zielsetzung dieser Arbeit besteht darin, den Einfluss von Nanopartikeln auf das Rissausbreitungsverhalten in Thermoplasten unter crashrelevanter Belastung zu untersuchen. Bezogen auf einen automobilen Anwendungsfall sind für die experimentelle Prüfung alle Dehnraten vom quasistatischen Lastfall bis zu maximal 1000 s^{-1} relevant [40]. Zur Berücksichtigung des Dehnrateneinflusses auf das Material ist die Untersuchung des nanopartikelgefüllten Materials bei quasistatischer

Belastung und höheren Prüfgeschwindigkeiten von Interesse. Bezüglich der Belastungsrate haben

- Zugversuche bei unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten an einer Hochgeschwindigkeitsprüfmaschine das Ziel, den Einfluss der Nanopartikel auf das Verformungs- und Bruchverhalten zu untersuchen.
- Die Bruchuntersuchungen vergleichen zum einem den Einfluss der Nanopartikel auf die Risszähigkeit
- und zum anderen zeigt der Vergleich zwischen den quasistatischen und kurzzeitdynamischen Bruchuntersuchungen den Einfluss der Belastungsrate auf die Bruchzähigkeit.

An der gesamten Energieabsorption eines FKV-Crashabsorbers hat das reine Matrixversagen einen nicht vernachlässigbaren Anteil [11], weshalb in dieser Arbeit auch auf den reinen Thermoplast ohne Faserverstärkung eingegangen wird. Der Temperatureinfluss auf die Energieabsorption verschiedener Crashabsorber mit Polyamidmatrix wurde in [39] untersucht. Die Eigenschaften der Matrix bestimmen durch Reibungseffekte und plastische Deformation maßgeblich das Energieabsorptionsvermögen von FKV-Crashabsorbern [39]. Bezüglich der Temperatur und des Feuchtegehalts von Polyamid gehört der spritztrockene Zustand bei Raumtemperatur zum unteren Niveau der Risszähigkeit [41]. Deshalb wird in dieser Arbeit Polyamid im spritzgegossenen Zustand bei Raumtemperatur untersucht. Für diese Arbeit wurde Polyamid 66 als Matrix und Titandioxid- sowie Siliciumdioxid-Nanopartikel als Füllstoff verwendet. Polyamid 66 wurde aufgrund eines an der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH optimierten Compoundierverfahrens ausgewählt. Entsprechendes Material mit Titandioxid-Nanopartikeln wurde in [17] hergestellt und umfassend untersucht. Mit dem in [17] optimierten Direktmischen war es möglich, andere Nanopartikel in das verwendete Polyamid 66 zu mischen. Untersuchungen mit Siliciumdioxid-Nanopartikel zeigten vielversprechende Eigenschaftsveränderungen in Polyamid. Der Einfluss von Nanopartikeln auf das Rissausbreitungsverhalten von Thermoplasten schließt ein Auffinden des optimalen Füllgehaltes bezüglich einer Risszähigkeitssteigerung aus. Das Hauptaugenmerk dieser Arbeit richtet sich auf den Unterschied verschiedener Füllgehalte. Deshalb wird der Füllgehalt beginnend von 0,5 % Partikelvolumengehalt jeweils in drei Schritten verdoppelt.

4 Versuchsvorbereitung

4.1 Verwendete Materialien

In dieser Arbeit wurde Polyamid 66 von der Firma A. Schulmann GmbH, Kerpen, verwendet, das unter dem Markennamen Schulamid 66 MV2 geführt wird. Die in der Arbeit untersuchten Nanokomposite waren mit Titandioxid vom Typ RM300 der Firma Sachtleben Chemie GmbH, Duisburg, mit einer Primärpartikelgröße von circa 15 nm gefüllt. Die Titandioxid-Nanopartikel wiesen eine Oberflächenbeschichtung mit Polyalkoholen auf. Weitere Nanokomposite beinhalteten Siliciumdioxid-Nanopartikel vom Typ XP29 der nanoresins AG, welche ebenfalls oberflächenbeschichtet waren und eine Primärpartikelgröße von circa 20 nm aufwiesen. Basierend auf dem Schulamid 66 MV2 wurden elf verschiedene Variationen untersucht, welche in der Tabelle 4.1 aufgeführt sind.

Tabelle 4.1: Verwendung der untersuchten Polyamid 66 Variationen

Versuch	PA66 extrudiert			PA66 mit TiO ₂ [Vol.-%]				PA66 mit SiO ₂ [Vol.-%]			
	0	1	2	>1	>1	>1	>1	>1	>1	>1	>1
x-fach extrudiert	0	1	2	>1	>1	>1	>1	>1	>1	>1	>1
Füllgrad [Vol.-%]	-	-	-	0,5	1,0	2,0	4,0	0,5	1,0	2,0	4,0
<u>Zugversuche</u>											
1, 10, 100 & 1000 mm/s	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
<u>Bruchuntersuchungen</u>											
CT-Proben	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
SENB Proben	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
<u>Lichttransmissionsanalyse</u>	x	x		x			x	x			x

4.2 Partikelverteilung

Um einen Einblick in die Partikelverteilung der Nanopartikel in den verwendeten TiO₂- und SiO₂-Nanokompositen zu erhalten, wurden Aufnahmen mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) gemacht. Dabei kamen zwei unterschiedliche Detektoren zum Einsatz, welche oberflächennahe Sekundärelektronen oder Rückstreuielektronen aus tieferen Schichten detektierten (Bild 4.1). Sekundärelektronen entstehen in unmittelbarer Nähe der Probenoberfläche und eignen sich für topologische Aufnahmen von Bruchflächen, auf denen ggf. Partikel zu erkennen sind. Rückstreuielektronen tragen Information aus tieferen Schichten mit sich und ermöglichen größere Kontraste zwischen unterschiedlichen Materialien. Sie sind geeignet um größere Agglomerate auf geschliffenen Flächen deutlich abzuzeichnen [17]. Mittels solcher Schliffpräparate wird der Volumengehalt der Agglomerate im Material bestimmt, indem die Beziehung der Gleichung (4.1) angewendet wird. Dabei ist der relative Flächeninhalt A_A gleichbedeutend mit dem Volumengehalt V_A [17]. Im relativen Flächeninhalt A_A bezieht sich die Fläche der Agglomerate A_a auf die Testfläche A_T (REM-Aufnahme).

$$A_A = \frac{A_a}{A_T} = \frac{V_a}{V_T} = V_A \quad (4.1)$$

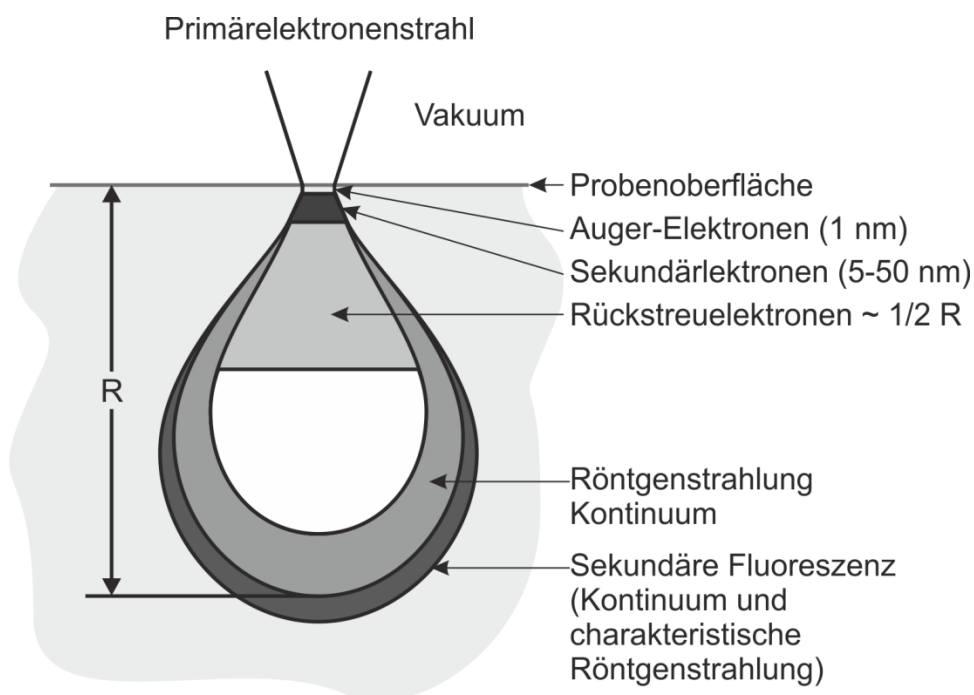


Bild 4.1: Durch den Beschuss eines Primärelektronenstrahl ausgebildete einer "Anregungsbirne" im Material [42]

In den **Titandioxid-Nanokompositen** sind die Nanopartikel zum größten Teil homogen in der Matrix verteilt (Bild 4.3). Die restlichen Partikel finden sich in Form von Agglomeraten unterschiedlicher Größen wieder (Bild 4.4), deren Häufigkeit mit ihrer Größe abnimmt. In Bild 4.2 ist zu erkennen, dass im Vergleich zu den Nanokompositen mit 4,0 Vol.-% beim Material mit 0,5 Vol.-% der Anteil an Agglomeraten geringer im Verhältnis zum Gesamtfüllgehalt ist.

Im Vergleich zu den Titandioxid-Nanokompositen besitzen die **Siliciumdioxid-Nanokomposite** eine verschwindend geringe Anzahl an Agglomeraten. In Bild 4.6 ist der deutliche Unterschied bei den untersuchten Materialien mit dem höchsten Füllgrad zu erkennen. Bei 4,0 Vol.-% hatte das SiO₂ Nanokomposit eine nicht auswertbare Anzahl an kleinen Agglomeraten. Diese Beobachtung änderte sich nicht bei den geringeren Füllgraden, da mit steigendem Füllgehalt die Häufigkeit von Agglomeraten zunimmt [17]. Im Umkehrschluss sind geringere Füllgrade im Verhältnis ärmer an Agglomeraten. Stattdessen sind die SiO₂ Nanopartikel als sehr kleine Agglomerate mit sphärischem Charakter homogen im Material verteilt. Dieser Eindruck ändert sich bei geringeren Füllgrad nicht wesentlich, als dass die Partikeldichte im Material abnimmt, wie in Bild 4.5 dargestellt.

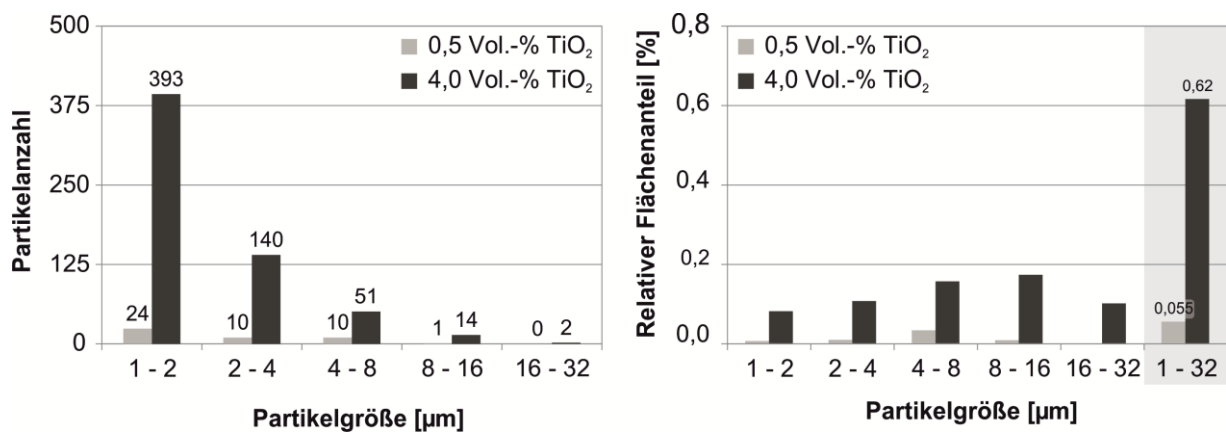


Bild 4.2: Partikelgrößenverteilung (links) und Volumengehalt (rechts)

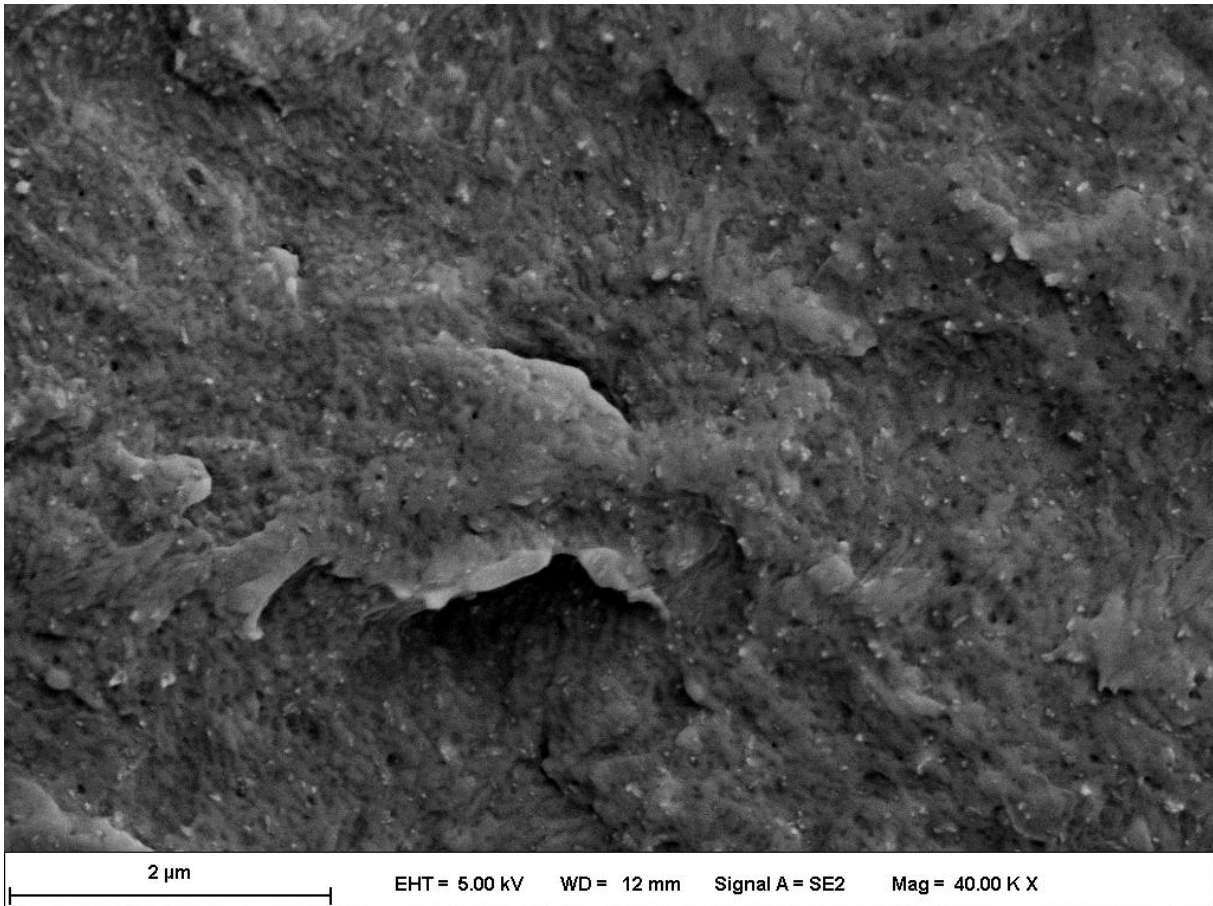


Bild 4.3: Kryobruchfläche einer Schulterstabprobe mit der Verteilung von TiO_2 Primärpartikel in Polyamid 66 (4 Vol.-%)

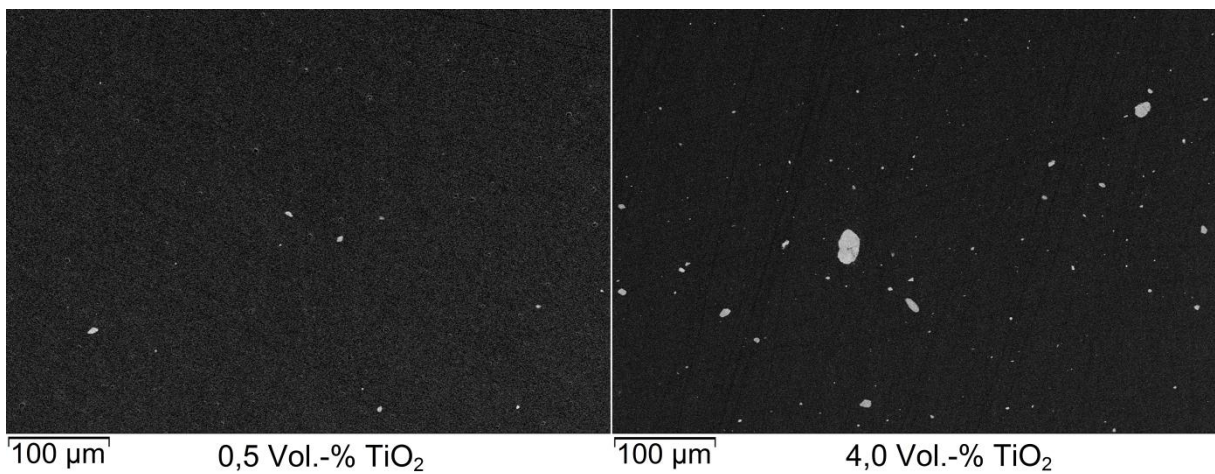


Bild 4.4: Vergleich der Verteilung von Agglomeraten bei unterschiedlichen Füllgraden von TiO_2 gefüllten Polyamid 66 (polierte Oberfläche)

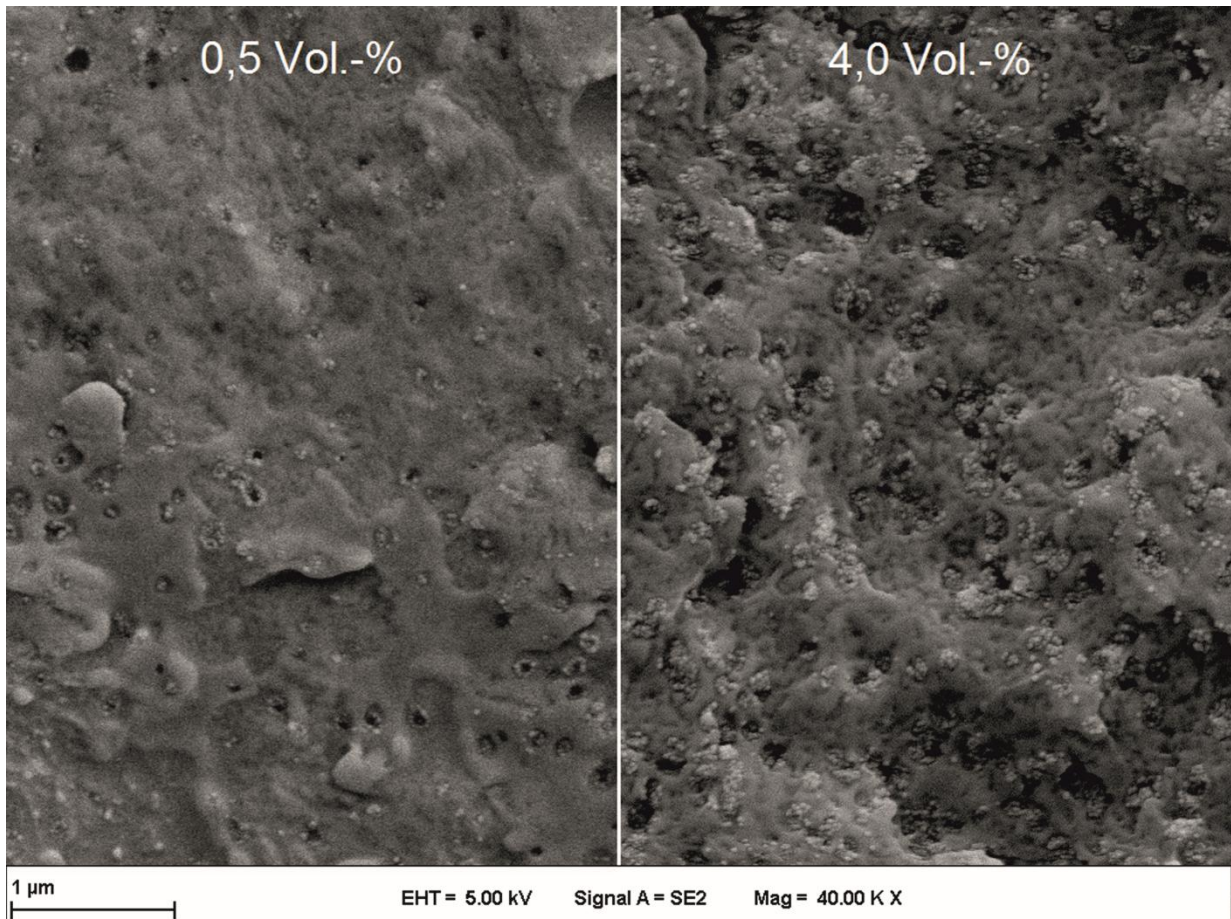


Bild 4.5: Kryobruchflächen von Schulterstabproben mit der Verteilung von Kleinstagglomeraten aus SiO_2 in Polyamid 66 (0,5 & 4 Vol.-%)

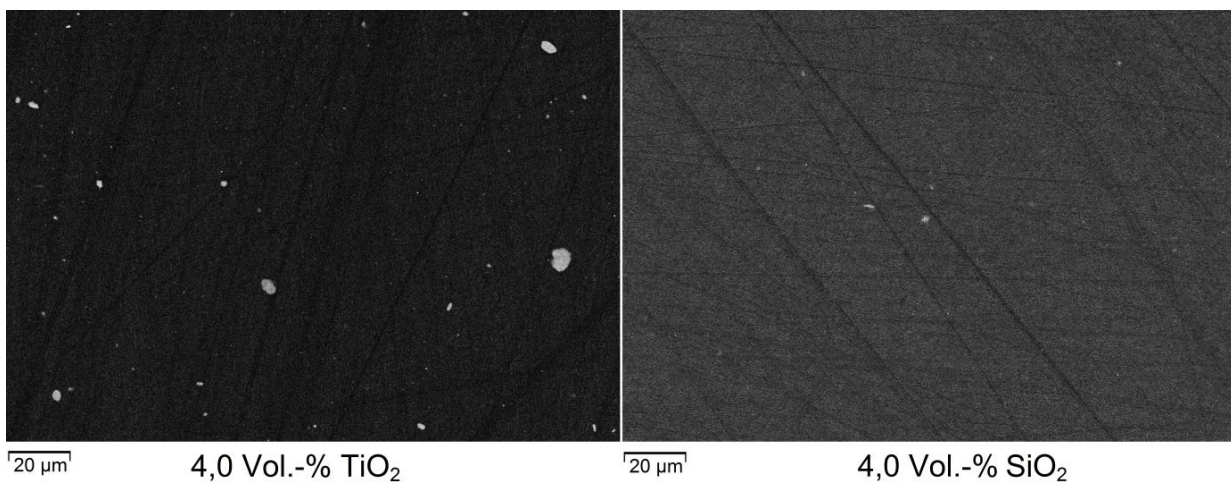


Bild 4.6: Vergleich der Verteilung von Agglomeraten in TiO_2 und SiO_2 -Nanokompositen bei Füllgehalten von 4,0 Vol.-% (polierte Oberfläche)

4.3 Probengeometrien und -herstellung

4.3.1 Probengrundkörper

Neben dem Compoundieren und Granulieren wurden am Institut Grundkörper für die experimentellen Versuche spritzgegossen. Somit lässt sich eine relativ schnelle Prozesskette von der Materialherstellung bis zur Materialprüfung ermöglichen. Bild 4.7 zeigt die Grundkörper, die am Institut spritzgegossen werden können. Für Zugversuche wurden die Prüfkörper DIN 527-2-1A verwendet. Aus spritzgegossenen Platten wurden Compact-Tension (CT) und Single-Edge-Notched-Bending (SENB) Proben für die Bruchuntersuchungen geschnitten. Hierzu wurde eine Präzisionskreissäge vom Typ DIADISK 5200 der Firma Mutronic verwendet, deren Kreissägeblatt gekühlt wird, um den Wärmeeintrag in das Material zu minimieren.

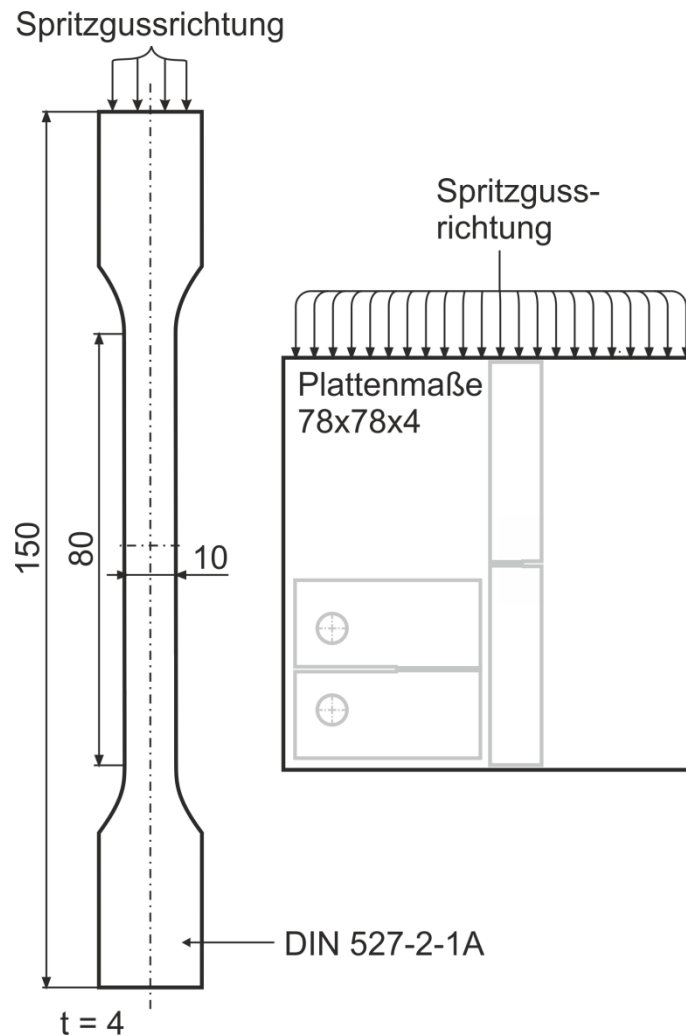


Bild 4.7: Probengrundkörper der experimentellen Proben

4.3.2 Erzeugung eines natürlichen Risses und der Seitenkerben

Für die Bruchuntersuchungen benötigen die Prüfkörper einen natürlichen Anriss. Dieser wird durch das Einschlagen einer Rasierklinge in die Bruchprobe erzeugt. Ein vorangehendes Abkühlen der Probe im flüssigen Stickstoff unterstützt die Rissbildung, da das Polyamid bei tiefen Temperaturen deutlich versprödet [30]. Zur Reproduzierbarkeit der Positionierung der Rasierklinge in den Seitenkerben wurde eine Vorrichtung zur Führung der Rasierklinge gebaut, in welcher die Probe befestigt wird. In Bild 4.8 ist diese Vorrichtung mit einer eingelegten CT-Probe zu sehen. Es stellte sich heraus, dass es praktikabel war, den scharfen Anriss vor der Einbringung der Seitenkerben zu erzeugen. Durch die Abkühlung mit Stickstoff entstand nach kurzer Zeit eine Eisschicht auf der Probenoberfläche. Im Bereich um den scharfen Anriss platzte die Eisschicht von der Probenoberfläche ab. Darüber hinaus war der Riss an der glatten Oberfläche gut zu erkennen. Im Anschluss wurden Seitenkerben in die Proben gefräst. Deshalb wurde mit großer Sorgfalt die Kerbvorrichtung für den scharfen Anriss und die Fräsvorrichtung für die Seitenkerben aufeinander ausgerichtet, damit zum einen der Riss durch den Kerbgrund lief und zum anderem die Seitenkerben symmetrisch zur Plattenebene der Proben lagen.

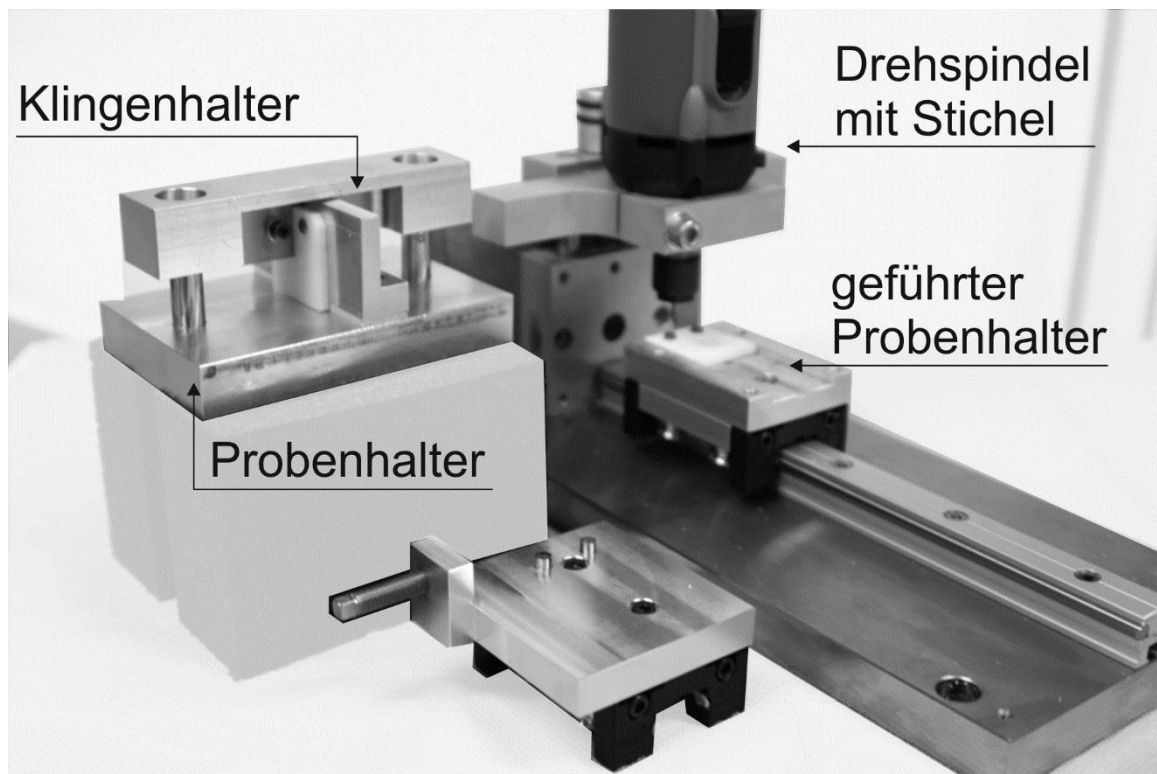


Bild 4.8: Kerbvorrichtungen der CT- und SENB-Proben

5 Mittelwertkurvengenerierung

Der Vergleich von Spannungs-Dehnungsverläufen unterschiedlicher Serien führt zur Problemstellung dieses Kapitels. Ein Vergleich mehrerer unterschiedlicher Probenreihen lässt sich ziehen, indem charakteristische Materialkennwerte aus den Kurven bestimmt werden oder indem eine Kurve aus der Kurvenschar verwendet wird, welche für die Kurvenschar repräsentativ erscheint. Gegenüber charakteristischen Kennwerten besitzt ein Spannungs-Dehnungsverlauf eine größere Aussagekraft und ist leichter interpretierbar als reine Zahlenwerte. Darüber hinaus können Informationen über die Materialcharakteristik verloren gehen, welche nicht durch 1-dimensionale Kennwerte abgebildet werden können. Die Auswahl eines repräsentativen Spannungs-Dehnungsverlaufes beinhaltet die Problemstellung, dass dieser im Gegensatz zum charakteristischen Kennwert einer Prüfserie nicht das statistische Mittel, sondern ein Zufallsprodukt der Messung darstellt. Idealdarstellung einer Prüfserie für den Vergleich zweier Prüfserien der Zugprüfung wäre eine Kurve, die den statistisch erwarteten Verlauf der Kurvenschar wiedergibt. Wie in Bild 5.1 abgebildet, wird die Kurvenschar aus fünf Einzelmessungen einer Prüfserie durch eine Mittelwertkurve und ein Streuband substituiert.

Das Ziel und die Hauptaufgabe bestehen darin, aus den Messwerten stetige Kurven zu erstellen. Anschließend wird zu jedem definierten Abszissenwert (bspw. Dehnung) ein Ordinatenwert (bspw. Spannung) mit seiner Standardabweichung berechnet. Die Stetigkeit des Kurvenverlaufs eines Einzelversuchs ließe sich mit Hilfe einer Approximation und/oder Interpolation durch passenden Funktionsansatz sichern [43]. Diese Methoden ermöglichen die für die Mittelwertkurve benötigte Extrapolation der gemessenen Kurven über deren Grenzen hinaus. Sind die Funktionsansätze jedoch nicht in der Lage, den gemessenen Verlauf der Einzelmessung wiedergeben, führt diese Methode zu einem vom tatsächlichen mechanischen Materialverhalten abweichenden Verlauf der Mittelwertkurve. Im Rahmen dieser Arbeit wurden deshalb Algorithmen erarbeitet, die eine Mittelwertkurve anhand des Verlaufs der Einzelmessungen einer Prüfserie generieren.

Die Ziele der Algorithmus-Entwicklung folgten den Anforderungen, dass die Algorithmen:

- mit möglichst wenigen Parametern auskommen,
- diese robust funktionieren (Ausreißer der Messung werden berücksichtigt),
- sie möglichst unabhängig von der Form der Kurve funktionieren
- und eine Automatisierung des gesamten Auswerteprozesses unterstützen sollen.

Dieses Kapitel beschreibt die grundlegenden Funktionsweisen der Mittelwertkurvenermittlung, welche für die Versuchsauswertung dieser Arbeit verwendet wurde. Ebenfalls wird gezeigt, dass charakteristische Kennwerte wie Streckgrenze oder Maximal- bzw. Bruchspannung aus der Mittelwertkurve mit ihrer Standardabweichung ermittelbar sind.

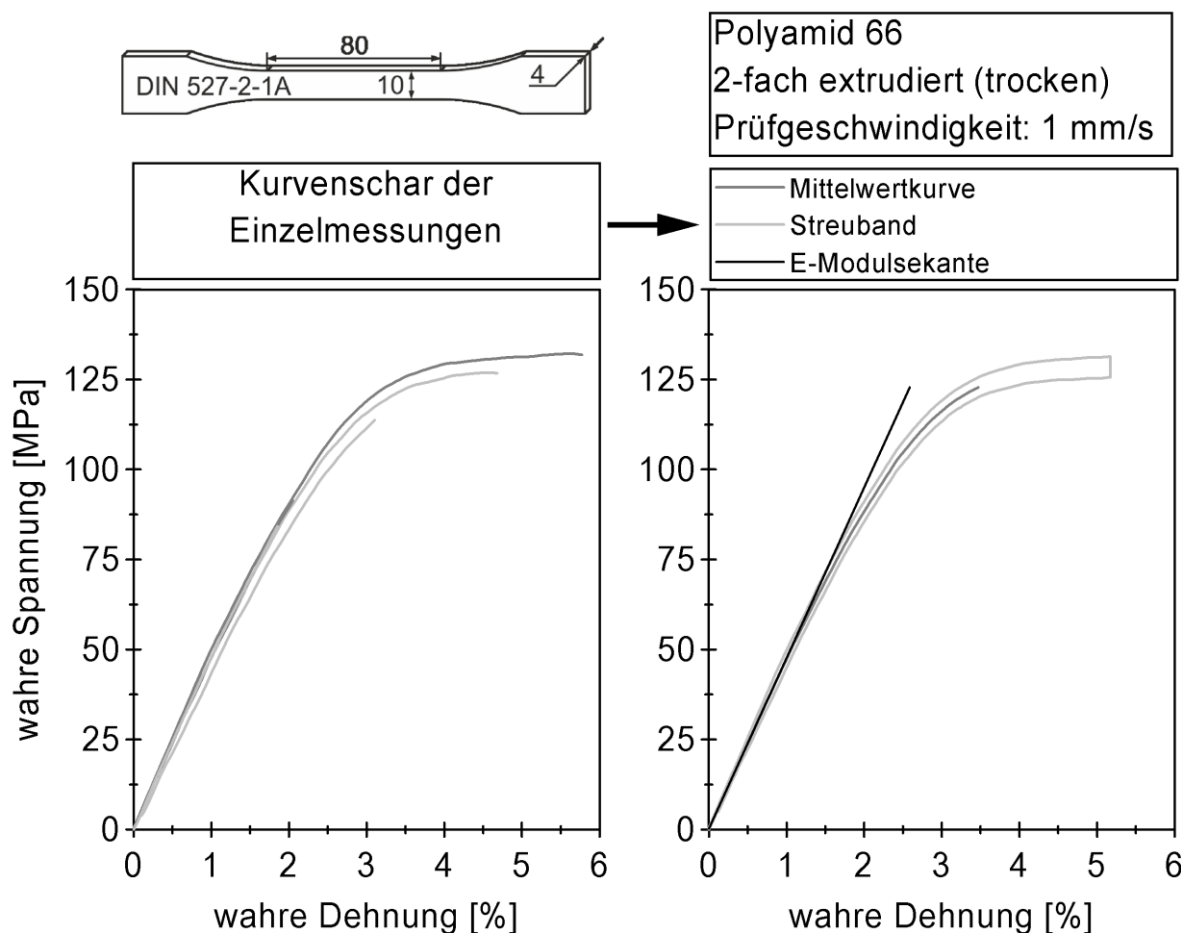


Bild 5.1: Kurvenschar einer Prüfserie (linkes Diagramm) und der dazugehörigen Mittelwertkurve (rechtes Diagramm)

5.1 Begriffsdefinition

Im nachfolgenden wird zwischen Messkurven, Messwertkurven und Funktionskurven unterschieden. Bedingt durch die Messung wird in Abhängigkeit der Zeit eine physikalische Größe X gemessen (Messwert). Die Kurve $X(t)$ wird als **Messwertkurve** bezeichnet. Messwerte können in einem logischen Zusammenhang bzw. Abhängigkeit zueinander stehen, wie beispielsweise der Maschinenweg (X) und die Kraft (Y) einer Zugprüfung. Diese lassen sich als Kurve in der Form $Y(X)$ darstellen und werden nachfolgend als **Messkurven** bezeichnet. Messwertkurven und Messkurven bestehen aus Werten bzw. Wertepaaren, welche eine gemessene Größe beinhalten. Werden die Messwertkurven oder Messkurven bearbeitet (bspw. Interpolation oder Approximation) werden die daraus resultierenden Kurven als **Funktionskurven** bezeichnet. Gemessene Größen werden groß und bearbeitete Größen klein geschrieben. Die Definitionen werden in Bild 5.2 graphisch dargestellt, um den Zusammenhang zwischen beiden Typen zu verdeutlichen.

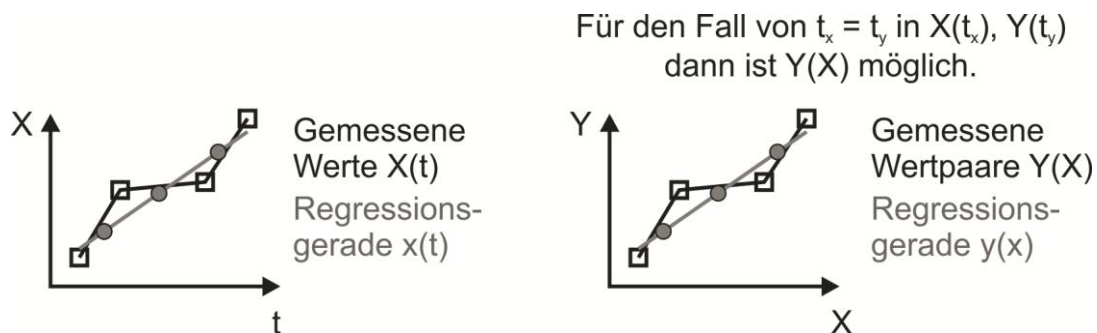


Bild 5.2: Groß- und Kleinschreibung zwischen Mess- und Funktionswerten

5.2 Form der Messwertkurven

Die technische Ausstattung bestimmt die Art und Weise, in welcher die physikalischen Größen gemessen und ausgegeben werden. Im vorliegenden behandelten Fall liegen die Messwerte in digitaler Form tabellarisch vor, wie in der Tabelle 5.1 dargestellt. Wird die Messung vor dem eigentlichen Versuch gestartet, enthalten die Messwertkurven einen Anfangsbereich, der sich um den Ausgangswert bewegt, wie in Bild 5.3 zu erkennen. Ebenfalls in Bild 5.3 zu erkennen, ist eine Unstetigkeit der Messwertkurven, welche durch ein Messrauschen entsteht. Für die Entwicklung der Algorithmen wurden für deren Robustheit unscharfe Messungen verwendet und mit zusätzlichen Fehlern versehen.

Tabelle 5.1: Form der Rohdaten aus der Messung

Index	Zeit [s]	Dehnung [%]	Kraft [N]
...
i	0,0006837503	0,081676	224,763199
i+1	0,0007163099	0,104839	288,981262
...

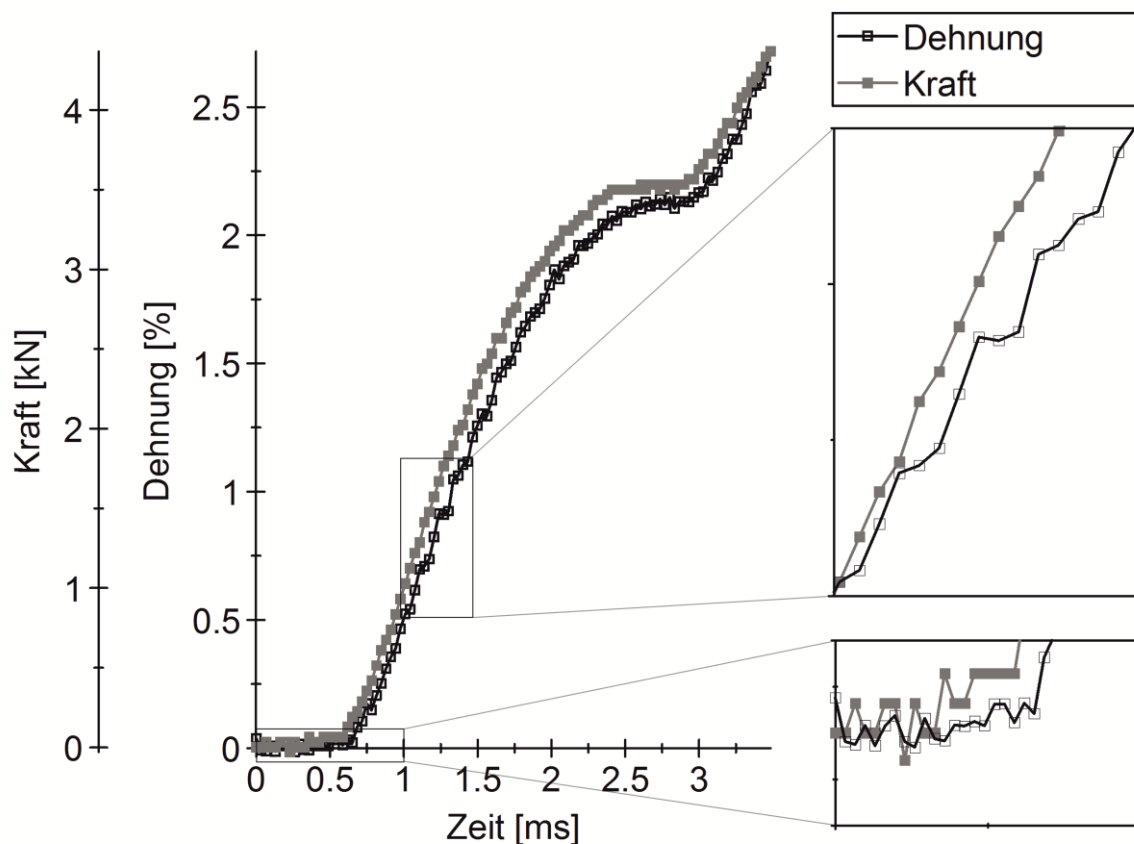


Bild 5.3 Struktur der Messwertkurven

5.3 Messkurvenbearbeitung

Der gemessene Anfangsbereich vor der Lasteinleitung bedeutet beim Aufbereiten einzelner Messkurven mit gewissen Algorithmen einen Mehraufwand. So kann dieser Anfangsbereich bei einer Polynomapproximation zu einer Verfälschung der Messwerte im Einlaufbereich der Messkurve führen, wie in Bild 5.4 dargestellt. Die Auswirkung dieser Approximationseffekte ist, dass bei der Berechnung des Spannungs-Dehnungsverlaufs dieser entweder mit einer Anfangsdehnung behaftet ist, oder in den negativen Bereich hinein geht. Für jede Messung müsste die

Approximation entsprechend angepasst und kontrolliert werden, was die Automatisierung des Prozesses verhindert. Die Behandlung der einzelnen Messwertreihen von Dehnung und Kraft ist somit von vornerein ungünstig. Deshalb wird im Nachfolgenden ein Ansatz vorgestellt, der für diese Art von Messwertkurven effektiver ist.

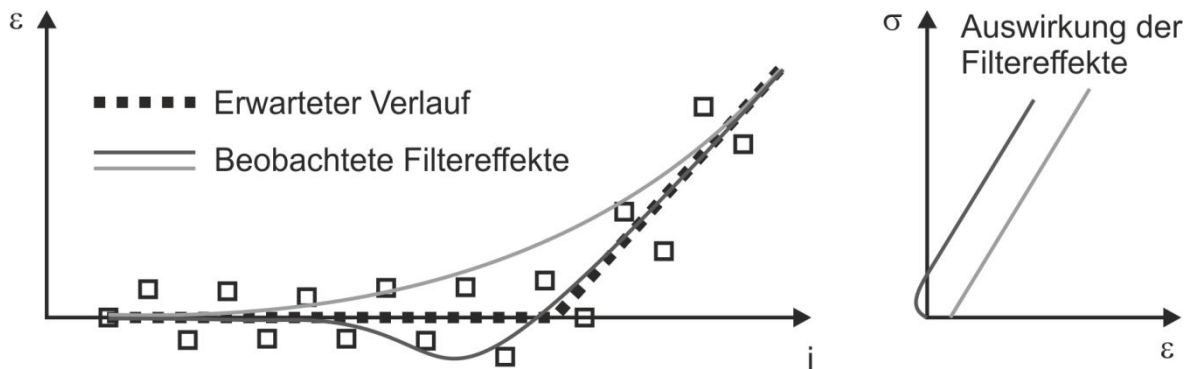


Bild 5.4: Beobachtete Filtereffekte und ihre Auswirkung bei der Weiterverarbeitung

Im Nachfolgenden seien zwei gemessene Zufallsgrößen $X(t)$ und $Y(t)$ betrachtet, welche sich ebenfalls direkt in der Form $Y(X)$ wiedergeben lassen. Der Vorteil bei der Betrachtung von $Y(X)$ ausgehend von $X(t)$ und $Y(t)$ zeigt Bild 5.5. Der Anfangsbereich der Einzelkurven zeichnet sich als Anhäufung von Messpunkten um den Nullpunkt ab. Wird der Mittelwert von $Y(x = 0)$ gebildet, ist dieser im Idealfall gleich null. Die Betrachtung der Messkurve $Y(X)$ stellt neue Anforderungen an die Bearbeitung der Messwerte. Eine einzelne Messwertkurve $X(t)$ besitzt Messwerte, die abhängig von einer nahezu festen Zeitdifferenz folgen. Die Anzahl der Messwerte in einem Zeitintervall ist dadurch immer konstant. Bei der Messkurve $Y(X)$ ist dies bei einem Intervall von X nicht mehr gegeben. Wird die Größe Y betrachtet, muss immer die Größe X mit einbezogen werden. Eine Polynomapproximation der Messkurve $X(Y)$ kommt nur in Frage, wenn diese einem bekannten Polynom eindeutig entspricht. Die Approximation durch einen Polynomansatz erfordert ebenfalls eine Kontrolle der einzelnen Messkurven, die einen hohen Zeitaufwand bedeutet. Eine weitere Anforderung der Mittelwertkurvenbildung an die einzelne Messkurve ist, dass diese zu einem Parameter x_i einen Funktionswert $Y(x_i)$ wiedergibt. Aufgrund von Unstetigkeiten in den Messkurven entsteht das in Bild 5.6 dargestellte Problem. Für einen möglichen Parameter x_i existiert mehr als ein Funktionswert $Y(x_i)$. Die Kurve sollte jedoch über ihren ganzen Verlauf für die spätere Mittelwertkurvenbildung eindeutig sein. Begründen lässt sich dies durch Gleichung (5.1). In einer beispielhaften Annahme besteht eine Messreihe aus n Kurven. Diese Kurvenschar

hat an einer Abszissenposition Y_i Messwerte, von denen n_1 Werte von n_1 Messkurven stammen und zur Menge N_1 gehören. Eine weitere einzelne Kurve besitze an dieser Stelle n_2 Werte, welche der Menge N_2 zugeordnet werden. Würden alle Werte beider Mengen gleichwertig in die Mittelwertbildung einbezogen werden, wie es im linken Teil der Gleichung (5.1) der Fall ist, so würden die Werte der Menge N_1 unterbewertet. Der Mittelwert tendiert in Richtung der Menge N_2 . Aus diesem Grund ist eine Einzelkurvenaufbereitung und Mittelung in jedem Fall nötig. Insbesondere Anhäufungen von Messwerten in einer Kurve würden dazu führen, dass der Mittelwert an dieser Stelle stark in Richtung dieser Anhäufung wandern würde.

$$\bar{Y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Y_i = \frac{\left\{ \sum_{i=1}^{n_1} Y_i + \sum_{i=1+n_1}^{n_1+n_2} Y_i \right\}}{n_1 + n_2} \neq \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \bar{Y}_i = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} Y_{ij} \right) \quad (5.1)$$

mit $n_1 + n_2 > n = n_1 + 1$ und $n_2 > 1$

Im Falle, dass n_2 gleich eins ist, liegt eine Gleichung vor. Es bedeutet nichts anderes, als dass jede Kurve zu einer definierten Abszissenposition nur einen Wert für die Mittelwertbildung beitragen darf.

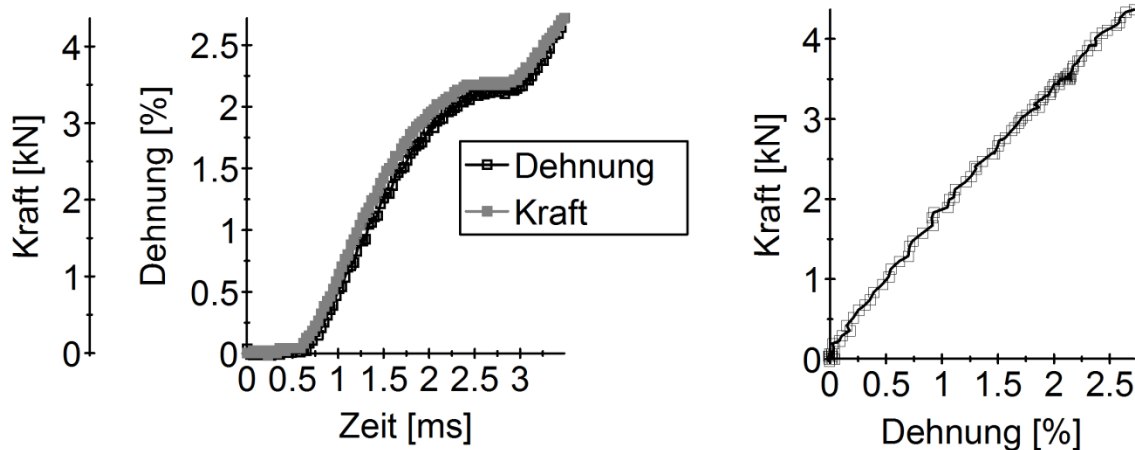


Bild 5.5: Betrachtung der Messwertkurven $X(t)$ und $Y(t)$ als $Y(X)$

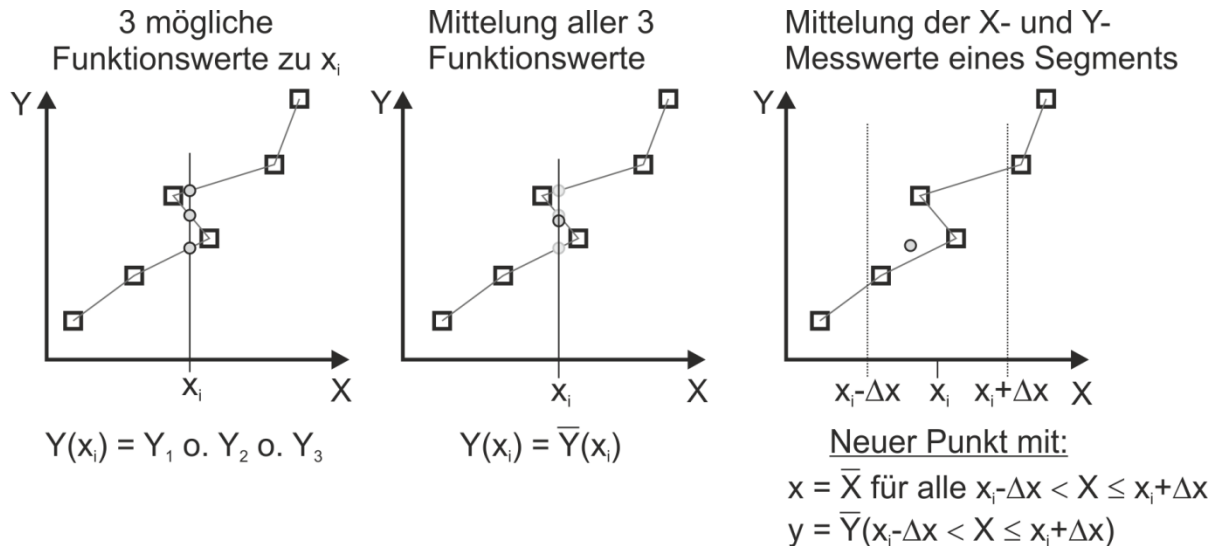


Bild 5.6: Auflösen von Unstetigkeiten für die Mittelwertbildung

5.4 Ansätze für die Mittelung von einzelnen Messkurven

Im Abschnitt 5.3 wurde gezeigt, dass die Messwertkurven von der Struktur $Y(X)$ in der Form günstig sind und zu einer eindeutigen Kurve aufbereitet werden müssen, so dass zu jedem Wert x der Messwertkurve nur ein Wert y vorhanden ist. Es wurde ebenfalls beschrieben, dass die Kurven hierzu Besonderheiten aufweisen, welche dies nicht in jedem Fall zulassen. Bild 5.6 zeigt jene Ansätze, welche für die Messkurvenaufbereitung zum einen Teil umgesetzt und zum anderen Teil aus den vorangegangenen Ansätzen entwickelt wurden. Ebenfalls ist in Bild 5.6 ein exemplarisches Stück einer Messkurve $Y(X)$ mit drei Besonderheiten dargestellt. Das sind Anhäufungen von Messwerten in einem Teilstück der Messkurve, Messwertpaare als Ausreißer mit unwahrscheinlichen Werten und die bereits erwähnten Unstetigkeiten. Zu den dargestellten Ansätzen A bis E in Bild 5.7 gibt es eine Bewertung, inwiefern diese drei Besonderheiten berücksichtigt werden. Die Symbolik soll zufriedenstellend (+), ausreichend (o) und unzureichend (-) darstellen.

Der Ansatz A ist am einfachsten zu realisieren. Zu jedem Parameter x_i liefert die Messkurve $Y_j(x_i)$ einen oder mehrere Funktionswerte, welche zu einem arithmetischen Mittelwert verrechnet werden und als neue Kurve $y_j(x_i)$ vorliegen. Dies ist schnell umgesetzt und Unstetigkeiten sowie Anhäufungen werden ausreichend verrechnet. Bei Ausreißern ist dieser Ansatz jedoch unzureichend, da diese mit verrechnet werden. Ein Vorteil dieses Ansatzes ist es, dass mehrere Ergebniskurven $y_j(x_i)$ direkt zu einer Mittelwertkurve verrechnet werden können.

Der Ansatz B berücksichtigt die Position der Messwertepaare direkt und berechnet ein neues Wertepaar, welches aus den arithmetischen Mittelwerten von den Messwerten Y und X besteht. Ausreißer werden bei diesem Verfahren ebenfalls mit verrechnet.

Der Ansatz C verwendet die resultierende Standardabweichung aus der ersten Berechnung des Mittelwertes des Y -Wertes. Alle Y -Werte, die unwahrscheinlich sind, werden dadurch nicht für die Mittelwertbildung verwendet. Dadurch lassen sich mögliche Ausreißer aus der Messung ausschließen, jedoch trifft es nicht für alle zu. Besonders bei steilen Kurven fallen diese eher wieder in die Mittelwertbildung mit hinein. Dieser Ansatz benötigt mehrere Wiederholungen für die Berechnung eines Wertepaares.

In den betrachteten Fällen handelt es sich bei den Kurven um Messwertkurven, welche in Teilstücken durch eine Gerade dargestellt werden können um welche sich die einzelnen Messwerte befinden. Die Standardabweichung der Messwerte liegt nun nicht mehr global in der X - Y -Ebene, sondern senkrecht zur Regressionsgeraden. Mögliche Ausreißer in den Kurven lassen sich dadurch sehr gut aus der Berechnung ausgrenzen.

In Ansatz D und E wird eine Regressionsgerade verwendet, deren Mittelpunkt den neuen approximierten Wert bildet. Die Abweichung der einzelnen Messwerte wird orthogonal auf die Regressionsgerade bezogen. Mit diesem Ansatz lassen sich Ausreißer besser ausschließen. Der Ansatz E sondert sich von den zuvor behandelten Ansätzen ab, indem der Zeitpunkt mit in die Auswahl der Messwertpaare, die zu einem Mittelwert verrechnet werden, einbezogen wird. Der Gedanke ist folgender: zu einem Zeitpunkt t ist ein Messwert X_i vorhanden. Kurze Zeit zuvor und danach wurden die Messwerte X_{i-1} und X_{i+1} gemessen. In der Annahme, dass es einen zweiten Messwert X_j gibt, der X_i nahezu entspricht, würde dieser in die Mittelwertbildung mit einbezogen. Jedoch könnte es sich bei dem Wert zum einen um einen Ausreißer handeln und zum anderen um einen viel früheren oder späteren Wert, weil die Kurve Bereiche hat, die dicht aneinander liegen. Mit der Berücksichtigung der zeitlichen Komponente ließen sich solche Werte aus der Mittelwertbildung ausschließen. Ein Problem der zeitlichen Berücksichtigung ist, dass aus einer Anhäufung im X - Y - t -Raum wieder eine Kurve bzw. Gerade wird. Dadurch verschwindet wieder der Vorteil, der von der Betrachtung $Y(X)$ gegenüber $X(t)$ und

Y(t) entstanden ist. Das bedeutet, dass eventuell die Kombination des Ansatzes E mit einem „2-dimensionalen“ Ansatz nötig ist, um zusätzlich die Anhäufungen besser bearbeiten zu können.

Für die Datenaufbereitung innerhalb dieser Arbeit wurde der Ansatz B verwendet, da dieser für die zu bearbeitenden Messkurven sowohl am schnellsten und robustesten arbeitete.

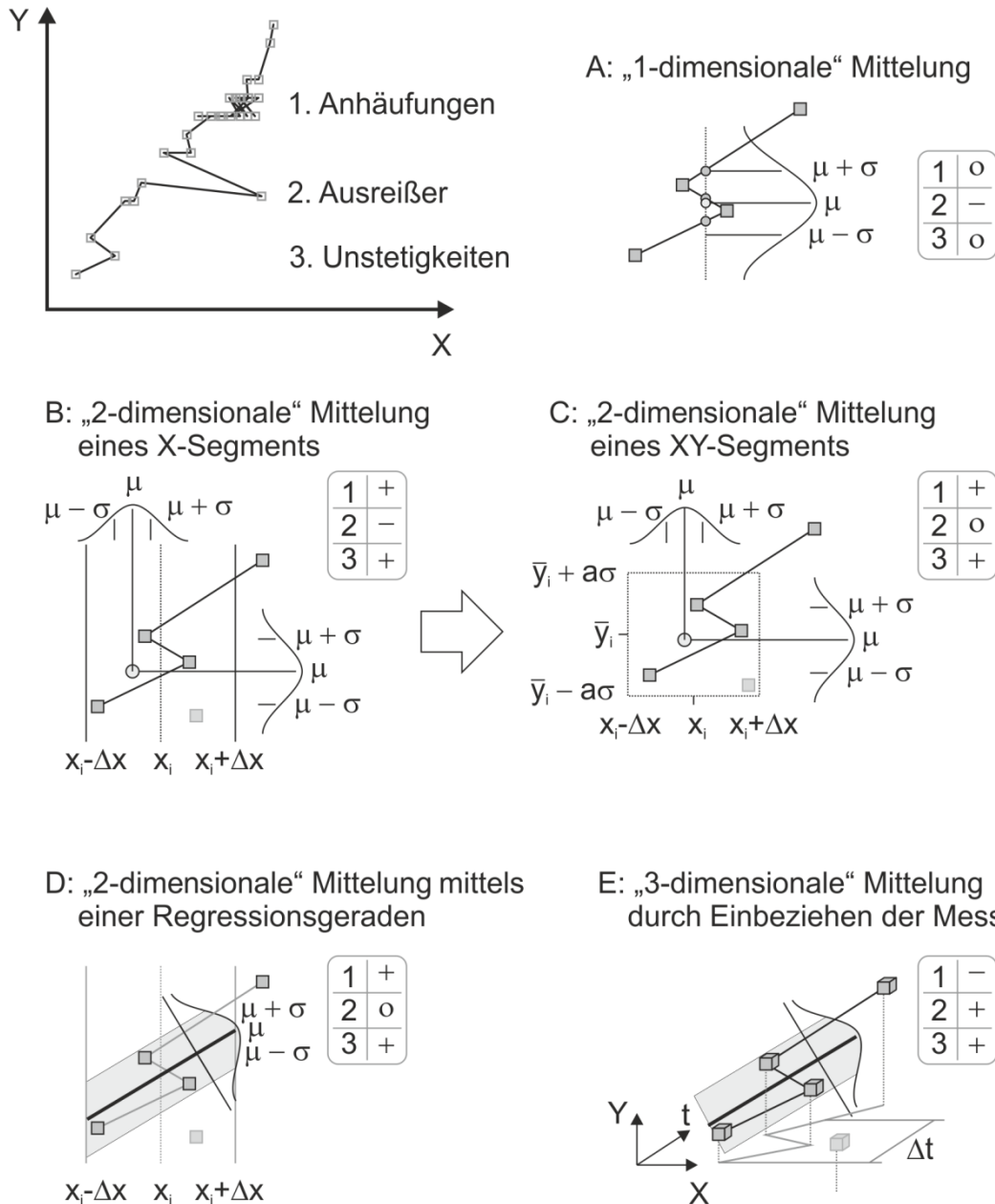


Bild 5.7: Übersicht über die Ansätze zur Aufbereitung einer Messkurve

5.5 Mittelwertkurvenbildung

Um ein Material zu charakterisieren, sind mehrere Versuche zur statistischen Absicherung nötig. Für jede Serie sind mindestens fünf gültige Kurvenverläufe $y_i(x)$ erforderlich. Es stellt sich dabei die Frage: Wie verläuft die Kurve im Normalfall? Die Unterschiede in den Kurvenverläufen repräsentieren die Kumulation aus verschiedenen Umwelteinflüssen, Inhomogenitäten im Material und Fehlerquellen in der Messung selbst [44]. Für die Berechnung ist jedoch eine Kurve interessant, die das Material in x -% der Fälle wiedergibt. Sehr einfach und schnell lassen sich Mittelwert und Standardabweichung charakteristischer Materialkennwerte bilden. Doch der mittlere Verlauf stellt die Auswertung vor eine größere Aufgabe.

Solange von n Kurven der Form $y(x)$ ebenfalls n Funktionswerte vorhanden sind, lässt sich ein Mittelwert von y bilden. Sobald jedoch eine der Kurven endet, ist die Mittelwertkurve in dieser Stelle unstetig und die Standardabweichung größer, nur weil ein Messwert weniger vorhanden ist. Es ist jedoch zu erwarten, dass an einer solchen Stelle die Mittelwertkurve stetig weiterverläuft und die Standardabweichung nicht größer wird. Das Material wird schließlich nicht an der Stelle x_i schlagartig fester oder weicher. Es liegt nur daran, dass ab einem Funktionsende einer von n Messkurven keine Funktionswerte mehr vorhanden sind. Das Ende einer Messkurve einer Zugprüfung sagt nichts über den weiteren Verlauf aus, sondern gibt nur einen Wert an, ab dem die schwächste Stelle im Material versagt hat. Die Tschebyscheffsche Ungleichung

$$P(|X - \mu| \geq \lambda\sigma) \leq \frac{1}{\lambda^2} \quad (5.2)$$

unterstützt diese Aussage [45]. Die Gleichung sagt aus, dass es sehr unwahrscheinlich ist, dass ein Wert der Zufallsveränderlichen X um ein Vielfaches der Standardabweichung vom Erwartungswert μ entfernt liegt [46]. In Bild 5.8 ist hierzu ein Gedankenexperiment dargestellt. Es zeigt drei Funktionen (graue Linien) der Zufallsgröße X , von denen eine Funktion zum Zeitpunkt 2 aufhört. Dies verändert den Mittelwert (schwarze Linie) sowie die Standardabweichung (graue Strich-Punkt-Linie). Eingezeichnet ist im Zeitpunkt 2 ein möglicher Wert der Zufallsveränderlichen X . Nun lässt sich dieser Punkt jeweils dem Bereich links oder rechts zuordnen. Je nach Zuordnung ergibt sich die Aussage nach der Tschebyscheffschen Ungleichung,

dass der Wert wahrscheinlich oder sehr unwahrscheinlich ist. Wird die Variable i als nicht reversible Größe gesehen, welche die Richtung eines Prozesses angibt, so wie es beim Zugversuch die Zeit ist, so ergibt sich in dem Fall eine Unstetigkeit, die unrealistisch ist. Nur aufgrund dessen, dass die Funktion X_1 zum Zeitpunkt 2 aufhört, ist es unwahrscheinlich geworden, dass der Zufallswert X auftreten kann. Ebenfalls tritt ein Sprung im Mittelwert auf, welcher im Falle einer Spannung nicht erklärbar ist. Dass ist in diesem Fall ein rein mathematisches Phänomen. Das Ende einer Funktion sagt im Falle einer Zugprüfung etwas über die wahrscheinliche Bruchdehnung und –spannung aus, nicht jedoch etwas über den weiteren Verlauf der Kurve.

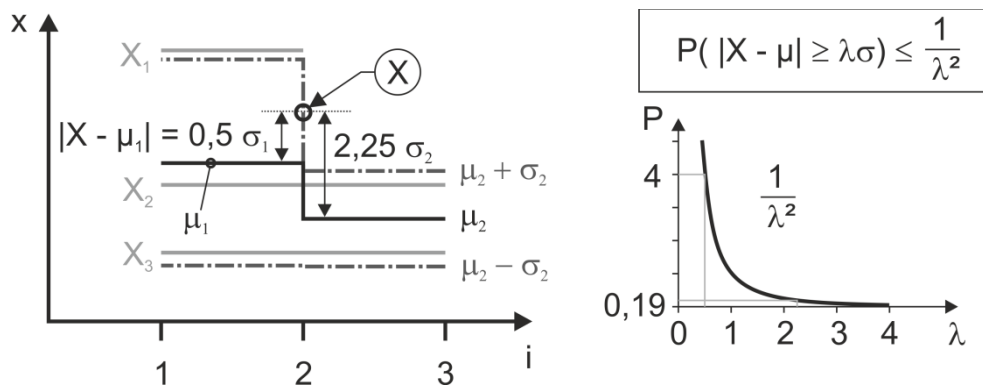


Bild 5.8: Unstetigkeit in Mittelwert und Standardabweichung

Dass ein Mittelwert und die Standardabweichung tatsächlich unstetig sein können soll nicht bestritten werden. Dieser Ansatz ist an Bedingungen des untersuchten Phänomens selbst geknüpft. Es kann auch der Fall eintreten, dass der Mittelwert keine Unstetigkeit aufweist, so wie es in Bild 5.9 dargestellt ist. Zwischen zwei Kurven liegt in der Mitte eine dritte Kurve, die früher als die beiden anderen endet. Somit gibt es nur in der Standardabweichung in diesem Bereich einen Sprung. Wird der mögliche Wert X in der Schnittstelle betrachtet, so könnte er wiederum auf zwei verschiedene Wahrscheinlichkeiten fallen. Der Anwender muss sich deshalb fragen, ob der Ausfall einer Messkurve zu einer größeren Streuung der nachfolgenden Messkurve führen kann oder nicht. Im Falle der Zugprüfung ist eher zu erwarten, dass Mittelwert und Standardabweichung keine Sprünge durch ein Probenvollversagen aufweisen, da dies indirekt eine Materialinhomogenität bedeuten würde, welche sich nicht physikalisch oder chemisch begründen ließe.

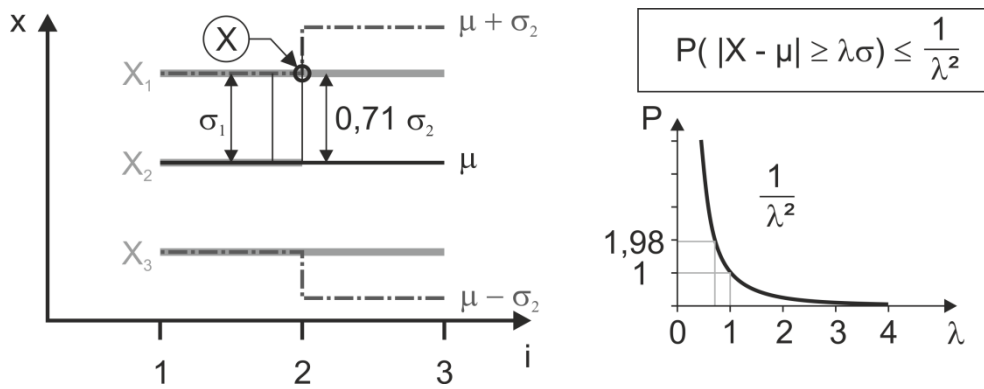


Bild 5.9: Stetigkeit im Mittelwert und Unstetigkeit in der Standardabweichung

Die beschriebene Interpretation der Tschebyscheffschen Ungleichung wurde für die Berechnung einer Mittelwertkurve umgesetzt. Wie in Bild 5.10 dargestellt, wird bei Abbruch einer Messkurve in einer Messreihe die Standardabweichung verwendet, um deren weiteren Verlauf abzuschätzen. Die abgebrochene Kurve behält ihre Position in der Standardabweichung bei. Im Anschluss wird der abgeschätzte Wert in die Mittelwertbildung übernommen, was zu einem stetigen Mittelwert über die Serie führt. Mit diesem Ansatz folgt die Mittelwertkurve dem Verlauf der Messserie bzw. dem Verlauf der längsten Messkurve. Ebenso wie ein Ansatz mit Hilfe der Polynomapproximation wird der Verlauf der Mittelwertkurve aus den gemessenen Daten interpretiert und stellt nicht den tatsächlichen physikalischen Verlauf dar. Das Ergebnis ist eine Kurve, welche die Messserie repräsentiert. Je höher die Qualität der Messserie ist, desto größer ist eine wahrscheinliche Übereinstimmung der Mittelwertkurve mit dem tatsächlichen physikalischen Verlauf.

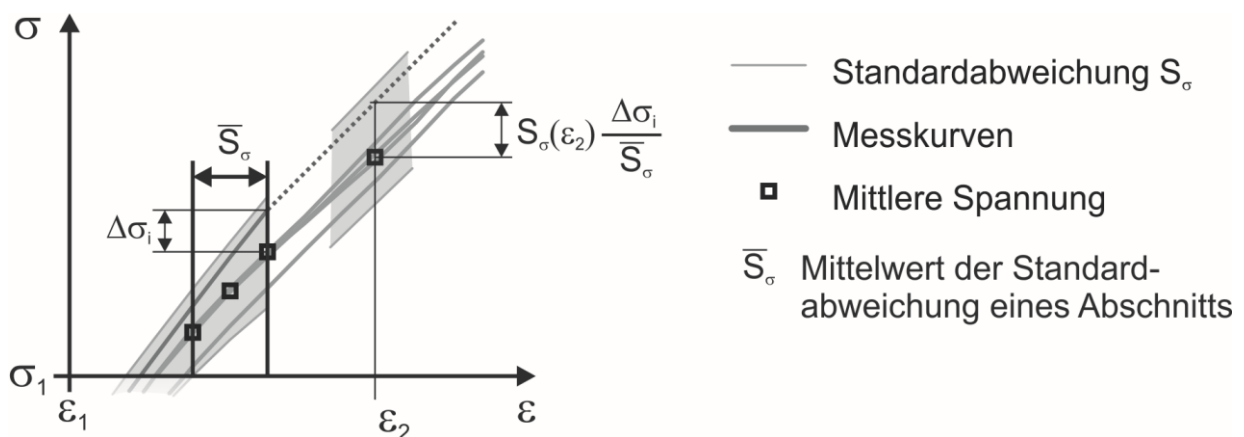


Bild 5.10: Vorgehensweise der Mittelwertabschätzung

5.6 Ermittlung charakteristischer Kennwerte aus Mittelwertkurven

Im Regelfall werden charakteristische Kennwerte aus jeder Kurve einer Messserie ermittelt und statistisch ausgewertet. Ein Vorteil der Mittelwertkurve ist die Möglichkeit, charakteristische Messwerte mit ihrer Standardabweichung direkt aus dieser Kurve ablesen zu können. Bei der Mittelwertkurve handelt es sich um eine Anreihung von arithmetischen Mittelwerten zu diskreten Parameterwerten der Messwertfunktionen $y(x)$, welche mit

$$\bar{\sigma}(\varepsilon_j) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sigma_i(\varepsilon_j) \quad (5.3)$$

bestimmt wird. Für einen diskreten Dehnungswert ist dies letztendlich nichts als eine Mittelwertbildung von mehreren Messwerten nach

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i \quad (5.4)$$

Somit ist ein diskreter Wert, wie die Streckgrenze oder Zugfestigkeit durch die Mittelwertkurve und Umhüllende der Standardabweichung gegeben. Wie sieht es in diesem Fall mit dem E-Modul als Sekante der Mittelwertkurve aus? Die DIN EN ISO 527-1 legt den E-Modul als Sekante zwischen Dehnungen 0,05 und 0,25 % fest. Letztendlich bildet sich der E-Modul als Sekante durch zwei Punkte. Bei einer Messreihe von n Messungen berechnet sich der E-Modul mit Gleichung (5.5).

$$\bar{E} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n E_i = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{\sigma_i(\varepsilon_2) - \sigma_i(\varepsilon_1)}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (5.5)$$

Innerhalb der gleichen Grenzen lässt sich aus der Mittelwertkurve der Sekantenmodul nach

$$E_{\bar{\sigma}} = \frac{\bar{\sigma}(\varepsilon_2) - \bar{\sigma}(\varepsilon_1)}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (5.6)$$

ermitteln. In (5.7) wird der Mittelwert aus (5.5) mit dem aus (5.6) gleichgesetzt.

$$\bar{E} = E_{\bar{\sigma}} \quad (5.7)$$

$$\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{\sigma_i(\varepsilon_2) - \sigma_i(\varepsilon_1)}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} = \frac{\bar{\sigma}(\varepsilon_2) - \bar{\sigma}(\varepsilon_1)}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (5.8)$$

Nach Auflösen der Dehnungsdifferenz in (5.8) und Umstellung von (5.9) auf (5.10)

$$\sum_{i=1}^n [\sigma_i(\varepsilon_2) - \sigma_i(\varepsilon_1)] = n\bar{\sigma}(\varepsilon_2) - n\bar{\sigma}(\varepsilon_1) \quad (5.9)$$

$$-\underbrace{\left[\sum_{i=1}^n \sigma_i(\varepsilon_1) - n\bar{\sigma}(\varepsilon_1) \right]}_{=0} + \underbrace{\sum_{i=1}^n \sigma_i(\varepsilon_2) - n\bar{\sigma}(\varepsilon_2)}_{=0} = 0 \quad (5.10)$$

ist zu erkennen, dass die Summen der Spannungen abzüglich des n-fachen Mittelwerts der Spannung der Form

$$\sum_{i=1}^n x_i - n\bar{x} = \sum_{i=1}^n v_i = 0 \quad (5.11)$$

entsprechen. Da die Mittelwertkurve nach (5.3) berechnet wird, entspricht der arithmetische Mittelwert mehrerer Messkurven dem der Mittelwertkurve. Der E-Modul lässt sich somit direkt aus der Mittelwertkurve bestimmen. Die letzte interessante Größe ist die Standardabweichung des Mittelwertes. Die Fragestellung ist, inwieweit diese sich aus der Mittelwertkurve und der Standardabweichung S der Mittelwertkurve ermitteln lässt. Die Varianz des E-Moduls wird durch

$$S_E^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (E_i - \bar{E})^2 \quad (5.12)$$

berechnet, deren Wurzel die Standardabweichung ist. Diese Formel würde die E-Module aus den Einzelkurven benötigen, welche aber nicht vorliegen. Zwar könnten diese bestimmt werden, jedoch war es nicht das Ziel der Mittelwertkurvenbildung, die Kennwerte jeder einzelnen Kurve nochmals zu bestimmen. Deshalb wird die Gleichung durch die Berechnung der E-Module aus (5.5) und (5.6) erweitert.

$$S_E^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n \left(\frac{\sigma_i(\varepsilon_2) - \sigma_i(\varepsilon_1)}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} - \frac{\bar{\sigma}(\varepsilon_2) - \bar{\sigma}(\varepsilon_1)}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \right)^2 \quad (5.13)$$

Es folgt die Umstellung der Einzelkomponenten bezüglich der beiden angegebenen Dehnungen was zu

$$S_E^2 = \frac{1}{(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)^2} \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n \left(\frac{\sigma_i(\varepsilon_2) - \bar{\sigma}(\varepsilon_2)}{=v_i(\varepsilon_2)} - \frac{(\sigma_i(\varepsilon_1) - \bar{\sigma}(\varepsilon_1))}{=v_i(\varepsilon_1)} \right)^2 \right] \quad (5.14)$$

führt, dessen Potenz in der Summe der zweiten binomischen Gleichung entspricht. Diese binomische Gleichung wird aufgelöst und die Komponenten werden erneut anhand der Dehnungen sortiert. Dies führt zu der Gleichung (5.15).

$$S_E^2 = \frac{1}{(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)^2} \left[\underbrace{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n v_i(\varepsilon_2)^2}_{S_{\sigma(\varepsilon_2)}^2} + \underbrace{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n v_i(\varepsilon_1)^2}_{S_{\sigma(\varepsilon_1)}^2} - 2 \underbrace{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (v_i(\varepsilon_2) * v_i(\varepsilon_1))}_{S_{\sigma(\varepsilon_1)\sigma(\varepsilon_2)}} \right] \quad (5.15)$$

Wegen des rechten Terms in der Klammer lässt sich die Standardabweichung des E-Moduls nach (5.15) nicht aus der Mittelwertkurve und ihrer Standardabweichung ermittelt. Dieser Term lässt sich als die empirische Kovarianz der Zufallsgrößen $\sigma(\varepsilon_1)$ und $\sigma(\varepsilon_2)$ mit der Gleichung (5.16) oder alternativ mit (5.17) ausdrücken [44]:

$$Cov(\sigma(\varepsilon_1), \sigma(\varepsilon_2)) = S_{\sigma(\varepsilon_1)\sigma(\varepsilon_2)} = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (v_i(\varepsilon_1) * v_i(\varepsilon_2)) \quad (5.16)$$

$$S_{\sigma(\varepsilon_1)\sigma(\varepsilon_2)} = \sum_{i=1}^n \sigma_i(\varepsilon_1) * \sigma_i(\varepsilon_2) - n\bar{\sigma}(\varepsilon_1)\bar{\sigma}(\varepsilon_2) \quad (5.17)$$

Das Problem das sich hierbei stellt ist, dass die Kovarianz für einen Zugversuch nicht zwingend unkorreliert sein muss, was

$$Cov(\sigma(\varepsilon_1), \sigma(\varepsilon_2)) = 0 \quad (5.18)$$

bedeuten würde. Für verschiedene Fälle der Kurven stellen sich unterschiedliche Werte ein. Bild 5.11 zeigt mögliche Szenarien von Kurvenscharen mit ihrer Kovarianz. Für reale Versuchskurvenscharen es sehr unwahrscheinlich, dass die Gleichung (5.18) erfüllt wird. Mit der Gleichung (5.15) lässt sich nur im Sonderfall einer nicht vorhandenen Kovarianz die Varianz des E-Moduls einzig aus der

Mittelwertkurve und deren Standardabweichung berechnen. Im Regelfall wird die Varianz des E-Moduls und damit letztendlich die Standardabweichung aus der Kurvenschar von Einzelversuchen bestimmt.

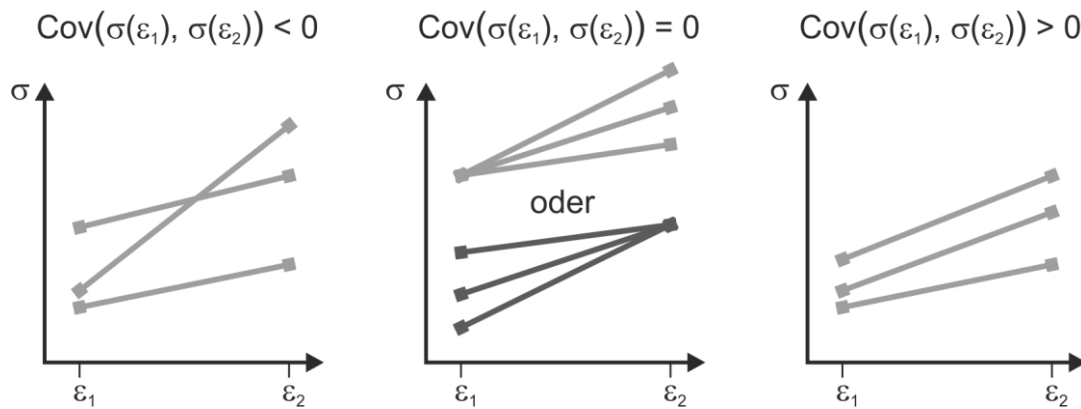


Bild 5.11: Beziehung der Kovarianz zum Verlauf der Messkurven

Die Mittelwertkurven haben den Vorteil, die Kurvenschar einer Messreihe repräsentativ wiederzugeben. Es wurde gezeigt, dass sich aus den Mittelwertkurven Sekanten bestimmen lassen (5.6), welche die gleiche Steigung besitzen, wenn alle Sekanten der Einzelkurven im selben Intervall gemittelt werden. Diskrete charakteristische Kennwerte können ebenfalls aus der Kurve bestimmt werden. Im verwendeten Berechnungsansatz der Mittelwertkurven besteht die Einschränkung, dass bei einer Kurvenschar die Varianz in Ordinatenrichtung berücksichtigt wird. Die Varianz der gemessenen Werte in Abszissenrichtung wird nur im Kurvenende der Mittelwertkurve berücksichtigt. Die berechneten Mittelwertkurven verlaufen bis zum arithmetischen Mittelwert aller Kurvenenden ihrer Kurvenschar. Exemplarisch wurden verschiedene Fließspannungen bei zwei verschiedenen Zugversuchsserien bestimmt (Bild 5.12). Es wurde zum einen der Mittelwert inklusive Standardabweichung aus der Mittelwertkurve und aus ihrer Kurvenschar bestimmt. Die aus den Kurvenscharen bestimmten Werte sind nahezu identisch mit den Werten aus den Mittelwertkurven. Die in der Mittelwertkurvenberechnung fehlende Berücksichtigung der Varianz in Abszissenrichtung macht sich in Bild 5.12-b dadurch bemerkbar, dass bei der Kurvenschar mit höherer Streuung die Standardabweichungen nicht identisch sind.

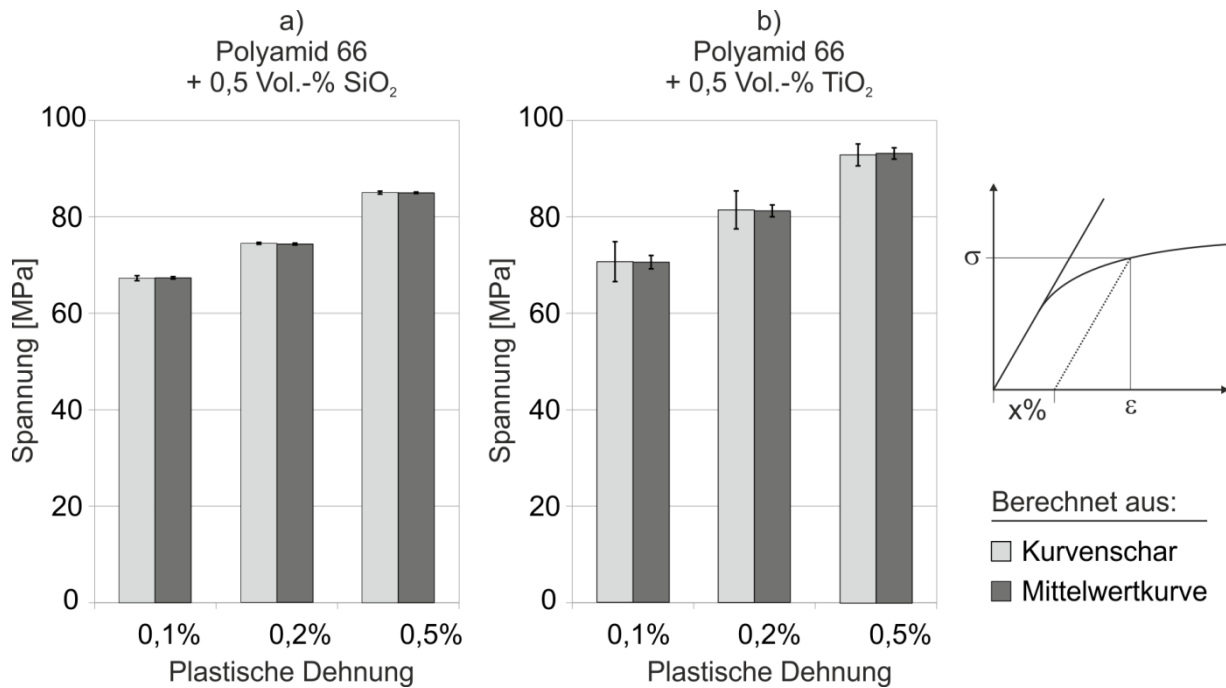


Bild 5.12: Verschiedene Streckspannungen von Zugversuchen bei 1 mm/s Prüfgeschwindigkeit von a) SiO₂-Nanokompositen und b) TiO₂-Nanokompositen ermittelt aus der Kurvenschar und Mittelwertkurve

5.7 Anwendungsergebnisse

Wie in den Abschnitten zuvor beschrieben, muss für die Mittelwertkurvenbildung die einzelne Messkurve $Y(X)$ bearbeitet werden. Bild 5.13 zeigt das Ergebnis des angewendeten Ansatzes B, welcher im Abschnitt 5.4 beschrieben wurde. Dargestellt ist eine parameterlose Ausgangskurve $Y(X)$, welche durch den Ansatz B auf eine Kurve $y(x)$ transformiert wurde. Die Ergebniskurve liegt sehr gut in der Ausgangskurve. Die Punktanhäufung im Nullpunkt wird durch den Vorlauf der Messung erzeugt und in der Ergebniskurve durch einen Punkt wiedergegeben. Auf die Vorbereitung der einzelnen Messkurven folgt die Berechnung der Mittelwertkurve. Das Bild 5.14 zeigt den Vergleich zwischen einer normalen Mittelwertbildung nur anhand gegebener Messwerte und einem abgeschätzten Verlauf. Wenn nur die allein vorhandenen Messwerte berücksichtigt werden, kommt es zu Unstetigkeiten im Verlauf der mittleren Spannung und der Standardabweichung. Dem gegenüber dargestellt ist der abgeschätzte Verlauf der mittleren Spannung, wenn die in den vorangegangenen Abschnitten beschriebenen Maßnahmen und Ansätze eingesetzt werden. Endet eine Kurve, so führt dies nicht unweigerlich zu einer Unstetigkeit im Kurvenverlauf.

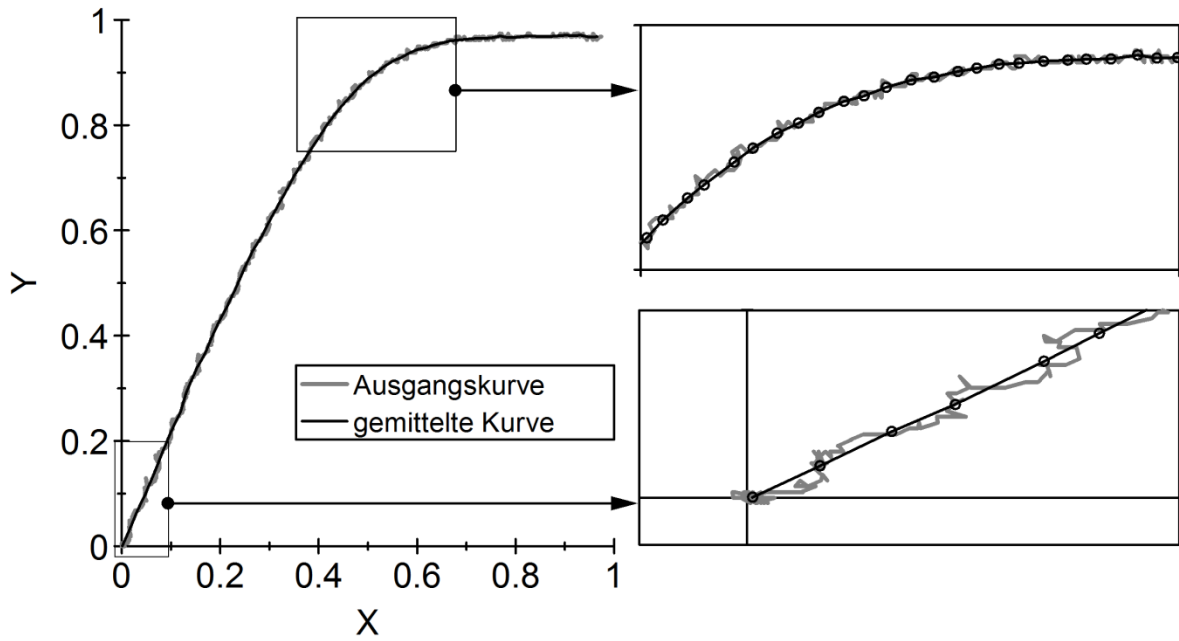


Bild 5.13: Ergebnis der Einzelkurvenmittelung durch den Ansatz B

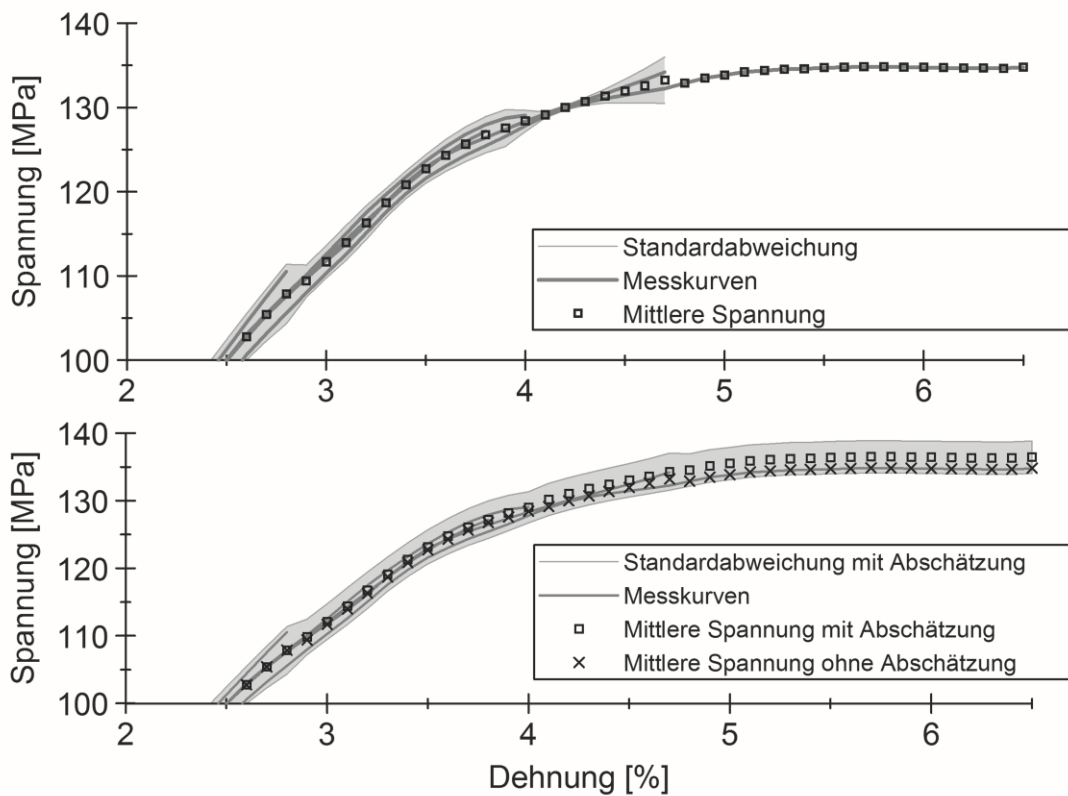


Bild 5.14: Vergleich von abgeschätzten und nicht abgeschätzten Kurvenverläufen

6 Dehnratenabhängiges uniaxiales mechanisches Verhalten

Die Dehnrates, der Feuchtegehalt und die Prüftemperatur beeinflussen das mechanische Verhalten von Polyamid [12]. Durch die Prüfung bei Raumtemperatur von trockenen Proben beschränkt sich der Prüfaufwand auf die Belastungsgeschwindigkeit und im Fall von partikelgefülltem Material zusätzlich auf den Partikelfüllgehalt. Die dehnratenabhängige Zugprüfung dient zur Charakterisierung des mechanischen Verhaltens und ist im Vergleich zu den bruchmechanischen Prüfungen bei gleichem zeitlichen Aufwand in einer deutlich größeren Breite möglich. Die Kenntnis des Materialverhaltens ist ebenfalls für die Auswahl der geeigneten bruchmechanischen Prüfung erforderlich. Für die Untersuchung des Polyamid 66 in seinen dreizehn Variationen ist es daher Ziel der Zugprüfung, einen Überblick über das dehnratenabhängige mechanische Verhalten zu erhalten. Aus dem möglichen Parameterfenster der Prüfgeschwindigkeiten von 0,1 mm/s bis 20 m/s wurden aus diesem Grund vier ausgewählt. Bei dreizehn Serien pro Geschwindigkeit und einer Anforderung von mindestens fünf gültigen Versuchen war die Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/s die unterste Grenze.

6.1 Prüfmethoden

6.1.1 Dehnratenabhängige Zugversuche mit optischer Dehnungsmessung

Die für den Zugversuch verwendete Prüfmaschine unterscheidet sich von üblichen Zugprüfmaschinen durch den in Bild 6.2 dargestellten größeren Prüfbereich der Belastungsgeschwindigkeit. Ein weiteres Alleinstellungsmerkmal der verwendeten Prüfmaschine ist die optische Messung der Probendehnung mit einer Synchronisation der Kraftmessung mit der Hochgeschwindigkeitskameraaufnahme. Je nach Messverfahren bzw. der dadurch betrachteten Messstrecke ergeben sich unterschiedliche Probendehnungswerte aufgrund einer möglichen örtlichen Lokalisierung der Dehnung durch eine Probeneinschnürung. Die optische Dehnungsmessung bietet gegenüber Standarddehnungsmessverfahren wie Dehnmessstreifen und mechanischen Extensometern den Vorteil, die Dehnung in der Probeneinschnürung zu erfassen. [47]

Der Versuchsaufbau der Zugprüfung umfasste die in zwei Spannbacken befestigte Schulterstabprobe, deren Oberfläche von einer Hochgeschwindigkeitskamera aufgenommen wurde. Kraftmessung, Kamera- sowie Maschinensteuerung erfolgten

durch einen Messrechner, der zeitlich mit dem Versuchsstart die Hochgeschwindigkeitskamera triggert und die Bildsynchronisation mit der Kraft erfasst. Die Maschine zerreit die Proben in drei in Bild 6.1 dargestellten Schritten. Im ersten Schritt wird der Maschinenzylinder auf eine Vorlaufstrecke heruntergefahren, um diese im zweiten Schritt fr die Beschleunigung auf Zielprfgeschwindigkeit zu verwenden. Im letzten Schritt koppelt der Maschinenzylinder mit dem an der Probe befestigten Kolben an und zerreit die Probe. Die Kraft wird dabei von einer piezo-elektrischen Kraftmessdose unterhalb der Probenspannbacke gemessen.

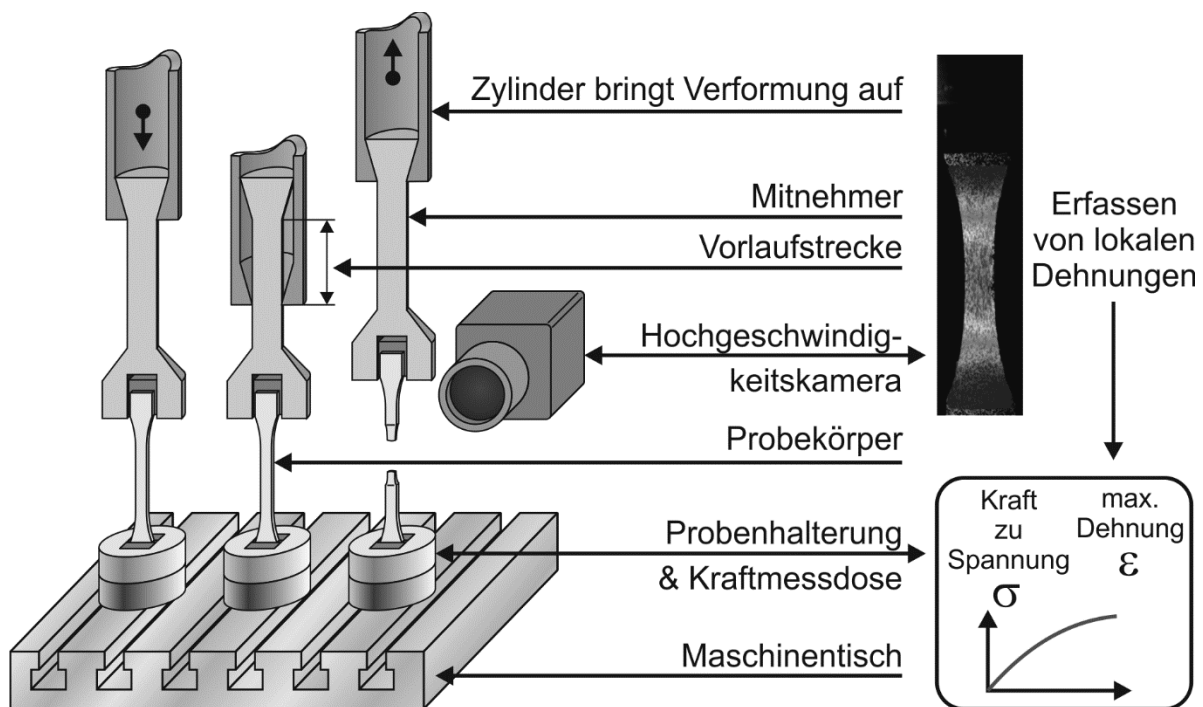
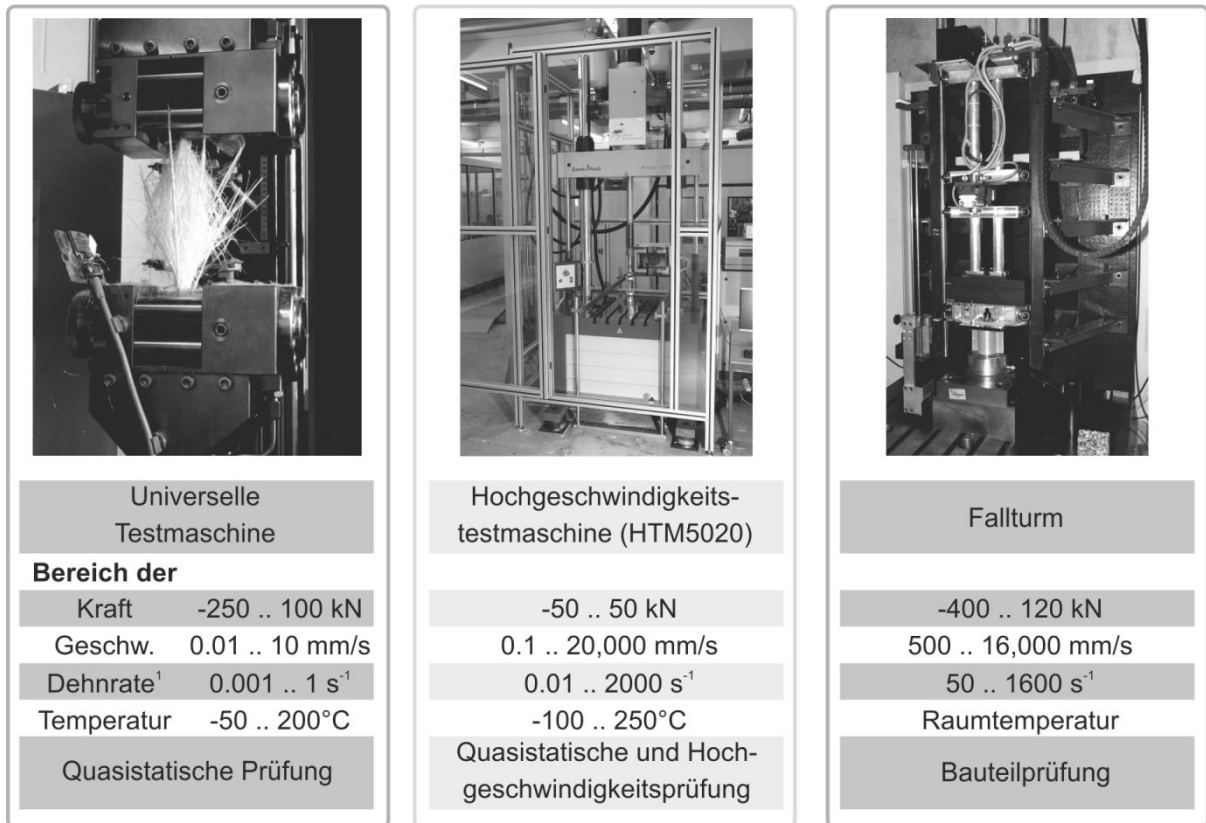


Bild 6.1: Exemplarischer Zugversuch auf der HTM 5020



¹ Dehnrates für einen Zugprüfstab mit einer 10 mm parallelen Länge (DIN 53448 80x10)

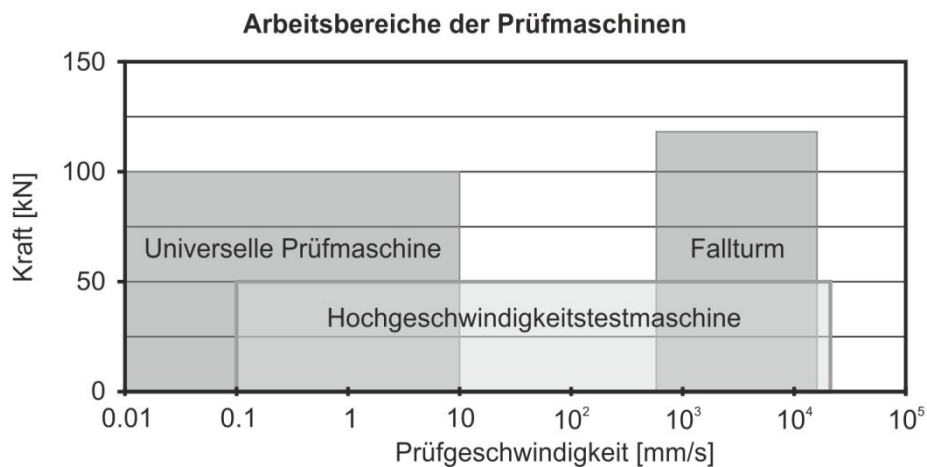


Bild 6.2: Arbeitsbereiche von Prüfmaschinen bzw. –einrichtungen für Zugversuche an der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH

6.1.2 Lichttransmissionsanalyse

Die durchgeführten Zugversuche zeigten große Unterschiede in der Duktilität, impliziert sowohl durch die extrusionsbedingte Degradation des Polyamids 66 als auch durch die Nanopartikel. Was die wahren Spannungs-Dehnungskurven nicht wiedergeben können, ist die Größe der plastischen Zone bzw. Einschnürung der

einzelnen Zugprobe. Bei den Proben konnte im Bereich der Einschnürung eine Weißverfärbung beobachtet werden. Insbesondere mit Siliciumdioxid-Nanopartikeln gefüllte Schulterstabproben zeigten eine bleibende Verfärbung und einen deutlichen Weißbruch. Ab der Probeneinschnürung ist der irreversible Deformationszustand in der Zugprobe inhomogen. Von Interesse ist die Ausprägung dieses Zustands in der Probe. Ausgehend von den Ergebnissen der Zugversuche wird von den mit Siliciumdioxid-Nanopartikeln gefülltem Polyamid 66 eine große Zone mit plastischer Verformung erwartet, von den Titandioxid-Nanopartikeln eine kleine lokalisierte plastische Zone. Bei der irreversiblen Deformation bei einem Thermoplast handelt es sich um mehrere parallel ablaufende Phänomene. So richten sich beispielsweise die Molekülketten in Hauptbelastungsrichtung aus, es entstehen Hohlräume (Voids) und Crazing tritt ein [13, 48]. Diese Phänomene führen zu einer lokalen Dichteänderung des Materials. Die Transmissionsfähigkeit von Werkstoffenen für Röntgenstrahlung ist abhängig sowohl von der Materialdichte als auch vom plastischen Deformationszustand des Materials [49, 50]. Ein ähnliches Verhalten zeigt auch eine Durchleuchtung des Materials mit Licht [51]. Somit kann die Lichtdurchlässigkeit des Polyamids 66 dahingehend ausgenutzt werden, den irreversiblen Verformungszustand während des Zugversuches sichtbar zu machen.

Die Größe der Lichttransmission wird im vorliegenden Fall aus den digitalen Bildern einer Kameraaufnahme in Form eines Grauwertes bestimmt. Der Grauwert selbst stellt die Lichtdurchlässigkeit des Materials als Verhältnis zwischen 0 (Weiß) und 1 (Schwarz) dar. Sinkt die Größe des Grauwerts, sinkt dementsprechend die Transmission des Lichts durch das Material.

Die Prüfung der Proben erfolgte analog zu denen der optischen Dehnungsmessung bei gleichen Randbedingungen. Der Unterschied liegt in der Probenmarkierung und der Durchstrahlung der Proben mit einem Halogenstrahler, wie in Bild 6.3 des Versuchsaufbaus zu erkennen ist. Alle Proben wurden im parallelen Teilstück auf gleiche Weise markiert. Mit Hilfe einer Blende wurde die Lichteinstrahlung auf die Probenoberfläche begrenzt, um eine Überblendung der Bildaufzeichnung zu verhindern.

Mit einem selbstentwickelten Programm wurde die Lichttransmission der Probe als Grauwert aus den Bildern bestimmt. Dabei wird der Grauwert als Mittelwert aus den Grauwerten mehrerer Pixel der Aufnahme ermittelt. Die Reihenaufnahme der

Hochgeschwindigkeitskamera ermöglichte die zeitlich abhängige Messung des Grauwertes. Da sich versuchsbedingt durch die Probendeformation Punkte auf der Probenoberfläche während des Versuchs verschieben, wurde dies im Programm durch eine Punktverfolgung berücksichtigt.

Das Prüfprogramm bei der Lichttransmissionsanalyse umfasste nur das Polyamid 66 im Lieferzustand, einfach extrudierte sowie beide Nanokomposite (TiO_2 & SiO_2) mit 0,5 und 4 Vol.-% Füllgehalt. Die Prüfung fand bei Raumtemperatur mit getrockneten Proben bei 1 mm/s statt, wobei die SiO_2 -Nanokomposite zusätzlich bei 1000 mm/s geprüft wurden. Um eine reproduzierbare Probendurchleuchtung zu gewährleisten, starteten die Prüfungen mit einem Grauwert von 0,95.

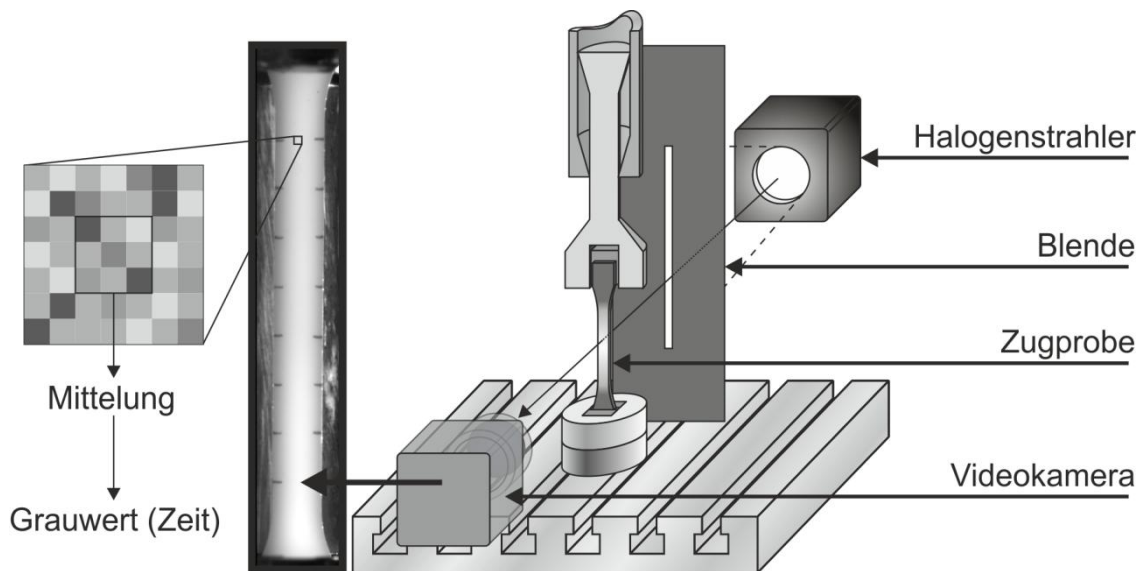


Bild 6.3: Versuchsaufbau des Lichttransmissionsversuchs

6.2 Probenvorbereitung der optischen Dehnungsmessung

6.2.1 Probengeometrie und Vorbehandlung

Für die Zugprüfung wurden die Schulterstäbe nach DIN EN ISO 527-2 vom Typ 1A verwendet. Dieser Prüfstab besitzt eine parallele Prüflänge in Zugrichtung von 80 mm und eine Probenbreite von 10 mm quer dazu. Die Stäbe wurden am Institut für Verbundwerkstoffe im Spritzgussverfahren mit einer Dicke von 4 mm hergestellt. Deren nach [40] abgeschätzte nominelle Dehnratenrate ist höher als die tatsächlich gemessene Dehnratenrate, wie in Bild 6.4 zu beobachten ist. Für die Abschätzung wurde die parallele Prüflänge angenommen und der Probeneinlaufbereich nicht berücksichtigt, sodass die reale Probenlänge größer ist. Aufgrund der Krümmung im Einlaufbereich liegt die dehnratenbestimmende Probenlänge zwischen der Prüf- und

der Einspannlänge. Gegenüber dem kürzeren Prüfstab nach DIN 53448 können mit dem angewendeten Schulterstab im unteren Prüfungsbereich der HTM 5020 geringere Dehnraten realisiert werden.

Für die optische Dehnungsmessung wurde auf den parallelen Probenbereich ein stochastisches Schwarz-Weiß-Muster gesprüht. Aufgrund der Hydroskopie des Polyamids wurden vor der Prüfung die Proben mindestens 48 Stunden bei 80 °C in einem Umlufttrockner getrocknet und anschließend in Exsikkatoren mit Silicagel aufbewahrt. Diese Maßnahme sollte einen gleichmäßigen und reproduzierbaren Probenzustand gewährleisten.

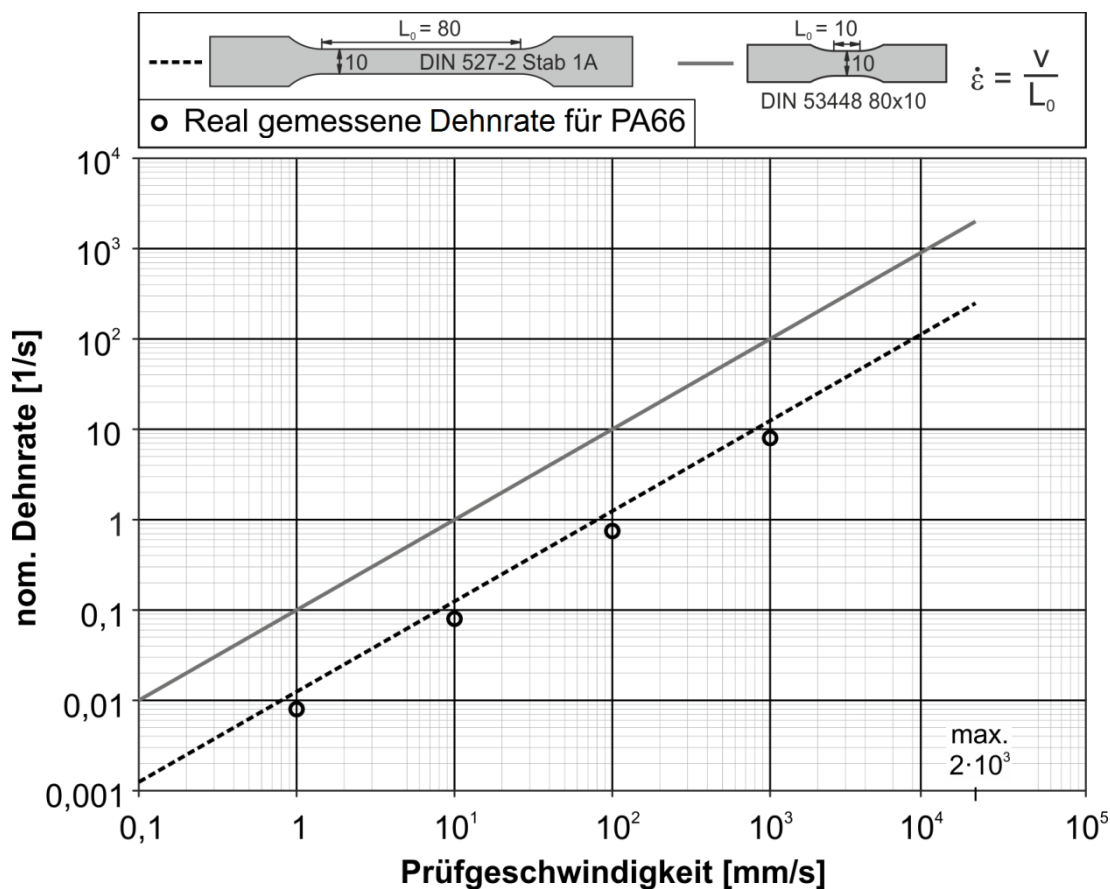


Bild 6.4: Nominelle Dehnrate abhängig von Prüfkörper und –geschwindigkeit

6.2.2 Probenvorbereitung für die Grauwertkorrelation

6.2.2.1 Anforderungen aus der Versuchsmessung

Die maximale Prüfgeschwindigkeit der HTM 5020 beträgt 20 m/s. Daraus ergibt sich die Anforderung an die optische Messung der Oberfläche, möglichst ausreichend Bilder zu liefern, um eine zufriedenstellende Dehnungsmessung zu ermöglichen. Die verwendete Hochgeschwindigkeitskamera kann Bilder mit der Auflösung von 1016 x 80 Pixeln mit einer Frequenz von 31.000 fps aufzunehmen. Daraus ergeben sich 31 Bilder pro Millisekunde. Bei der maximalen Prüfgeschwindigkeit schießt die Hochgeschwindigkeitskamera 1,55 Bilder pro gefahrenen Millimeter. Für die Ermittlung der Dehnung kommt an der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH das Messsystem ARAMIS zum Einsatz, welches aus der inkrementellen Veränderung eines in Bild 6.5 dargestellten stochastischen Schwarz-Weiß-Musters das Dehnungsfeld der Fläche bestimmt. Bei einer Bildhöhe von 80 Pixeln lässt sich die Probenoberfläche in der Breite ausreichend gut für eine aussagekräftige Dehnungsmessung erfassen. Das für diese gesetzte Auflösung optimalste Muster wurde durch eine Versuchsreihe mit der in Bild 6.6 gezeigten Methode bestimmt. Aus einer versuchsnahen Aufnahme einer unbelasteten Probe erfolgte die Ermittlung des Messrauschens. Mit den resultierenden Dehnungen entlang der Probenlängsachse wurden die untersuchten Muster bewertet und miteinander verglichen.

Aus Sicht der Handhabbarkeit der Proben bei der Einspannung in die Prüfvorrichtung sollte die Lackfarbe trocken sein, um ein unbeabsichtigtes Verwischen beim Einspannen der Proben zu vermeiden.



Bild 6.5: Hochgeschwindigkeitsaufnahme mit einer Bildhöhe von 80 Pixeln

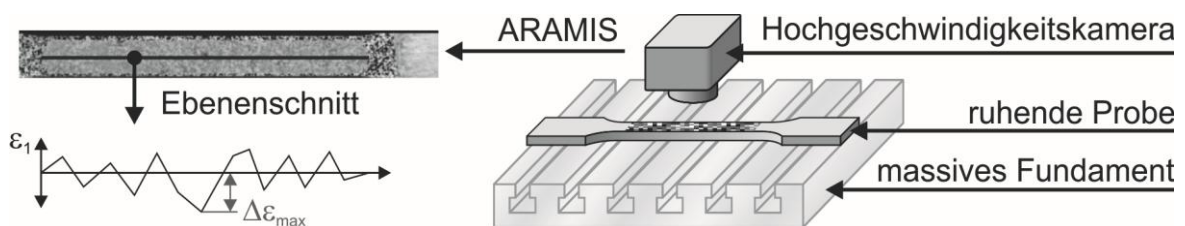


Bild 6.6: Reihenaufnahme zur Bewertung des Messrauschens

6.2.2.2 Auswahl an Lackfarben

Von den erhältlichen Lackfarben sind alle matten Lackfarben interessant. Alle glänzenden Farben fallen von vornherein aus der Auswahl heraus, um lokale Überblendungen durch starke Lichtreflektion zu vermeiden. Ein Lack besteht aus:

- Bindemitteln (filmbildender Anteil der Lackfarbe),
- Pigmenten (diese sind für den Farbeindruck zuständig),
- Füllstoffen (Kreide, Schwerspat und Kaolin),
- Hilfsstoffen (Additive wie Beschleuniger und Weichmacher),
- und Lösemitteln [52].

Die Bestandteile Binde-, Hilfs und Lösemittel sollten die Probe nicht beeinflussen. So sollten wasserbasierte Lacke nicht für hygroskopische Polymere verwendet werden, da das im Lack enthaltene Wasser in den Kunststoff diffundiert. Weichmacher sollten ebenfalls nicht in die Probe diffundieren können und diese beeinflussen. Enthaltene Lösemittel sollten die Probe selbst nicht lösen können. Somit ist es nicht möglich, einen Standardlack zu finden und zu verwenden, der für alle Proben gleichermaßen anwendbar ist. Der Werkstoff der Probe selbst entscheidet über die Auswahl des verwendeten Lacks.

Die Auswahlkriterien können wie folgt aufgezählt werden:

- Zähigkeit des Lacks
- Oberflächengüte und -erscheinung des getrockneten Lacks
- Inhaltsstoffe des Lacks

Bei Werkstoffen mit einem hohen plastischen Dehnvermögen sind Lacke mit einem ebenfalls hohen Dehnvermögen nötig. Aus eigener Beobachtung von Versuchen an Lackproben, empfehlen sich in solchen Fällen Autolacke. Ein Teil dieser Lacke ist zäher als Acrylharz-Lacke für allgemeine Anwendungsfälle. Sie machen ebenfalls hohe Verformungen auf der Probenoberfläche mit, wie Bild 6.7 eines entsprechenden Versuches zeigt. In diesem Fall wurde an einem Flachstab aus Polyamid 6 an beiden Seiten ein Radius gefräst. Dadurch stellt sich eine hohe Verformung in einem geringen Bereich in der Mitte ein, was in Bild 6.7 durch ein stark

verzerrtes Schwarz-Weiß-Muster zu erkennen ist. Dieses Muster entstand, weil sich der Autolack weder von der Probenoberfläche ablöste, noch sich Risse quer zur Zugrichtung bildeten. Da die schwarzen und weißen Pigmente sich über eine größere Fläche verteilen, verblassen die Farben mit zunehmender Einschnürung der Probe. Mit einer größeren Schichtdicke und geringeren Verdünnung der schwarzen Farbe sollte dies optimiert werden können.

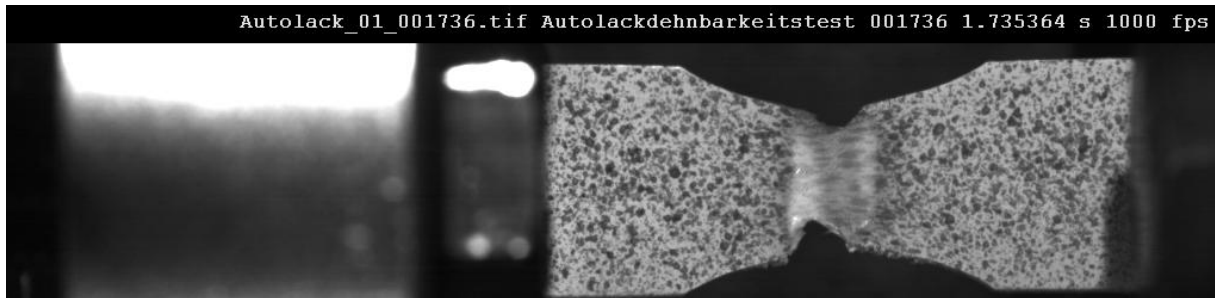


Bild 6.7: Autolack an einer Probe mit hohem plastischen Dehnungsvermögen

6.2.2.3 Verdünnen der Lackfarbe

Um die Lackfarbe mit dem Airbrush verarbeiten zu können, muss diese verdünnt werden, wenn diese nicht lieferbedingt für die Verarbeitung mit einem Airbrush in passender Viskosität ausgeliefert wird. Generell kann die Farbe mit einem Universalverdünner oder Aceton verdünnt werden. Aceton hat sich für lange Verarbeitungszeiten als ungeeignet herausgestellt. Grund hierfür ist das relativ schnelle Verdampfen von Aceton, was zu einem Eindicken der Farbe führt. Dies verringert die Verarbeitungszeit des Farb-Aceton-Gemisches und führt zum Verstopfen der Farbdüse mit fortschreitender Verarbeitungszeit. Für den Einsatz von Aceton sprechen die flachere Ausbildung der Tropfen auf der Probenoberfläche und das mattere Erscheinen der getrockneten Tropfen gegenüber dem Universalverdünner. Der Universalverdünner besitzt eine deutlich höhere Verarbeitungszeit und verdünnte Farbreste lassen sich über mehrere Tage in Behältern aufbewahren, ohne dass diese eintrocknen, wie es bei Aceton der Fall ist. In Tabelle 6.1 werden drei verschiedene Sprühmuster in Abhängigkeit des Verdünnungsverhältnisses der schwarzen Farbe dargestellt. Die Muster A, B und C sind jeweils mit einer starken (oben) und einer schwachen Belichtung (unten) abgebildet. Zu erkennen ist, dass mit zunehmender Verdünnung die Tropfen flacher werden und die Lichtreflexion der schwarzen Tropfen nachlässt. Die hohe

Verdünnung (Muster A) hat den Vorteil, keine Lichtreflexionen des Probenmusters zu zeigen. Ebenfalls ist es mit einer höher verdünnten Farbe möglich, das Muster schneller zu versprühen, da die Tropfenausbildung an der Düsenspitze aufgrund der gesunkenen Viskosität schneller abläuft. Das Muster A in Tabelle 6.1 zeigt die günstigsten Eigenschaften. Die Tropfen sind nicht überwölbt und zeigen keine bzw. keine sichtbaren Reflektionen vom Blitzlicht⁸. Die Reflektionen des Blitzlichts können unter Versuchsbedingungen auftreten und verfälschen das optische Messergebnis. Die unteren Abbildungen in Tabelle 6.1 zeigen, dass sich ohne eine starke Beleuchtung das Muster als geeignet präsentiert.

Aus der Untersuchung von verschiedenen Mischverhältnissen und Tropfengrößen auf das Messrauschen bei gegebenen Bildausschnitt und –auflösung ergab sich das in Bild 6.8 dargestellte Schwarz-Weiß-Muster als das geeignetste. Weiß vorlackierte Schulterstabproben wurden mit verdünnter schwarzer Farbe im Mischverhältnis 1:2,5 (Farbe:Verdünner) mit einem Airbrush besprüht. Mit dem Muster in Bild 6.8 als Vorlage besaßen alle Zugproben ein ähnliches stochastisches Schwarz-Weiß-Muster.

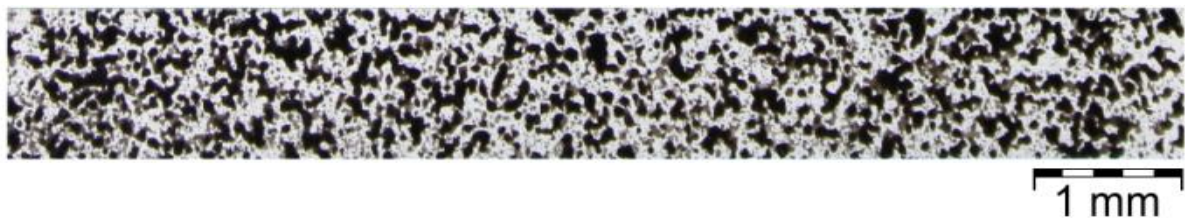
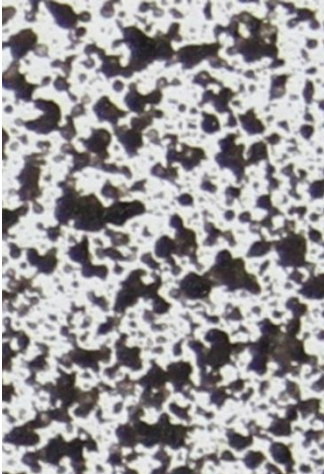
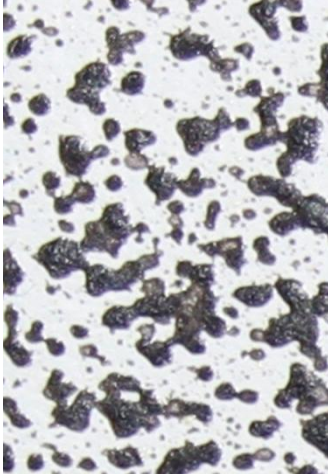
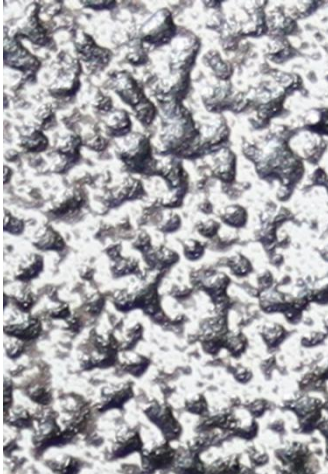
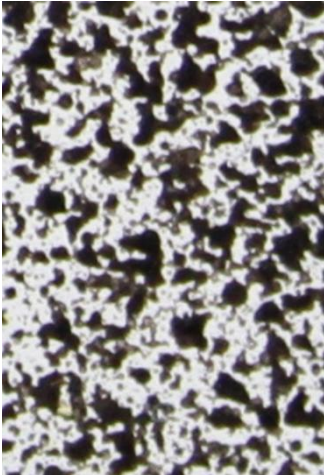
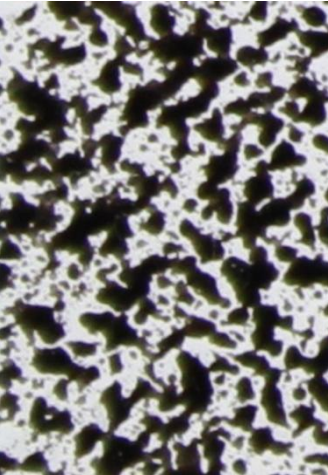
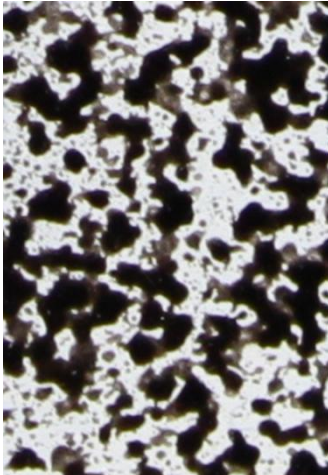


Bild 6.8: Stochastisches Schwarz-Weiß-Muster

⁸ Hochgeschwindigkeitsaufnahmen erfordern eine sehr starke Belichtung der Probenoberfläche. Um diese darzustellen, wurden die Proben trotz ausreichender Beleuchtung mit Blitz fotografiert.

Tabelle 6.1: Farbtropfenausbildung in Abhängigkeit der Verdünnung

Muster A	Muster B	Muster C
Mischverhältnis Farbe ⁹ : Verdünner ¹⁰ 1 : 2,5	Mischverhältnis Farbe : Verdünner 1 : 2	Mischverhältnis Farbe : Verdünner 1 : 1,5
Starke Belichtung	Starke Belichtung	Starke Belichtung
		
Schwache Belichtung	Schwache Belichtung	Schwache Belichtung
		

⁹ Lackfarbe auf Acryllackbasis; schwarz; seidenmatt; Jansen Color

¹⁰ Staufen Universalverdünnung

6.3 Messwertverarbeitung

Aus der optischen Aufzeichnung berechnet ARAMIS zu jedem Bild ein Dehnungsfeld der Probenoberfläche. Ziel der Dehnungsauswertung ist es, aus der gesamten Messung einen zeitlichen Dehnungsverlauf für die Probe zu erhalten, welcher die Einschnürung der Probe mit einschließt. In der Messung enthalten ist ein gewisses Grundrauschen, sodass ein diskreter Punkt auf der Oberfläche um einen Mittelwert schwankt und sich dies über alle Punkte der gesamten Fläche ausgleicht. Aus der Summation der Einzelwerte in Längs- (L^{11}) und Querrichtung (Q^{12}) des Dehnungsfeldes sollte bei einer unbelasteten Probe nach (6.1) keine Dehnung vorliegen.

$$\frac{1}{L * Q} * \sum_{i=1}^L \sum_{j=1}^Q \varepsilon_{ij} = \sum_{i=1}^L \sum_{j=1}^Q \varepsilon_{ij} = \bar{\varepsilon} = 0 \text{ mit } L, Q \in \mathbb{N} \neq 0 \quad (6.1)$$

Quer zur Längsachse war das Dehnungsfeld homogen, weshalb sich die Dehnungen als arithmetischer Mittelwert $\bar{\varepsilon}_i$ zusammenfassen lassen. Aus (6.1) folgt daraus die Gleichung (6.2). Der Dehnungswert $\bar{\varepsilon}_i$ gibt die Dehnung eines Probenteilstücks in Längsrichtung der Probe wieder.

$$\bar{\varepsilon} = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^L \left(\frac{\sum_{j=1}^Q (\varepsilon_{ij})}{Q} \right) = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^L (\bar{\varepsilon}_i) \text{ mit } Q, L \in \mathbb{N} \neq 0 \quad (6.2)$$

Im linear-elastischen Bereich der Probe entspricht $\bar{\varepsilon}$ der Dehnung auf der Hookeschen Gerade. Außerhalb dieses Bereichs entspricht die tatsächliche Probendehnung einer lokalen Dehnung $\bar{\varepsilon}_i$ entlang der Probenachse und kommt bei einer ausreichenden Bildauflösung der tatsächlich maximalen Probendehnung sehr nahe [47]. Die Gleichungen (6.1) und (6.2) beziehen sich jeweils auf die Dehnungsfelder der Längs- und Querdehnung.

Um in der Spannungs-Dehnungsbeziehung dem wahren Spannungs-Dehnungsverlauf so nahe wie möglich zu kommen, wird die gemessene Querdehnung dafür verwendet, die tatsächliche Querschnittsfläche der Probe näherungsweise zu berechnen. Aus dem Ausgangsquerschnitt A_0 wird demnach der

¹¹ Anzahl der Messpunkte in Längsrichtung der Probe

¹² Anzahl der Messpunkte in Querrichtung der Probe

tatsächliche Querschnitt zum inkrementellen Zeitpunkt i nach (6.3) berechnet.

$$A_i = A_0(1 + e_{yi})^2 \quad (6.3)$$

Die Formel (6.3) ergibt sich aus der Annahme, dass sich der Querschnitt der Probe als Produkt der Probenbreite (b) und –dicke (d) berechnen lässt. Im Quotienten aus dem Anfangsquerschnitt A_0 und dem tatsächlichen Querschnitt A_i

$$\frac{A_i}{A_0} = \frac{b_i d_i}{b_0 d_0} \quad (6.4)$$

lassen sich die Dehnungen in Dickenrichtung und quer zur Längsrichtung der Probe (Breite) erkennen. Mit der Dehnung als Quotient aus Längenänderung und Anfangslänge (6.5) und Gleichung (6.6) lässt sich (6.4) zu (6.7) umwandeln.

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (6.5)$$

$$\frac{L_i}{L_0} = \frac{L_0 + \Delta L}{L_0} = 1 + \varepsilon \quad (6.6)$$

$$\frac{A_i}{A_0} = \frac{b_0 + \Delta b}{b_0} \frac{d_0 + \Delta d}{d_0} = (1 + \varepsilon_{bi})(1 + \varepsilon_{di}) \quad (6.7)$$

Bei der Dehnung der Probenbreite ε_b in (6.7) handelt es sich um die Querdehnung ε_{yi} . Mit der Annahme, dass die Dehnung in Dickenrichtung der Querdehnung entspricht lässt sich (6.7) zu (6.3) umwandeln. Aufgrund der Volumenkonstanz wird sich der Querschnitt einer Zugprobe aus isotropem Werkstoff vermindern, sodass die Querdehnung negativ ist. Die wahre Spannung berechnet sich mit Verwendung der Querdehnung nach Gleichung (6.8). In dieser entspricht σ_0 der technischen Spannung, welche sich auf den Anfangsquerschnitt bezieht. Da die Querdehnung negativ ist, wird die wahre Spannung größer als die technische sein.

$$\sigma_i = \frac{F_i}{A_i} = \frac{F_i}{A_0(1 + \varepsilon_{yi})^2} = \frac{\sigma_0}{(1 + \varepsilon_{yi})^2} \quad (6.8)$$

Die wahre Spannung kann auch durch die Gleichung (6.9) berechnet werden, welche Volumenkonstanz bei plastischer Verformung annimmt ($A_0L_0 = A_iL_i$) [53].

$$\sigma_i = \sigma_0(1 + \varepsilon) \quad (6.9)$$

Bei der Versuchsauswertung wurde die Gleichung (6.8) verwendet, weil die in der Gleichung (6.9) angenommene Volumenkonstanz nach Einschnüren der Probe im Kunststoff nicht mehr gegeben sein muss. Da sowohl die Dehnung als auch die Querdehnung in den Proben optisch in Bereich der Einschnürung ermittelt wird, ist die Gleichung (6.8) geeigneter. Die zur wahren Spannung passende wahre Dehnung e wurde nach Gleichung (6.10) berechnet, welche aus der Differentialgleichung (6.11) hervorgeht [53].

$$e = \ln(1 + \varepsilon) \quad (6.10)$$

$$de = \frac{dL}{L} \quad (6.11)$$

$$e = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln\left(\frac{L_0 + \Delta L}{L_0}\right) \quad (6.12)$$

6.4 Versuchsergebnisse

6.4.1 Charakterisierung des Ausgangsmaterials

Das mechanische Verhalten von Polyamid 66 unterliegt einer Beeinflussung durch die Belastungsrate und seiner Verarbeitungshistorie beim Füllen mit Nanopartikeln [13, 17]. Als Referenzbildung bezüglich des mit Nanopartikeln gefüllten Polyamids 66 wurde das Material im Lieferzustand, einfach und zweifach extrudiert untersucht. Im quasistatischen Bereich zeigt das Ausgangsmaterial ein ausgeprägt duktiler Verhalten. Durch Erhöhung der Belastungsgeschwindigkeit findet sowohl eine Verfestigung als auch eine Versprödung des Materials statt. Der im quasistatischen Bereich beobachtete duktile Bruch geht mit steigender Prüfgeschwindigkeit in einen

Sprödbbruch über, was sich in Bild 6.9 durch eine geringere Bruchdehnung im Vergleich von 1 mm/s zu 1000 mm/s bemerkbar macht. Trotz des beobachteten Sprödbrechens bei höherer Belastungsgeschwindigkeit zeigt das Ausgangsmaterial eine deutliche Duktilität. Die Extrusion verfestigt und versprödet das Ausgangsmaterial, wobei wie in Bild 6.10 erkennbar, die Versprödung des Materials überwiegt. Allein bei geringer Belastungsgeschwindigkeit zeigt das einfach extrudierte Polyamid 66 ein deutlich duktileres Verhalten. Mit steigendem Extrusionsgrad und steigender Belastungsgeschwindigkeit überwiegt bei dem Material ein visko-elastisches Verhalten mit Sprödbbruch. Das zweifach extrudierte Material lässt sich nahezu als linear elastisch charakterisieren.

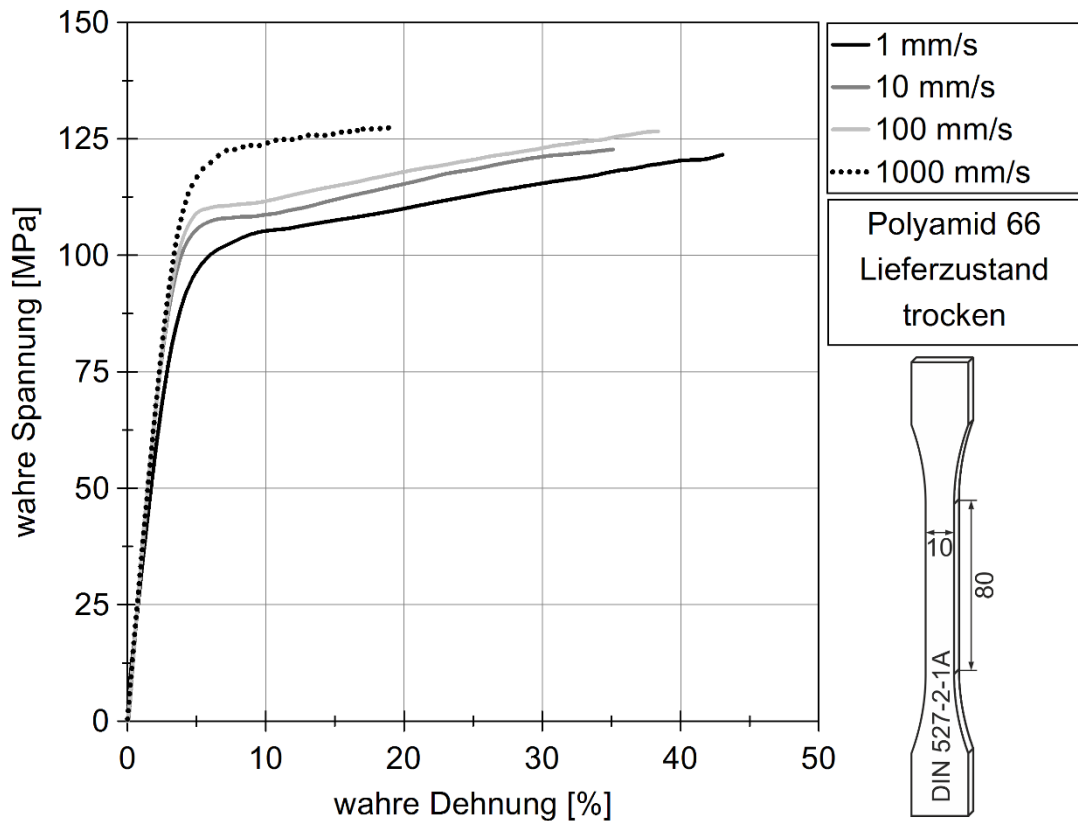


Bild 6.9: Dehnratenabhängigkeit beim Ausgangswerkstoff

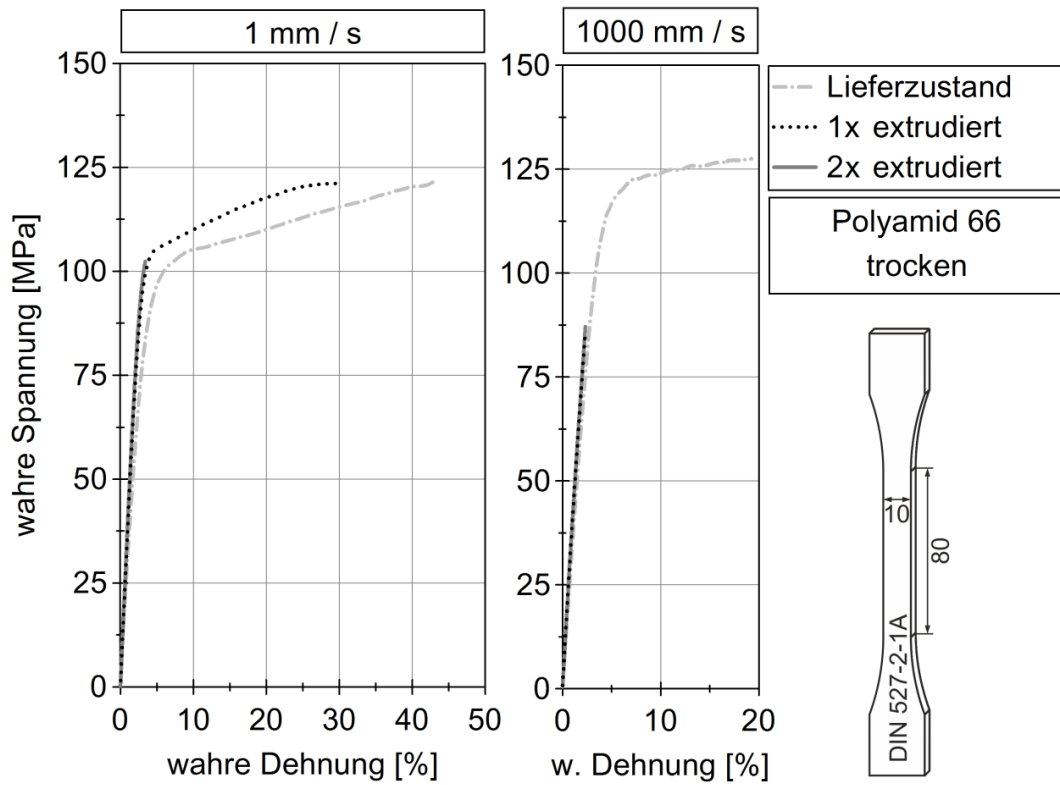


Bild 6.10: Degradation des Polyamids durch Extrusion

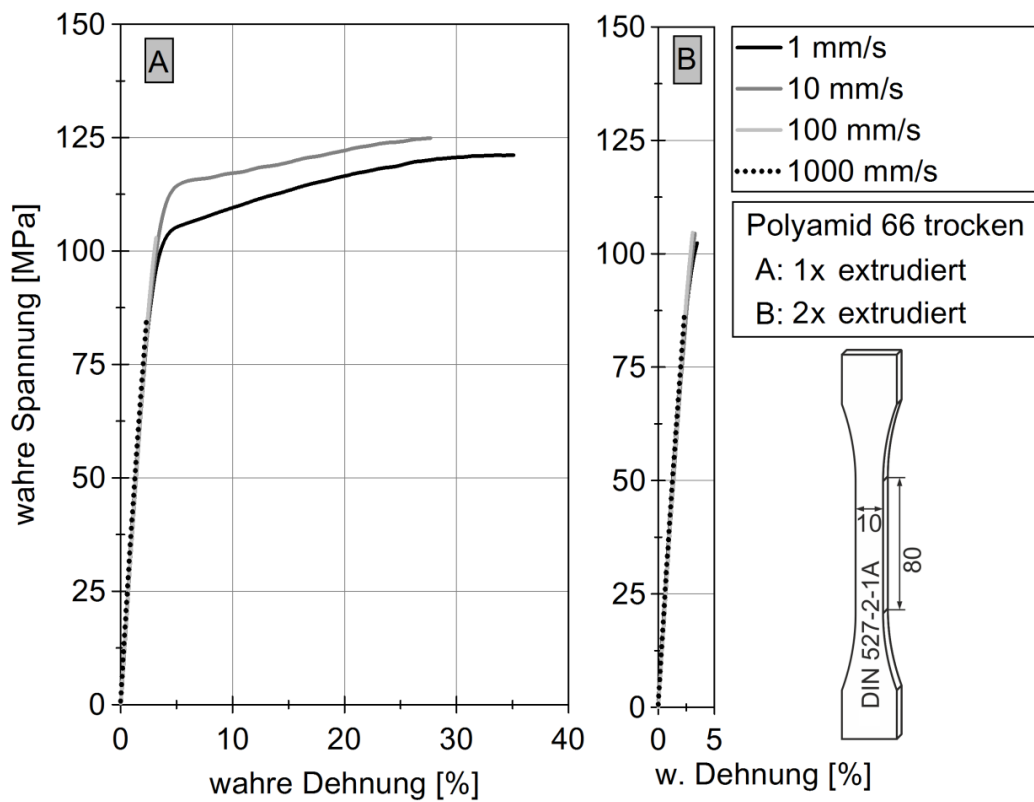


Bild 6.11: Dehnratenabhängigkeit der Referenzwerkstoffe

6.4.2 Charakterisierung der Nanokomposite

Die **Titandioxid**-Nanokomposite zeigen im Vergleich mit dem einfach extrudierten Polyamid 66 eine starke Versprödung. In Bild 6.12 ist eine tendenzielle Abnahme der Zugfestigkeit und Erhöhung der Steifigkeit mit steigendem Füllgehalt zu erkennen. Das Referenzmaterial gleicht sich in Zugfestigkeit und Bruchdehnung mit steigender Belastungsgeschwindigkeit den niedrig gefüllten TiO_2 -Nanokompositen an und besitzt bei der höchsten untersuchten Belastungsgeschwindigkeit niedrigere Kennwerte. Dies deckt sich mit Charpy-Kerbschlagversuchen, bei welchen mit 1-Vol.-% niedrig gefüllte TiO_2 -Nanokomposite auf Basis von Polyamid 66 eine höhere Kerbschlagzähigkeit als das Referenzsystem zeigen [17]. Bei höher gefüllten Nanokompositen fiel die Kerbschlagzähigkeit ab, was sich im Zugversuch bei 1000 mm/s in Bild 6.12 durch die niedrigere Zugfestigkeit ebenfalls abzeichnet. Die Nanokomposite zeigen einen geringen Einfluss der Belastungsgeschwindigkeit auf ihre mechanischen Eigenschaften (Bild 6.13). Lediglich die niedrigen Füllgrade weisen ein geringes, nicht lineares Verhalten bei nahezu quasistatischer Prüfgeschwindigkeit auf. Die höheren Füllgrade zeigen ein von der Belastungsgeschwindigkeit unabhängiges, linear-elastisches Materialverhalten.

Die **Siliciumdioxid**-Nanokomposite zeigen im Vergleich zum Referenzmaterial eine Entfestigung mit einer tendenziellen Steigerung der Bruchdehnung. Ausgehend vom in Bild 6.14 dargestellten Spannungs-Dehnungsverlauf des Referenzmaterials (einfach extrudiertes Polyamid 66) fällt die Maximalspannung und der Fließbeginn mit steigendem Nanopartikelgehalt ab. Dieser Einfluss auf das mechanische Verhalten setzt sich über alle Prüfgeschwindigkeiten fort. Bei den Prüfgeschwindigkeiten von 100 mm/s und 1000 mm/s ist zu beobachten, dass die SiO_2 -Nanokomposite gegenüber dem Referenzmaterial deutlich höhere Bruchdehnungen aufweisen. Bei höheren Belastungsraten zeigt das Referenzmaterial gegenüber den SiO_2 -Nanokompositen ein ausschließlich visko-elastisches Verhalten mit geringerer Zugfestigkeit und sprödem Bruchversagen. In Bild 6.15 ist zu erkennen, dass im Material größere Agglomerate vorliegen müssen, die eine für vorzeitiges Versagen relevante Größe besitzen. So zeigt das Material mit 1 Vol.-% bei mittlerer Geschwindigkeit eine weitaus höhere Bruchdehnung als bei der niedrigsten Geschwindigkeit. Das Material hat ein höheres Maß an Duktilität als die Zugversuche demnach zeigen.

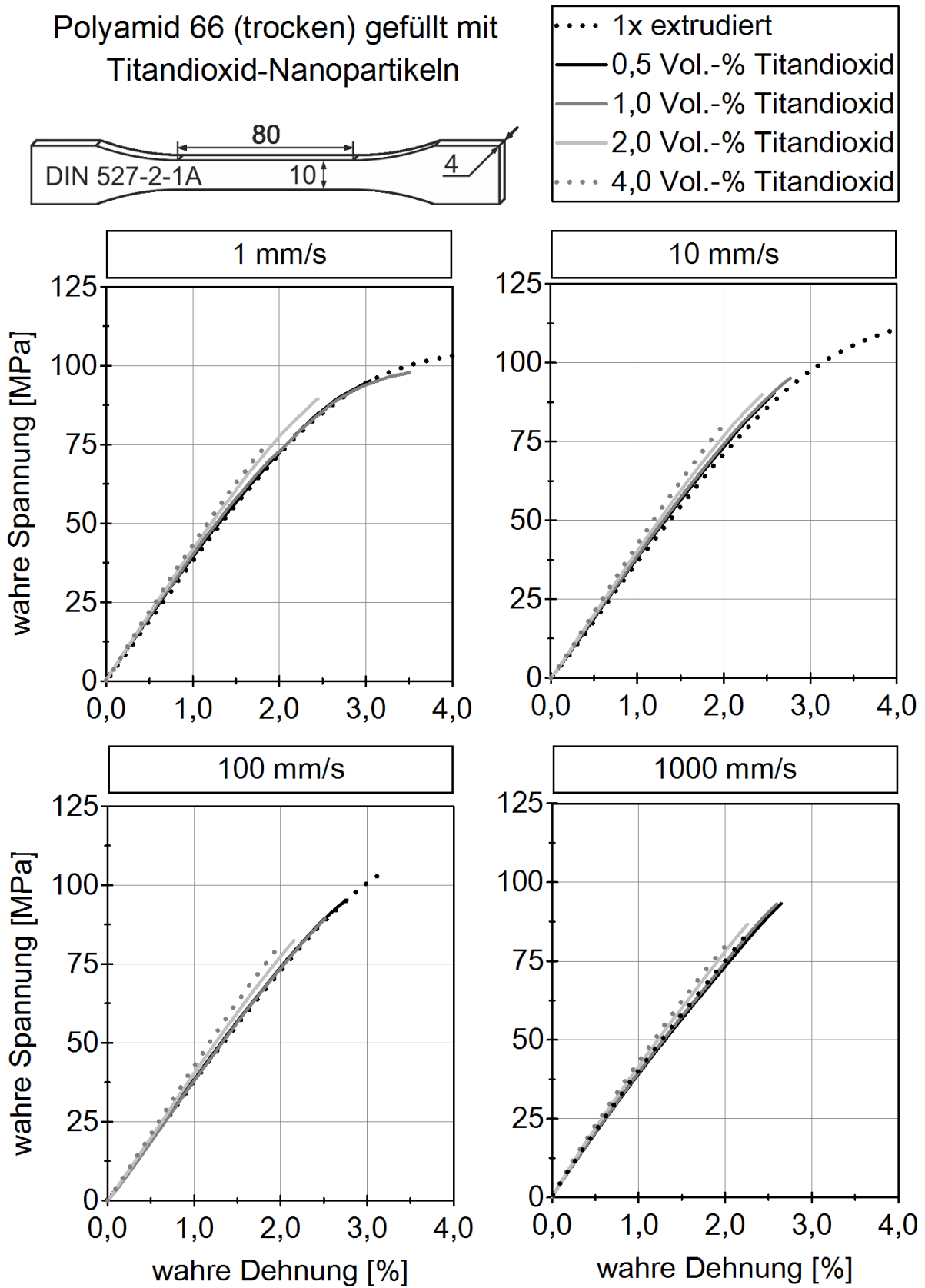


Bild 6.12: Einfluss von Titandioxid bei Variation des Füllgrades

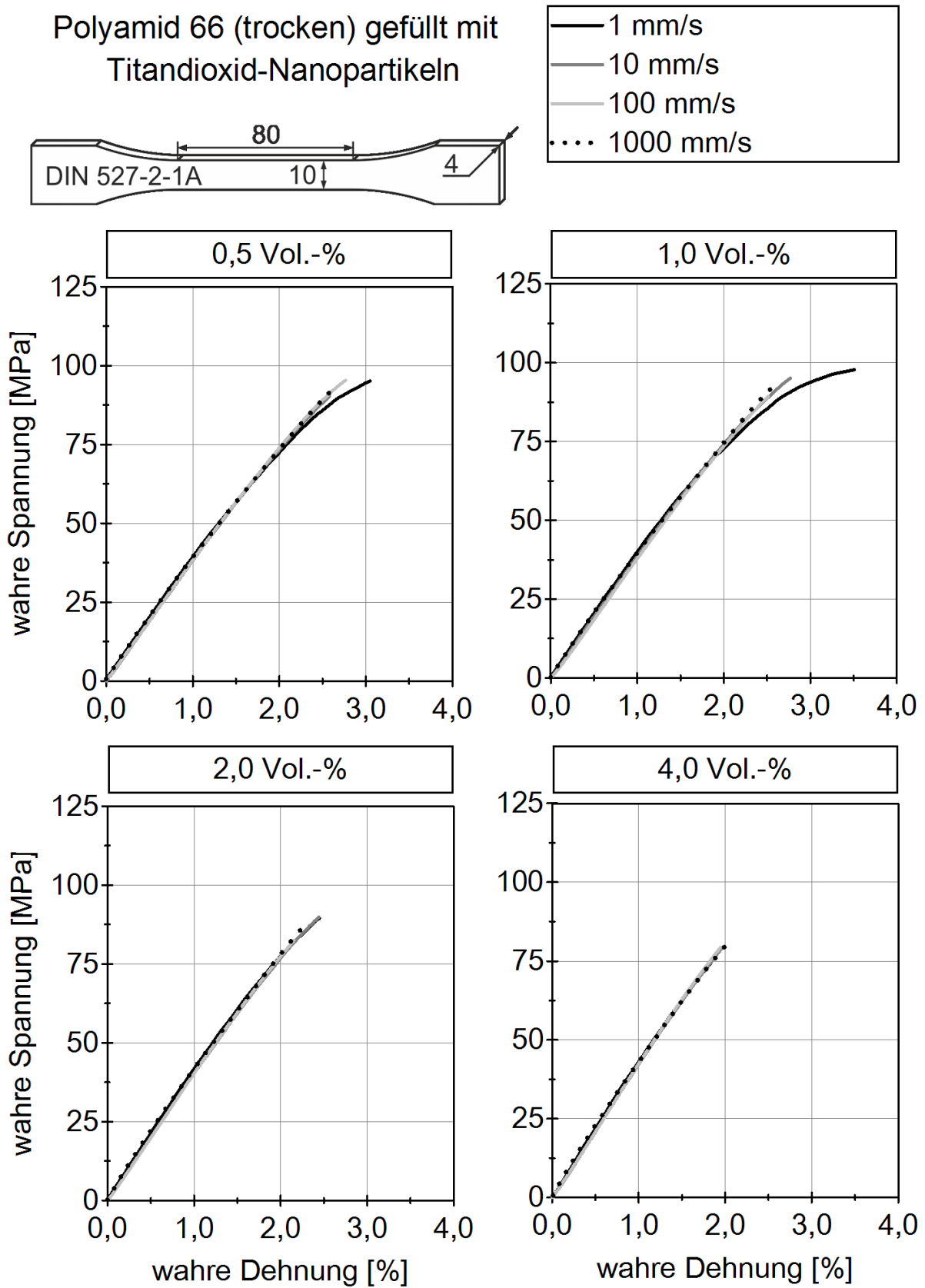


Bild 6.13: Einfluss von Titandioxid bei Variation der Prüfgeschwindigkeit

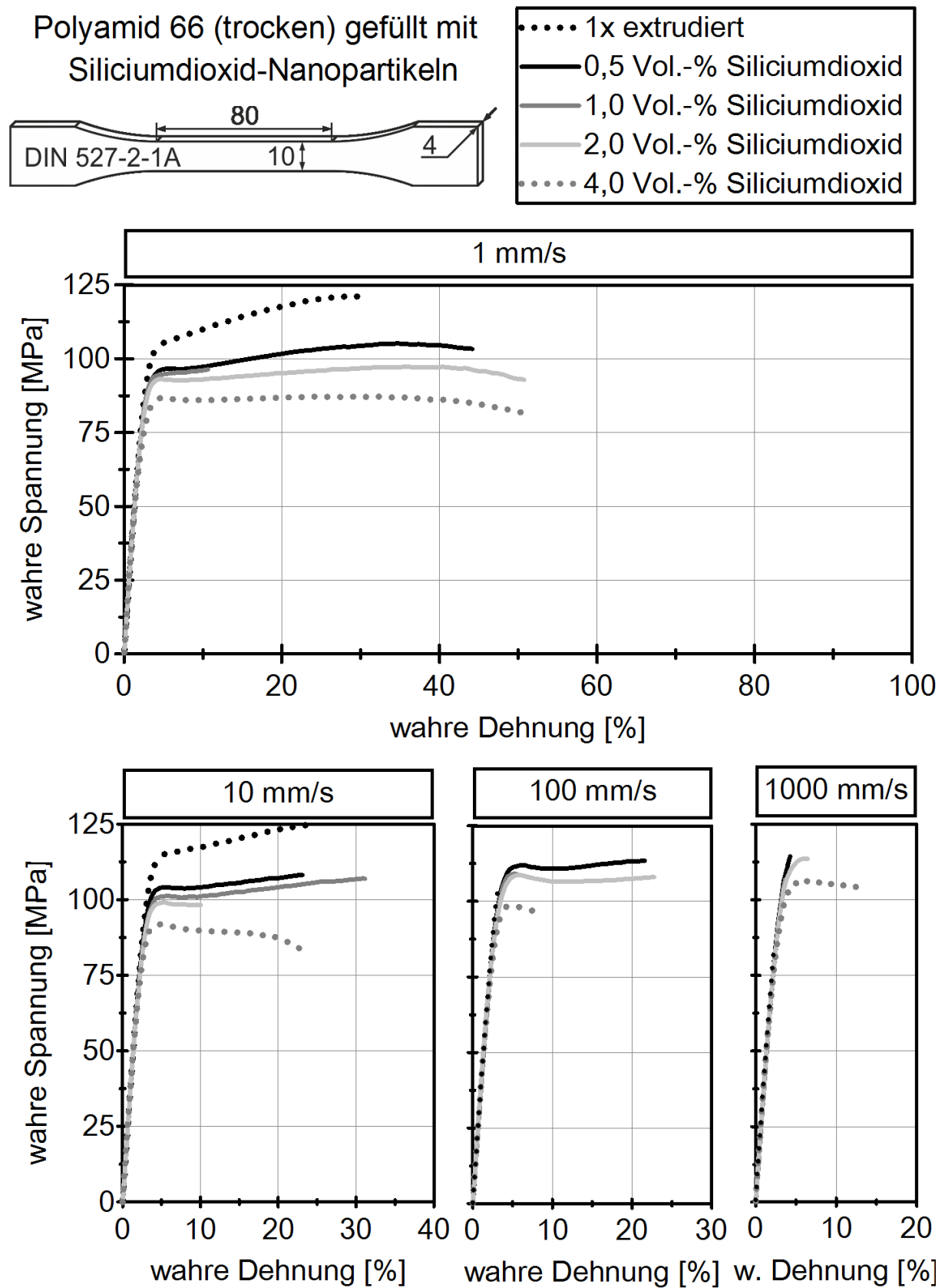


Bild 6.14: Einfluss von Siliciumdioxid bei Variation des Füllgrades

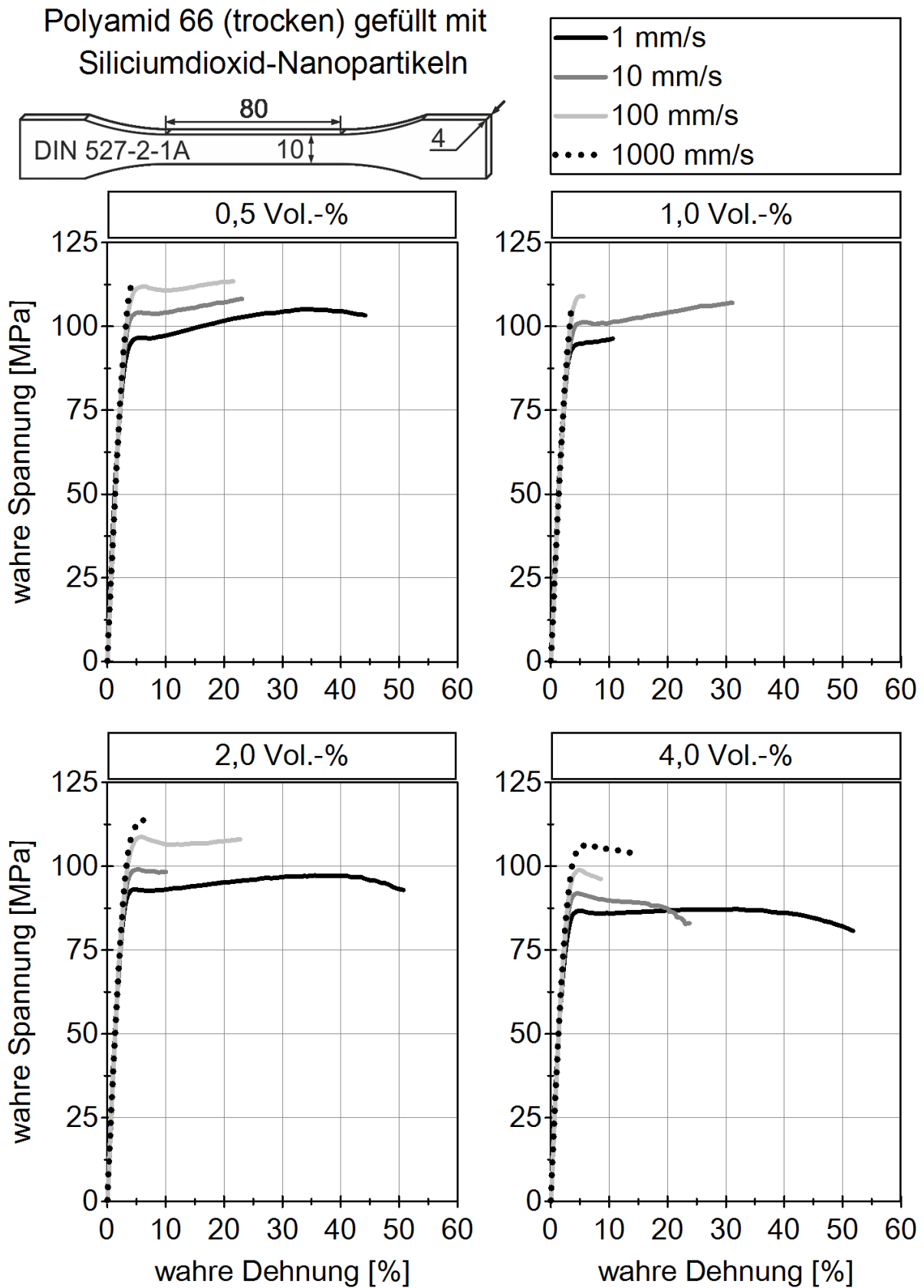


Bild 6.15: Einfluss von Siliciumdioxid bei Variation der Geschwindigkeit

6.4.3 Ergebnisse der Lichttransmissionsanalyse

Vier unterschiedliche Materialverhalten sind bei den untersuchten Variationen des Polyamids zu unterscheiden. Die in den Spannungs-Dehnungskurven beobachtete degradationsbedingte Verfestigung und Versprödung des einfach extrudierten ungefüllten Polyamids 66 gegenüber dem Lieferzustand zeigt sich in Bild 6.16 sowohl durch eine Steigerung der Maximalkraft und einen geringeren Maschinenweg, als auch durch eine vollkommen andere Ausbildung des plastischen Einschnürungsbereichs der Probe. Bezüglich der Kurvenform und optischen Ausbildung der plastischen Zone in den Lichttransmissionsversuchen kommt das extrudierte Polyamid 66 dem mit Nanopartikeln gefüllten Polyamid 66 im grundlegenden Materialverhalten am nächsten. In den Transmissionsanalysen ist zu beobachten, dass ausgehend vom einfach extrudierten Polyamid 66 das mit Titandioxid-Nanopartikeln gefüllte Polyamid eine geringere lokalisierte plastische Zone aufweist. In Bezug auf den gemessenen Verlauf der Kraft ist fest zu stellen, dass die Titandioxid-Nanopartikel zu einer höheren Festigkeit bzw. Verfestigung des Polyamids 66 führen. Die in den wahren Spannungs-Dehnungsverläufen beobachtete Entfestigung des Materials durch die Siliciumdioxid-Nanopartikel zeigt sich durch eine geringere Maximalkraft und einen Abfall der Kraft nach dem Maximum. In Bild 6.16 ist eine Verdunklung des gesamten parallelen Teil des mit Siliciumdioxid gefüllten Zugstabes zu erkennen.

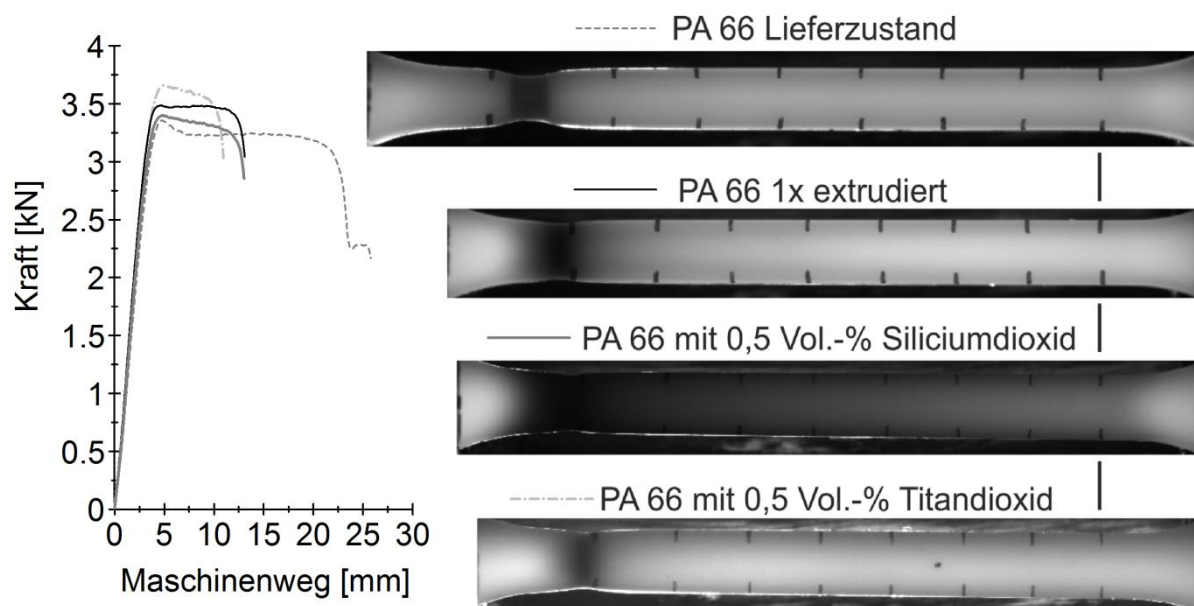


Bild 6.16: Deformationszustand durchleuchteter Schulterzugstäbe verschiedener PA 66 Proben kurz vor dem Bruch (rechts); Kraft-Maschinenweg-Kurven der abgebildeten Proben (links)

Bild 6.17 zeigt, dass die Verdunklung im Polyamid mit Siliciumdioxid nach Probenbruch einen bleibenden Anteil besitzt. Der Grauwert des Messpunktes H geht in diesem Fall nicht mehr auf den Ausgangswert zurück. Für das mit Siliciumdioxid-Nanopartikeln gefüllte Material sind folgende Beobachtungen charakteristisch:

- Der gesamte parallele Teil des Zugstabes erfährt eine irreversible Änderung des Grauwerts. Daraus folgend muss es sich um eine irreversible Änderung der Materialstruktur handeln.
- Der Abfall der Helligkeit beginnt vor dem Erreichen des Kraftplateaus.

Das einfach extrudierte und mit Titandioxid-Nanopartikeln gefüllte Polyamid 66 weist folgende Charakteristik der Lichttransmission auf:

- Nur die Zone um den Bruch erfährt eine irreversible und deutliche Änderung des Grauwertes. Daraus folgend ist davon auszugehen, dass nur im Bereich der Einschnürung eine irreversible Änderung der Materialstruktur stattfindet.
- Der Abfall der Helligkeit beginnt mit dem Erreichen des Kraftplateaus.

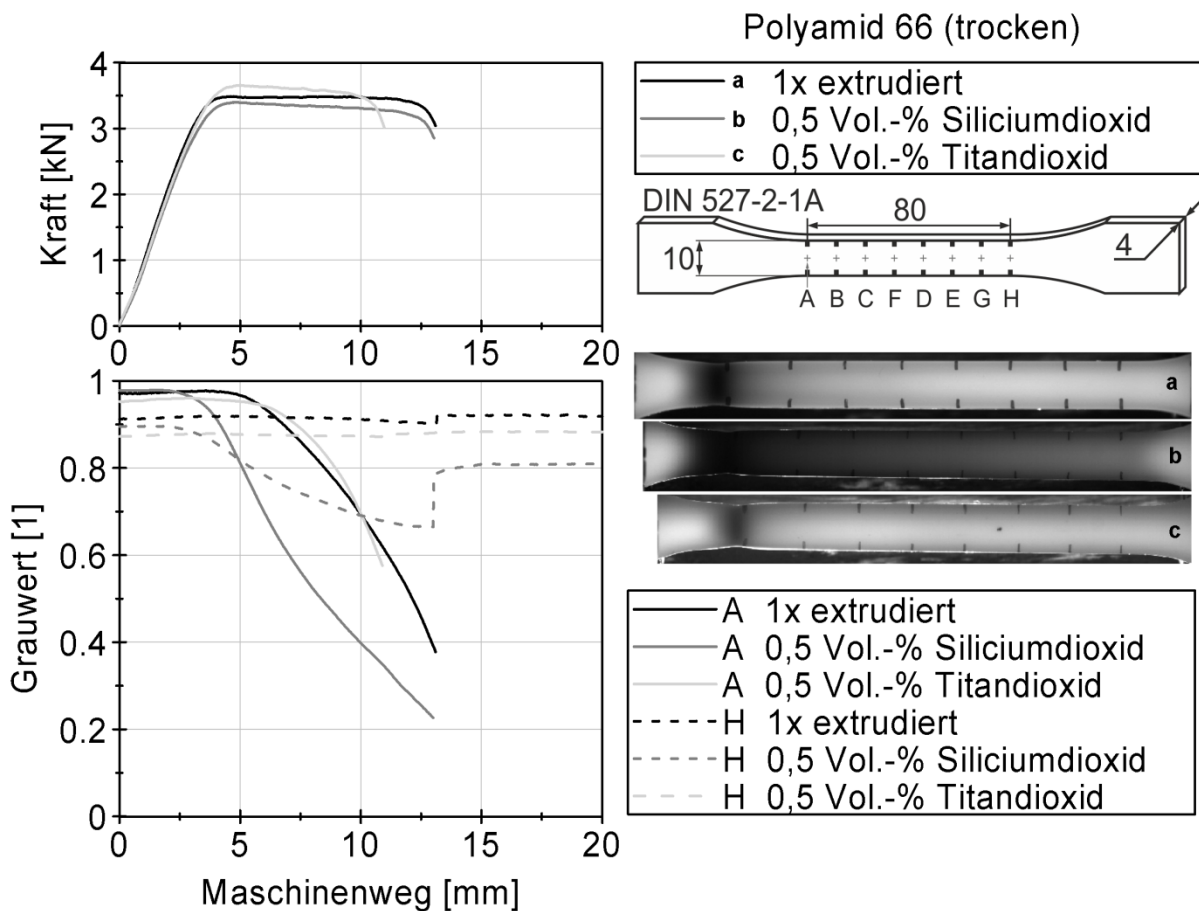


Bild 6.17: Lichttransmissionsänderung in Folge mechanischer Belastung

6.5 Diskussion der dehnratenabhängigen Zuguntersuchungen

6.5.1 Unterschiede der Nanokomposite

Die zwei betrachteten Siliciumdioxid- und Titandioxid-Polyamid 66 Nanokomposite zeigen ein deutlich unterschiedliches mechanisches Materialverhalten in Abhängigkeit des Füllgrades und der Belastungsgeschwindigkeit. Das Titandioxid-Nanokomposit ist im Vergleich mit dem Referenzmaterial spröder und steifer. Bei quasistatischer Belastung führt dies zu einer geringeren Bruchspannung und -dehnung gegenüber dem in Bild 6.18 eingezeichneten Referenzmaterial des einfach extrudierten Polyamids 66. Bei hoher Belastungsgeschwindigkeit zeigt das niedrig gefüllte Material eine leicht höhere Zugfestigkeit, was sich mit dem beobachteten Anstieg der Schlagzähigkeit im Charpy-Kerbschlagversuch deckt [17]. Ein Grund für die Versprödung des Materials wird darin gesehen, dass die im Material vorhandenen großen Agglomerate aus Titandioxid-Nanopartikeln als Rissinitierer wirken [17]. Jedoch weist das mit Siliciumdioxid-Nanopartikeln gefüllte Polyamid 66 eine deutliche Duktilität trotz der Agglomerate auf. In [17] wurde mittels einer dynamisch-mechanischen Thermoanalyse (DMTA) für das untersuchte Material eine Erhöhung des Speichermoduls E' und Reduktion des Verlustfaktors $\tan \delta$ mit Erhöhung des Titandioxid-Nanopartikel-Füllgehalts nachgewiesen. Dies bedeutet eine Verringerung der Viskoelastizität mit steigendem Füllgehalt, was sich in den Spannungs-Dehnungsverläufen des Titandioxid-Nanokomposits widerspiegelt. Nachweislich behindern die Titandioxid-Nanopartikel die Molekülkettenmobilität [17]. Diese Behinderung könnte eine Ursache sein, dass Fremdpartikel bzw. Agglomerate eine höhere Wirkung als Rissinitierer besitzen, da ihre implizierten Spannungsspitzen schlechter durch Relaxation oder plastische Verformung abgebaut werden können und schneller kritisch werden. Hinweis hierzu bietet die geringere Ausdehnung der plastischen Zone im Lichttransmissionsversuch. Dies führt gegenüber dem Referenzsystem letztendlich zu einem früheren Versagen des Materials.

Im Vergleich zum Referenzmaterial besitzt das Siliciumdioxid-Nanokomposit eine erhöhte Duktilität und eine geringere Festigkeit des Polyamids 66 gegenüber dem in Bild 6.18 eingezeichneten Referenzmaterial des einfach extrudierten Materials. Die wahren Spannungs-Dehnungskurven des Siliciumdioxid-Nanokomposits zeigen eine Entfestigung des Materials mit steigendem Füllgehalt. Die Entfestigung des Materials

kann Auslöser für die im Lichttransmissionsversuch beobachtete irreversible Zustandsänderung des gesamten Zugstabes sein. Die geringere Festigkeit des Siliciumdioxid-Nanokomposits und die hohe Duktilität könnten dadurch begründet sein, dass plastische Verformung im Material bei geringerer Spannung initiiert wird und Spannungsspitzen an lokalen Fehlstellen abgebaut werden. Gleichzeitig ermöglicht es dem Material, sich an weiteren Stellen irreversibel zu verformen, sodass sich die plastische Zone über die gesamte Probenlänge ausdehnt und der Bereich der Einschnürung größer als beim Referenzmaterial ist. Insbesondere bei hoher Belastungsgeschwindigkeit zeigt das Material eine größere Duktilität, wenn das Referenzmaterial dehnratenbedingt versprödet ist. Hinsichtlich des größeren Energieabsorptionspotenzials für crashrelevante Bauteile ist das mechanische Verhalten des Siliciumdioxid-Nanokomposits interessant.

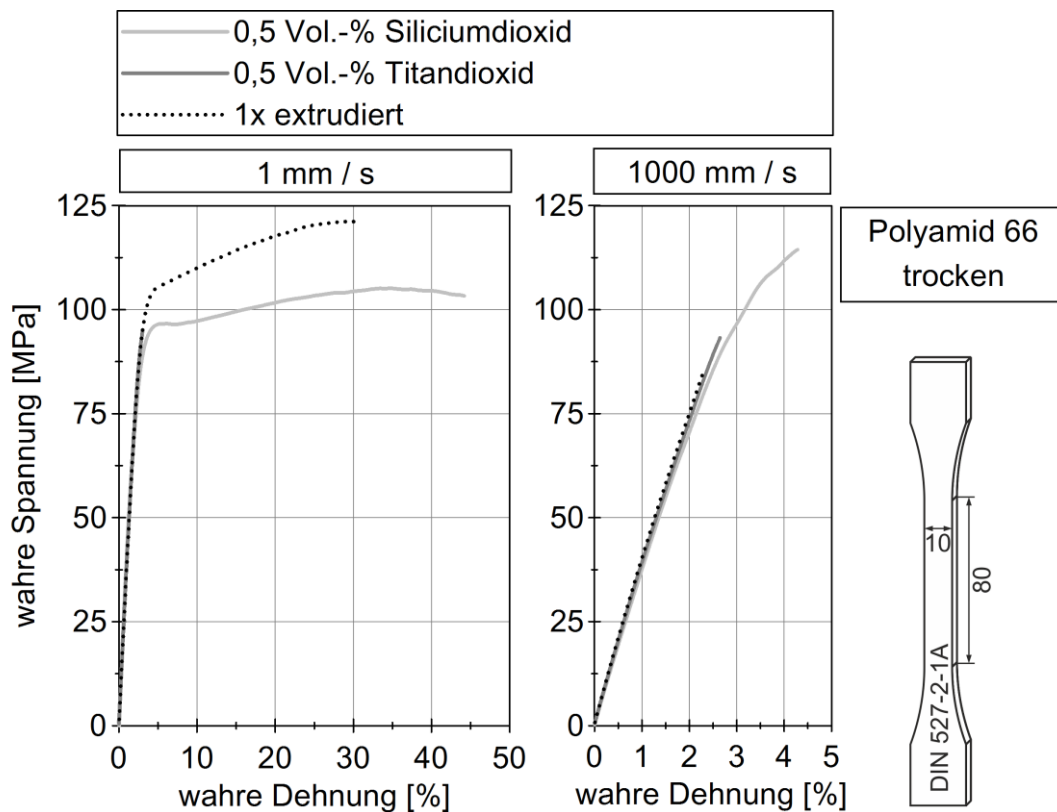


Bild 6.18: Ausgewählte Zugversuchs-Mittelwertkurven von Titan- und Siliciumdioxid

Zum Vergleich sind in Bild 6.19, Bild 6.20 und Bild 6.21 die Bruchflächen im kompletten Querschnitt der Lichttransmissionsanalyse-Zugproben dargestellt. Zusätzlich zeigen die Bilder den Verformungszustand unmittelbar vor dem Bruch der Probe. Die Bruchflächen zeigen bei allen Proben eine gewisse Ähnlichkeit. Sowohl das Titandioxid- als auch das Siliciumdioxid-Nanokomposit weisen größere Partikel bzw. Agglomerate in der Bruchfläche auf. Insbesondere der sichtbare Teil des Partikels im Bruchbild des Siliciumdioxid-Nanopartikels in Bild 6.21 bemisst sich auf eine Größe von circa 0,1 mm. Trotzdem zeigte diese Probe eine plastische Verformung über die gesamte Probenlänge im Vergleich zum Referenzmaterial, bei welchem sich die irreversible Deformation auf den Einschnürungsbereich beschränkt.

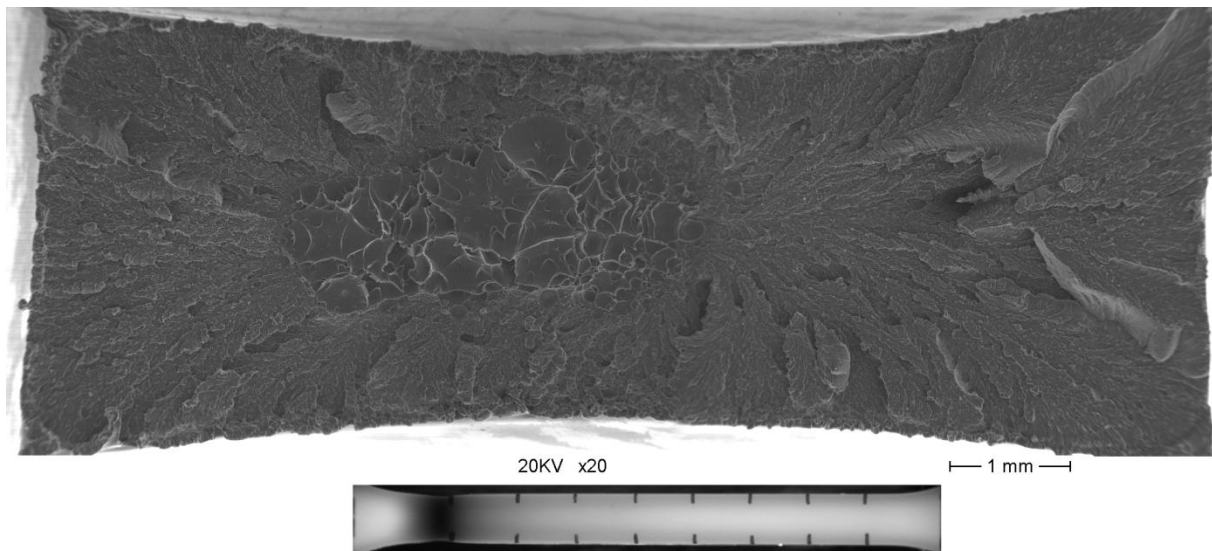


Bild 6.19: Bruchfläche eines Zugstabes aus einfach extrudierten ungefüllten Polyamid 66 (oben); Zugprobe der Bruchfläche unmittelbar vor Eintreten des Bruches (unten)

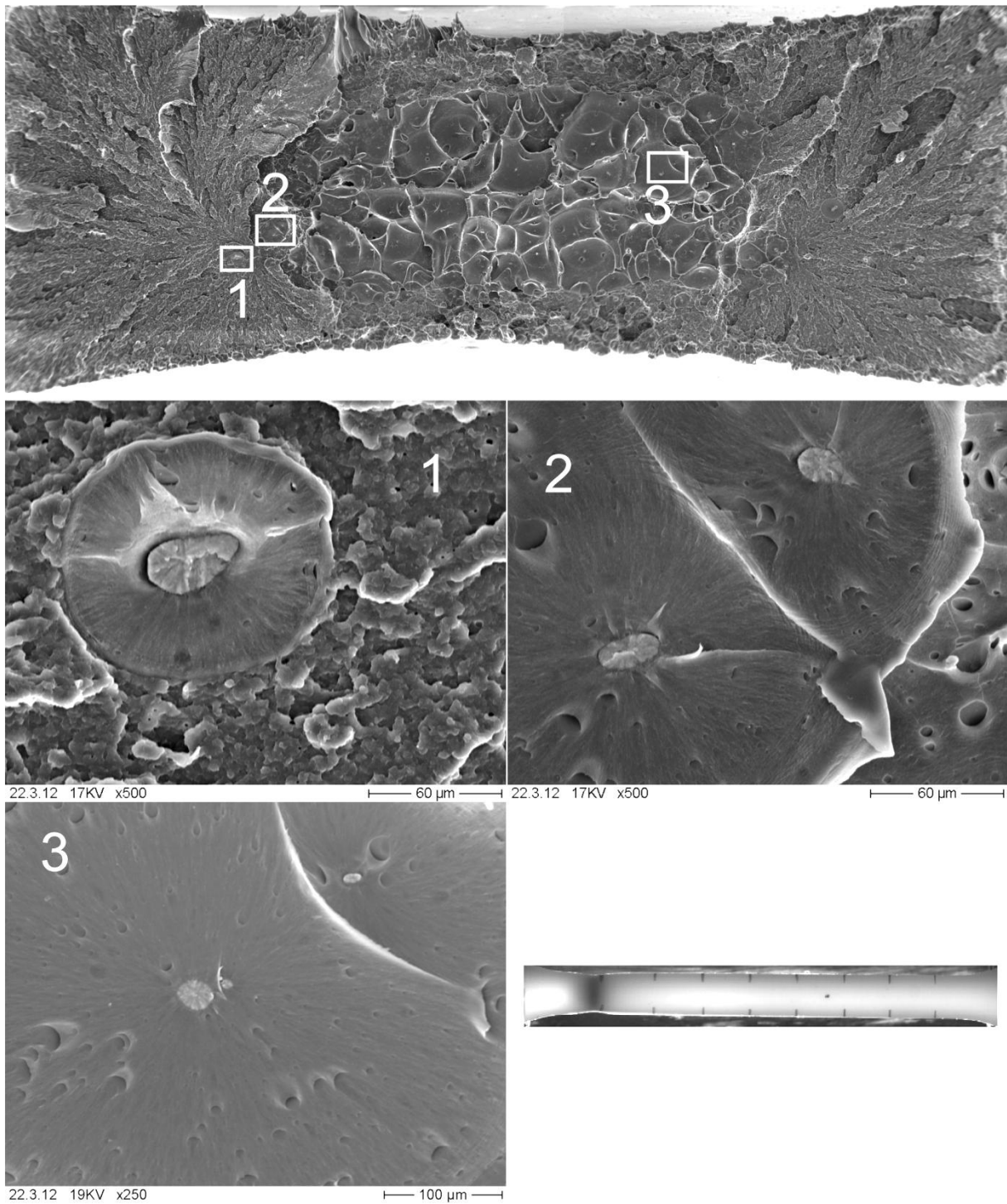


Bild 6.20: Bruchfläche eines Zugstabes aus Polyamid 66 mit 0,5 Vol.-% Titandioxid-Nanopartikeln gefüllt (oben); Detailansichten der Bruchfläche von Titandioxid-Nanopartikel-Agglomeraten; Zugprobe der Bruchfläche unmittelbar vor Eintreten des Bruches (unten rechts)

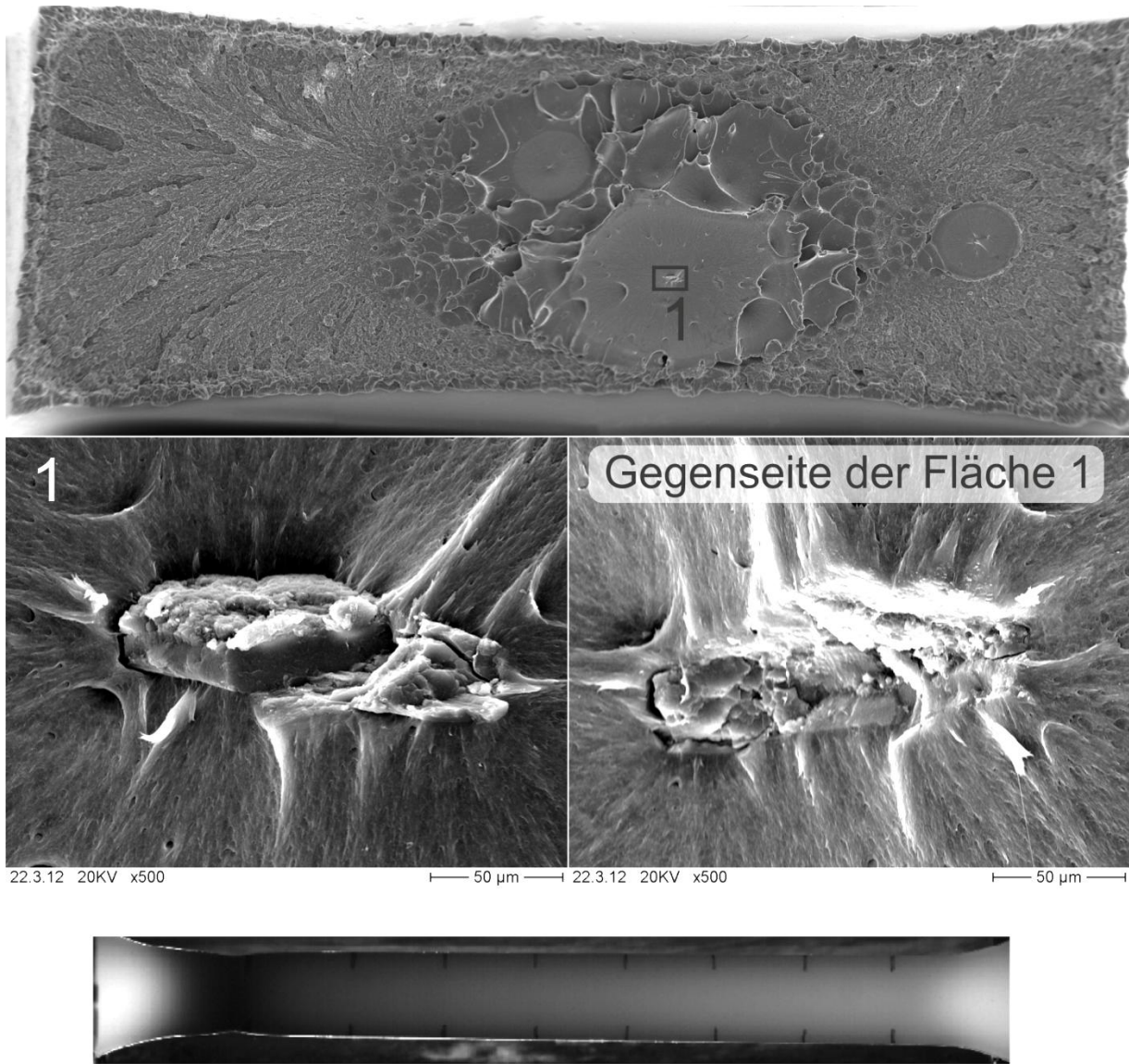


Bild 6.21: Bruchfläche eines Zugstabes aus Polyamid 66 mit 0,5 Vol.-% Siliciumdioxid-Nanopartikeln gefüllt (oben); 0,1 mm großer Einschluss in der Bruchfläche (links unten) und die Seite dieses Einschlusses (rechts unten) auf der gegenseitigen Bruchfläche; Zugprobe der Bruchfläche unmittelbar vor Eintreten des Bruches (unten)

6.5.2 Probengrößenabhängigkeit der Bruchwerte

Eine in der experimentellen Prüfung in Erscheinung getretene Problematik ist, dass bei dem gefüllten Material durch mögliche Agglomerate die Spannungs- und Dehnungswerte beim Probenbruch stark streuen können. Die Zugprobe wird an ihrer schwächsten Stelle brechen. Diese kann durch die erwähnten Agglomerate verursacht werden (Bild 6.20), welche zufallsverteilt im Volumen der Probe vorliegen. Je größer das für die Belastung relevante Volumen der Probe ist, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, dass sich im Prüfvolumen der Probe größere Partikel befinden, welche zu einem vorzeitigen Versagen der Probe führen, was in Bild 6.22 verdeutlicht werden soll. In den untersuchten Prüfserien der SiO₂-Nanokomposite waren teilweise deutliche Unterschiede in den mittleren Bruchdehnungen der Prüfserien zu beobachten. Zum einem besaßen untersuchte SiO₂-Nanokomposite relativ wenige große Agglomerate und zum anderen hatten verwendete Proben vom Typ 1A nach DIN EN ISO 527-2 ein großes Prüfvolumen im Vergleich zu ihrem Gesamtvolumen. Es kann nicht ausgeschlossen werden, dass diese wenigen großen Agglomerate sich ungünstig auf die Bruchdehnungen einzelner Prüfserien ausgewirkt haben.

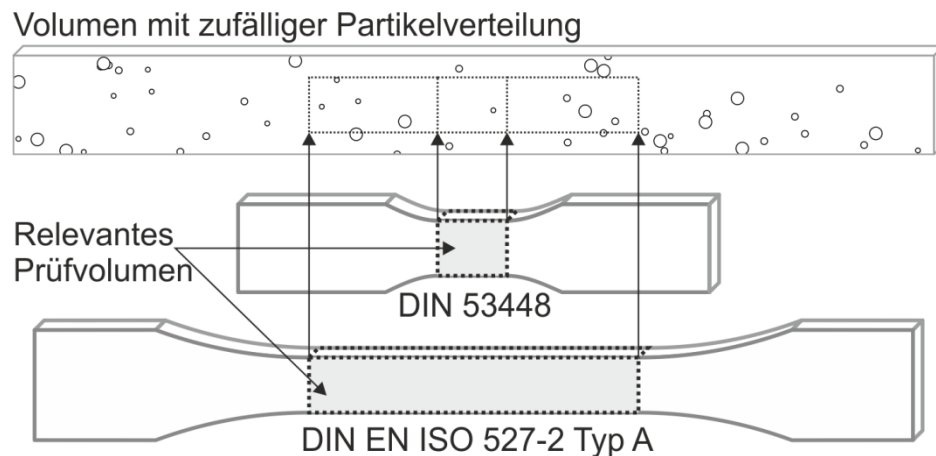


Bild 6.22: Vergleich einer möglichen Partikelverteilung in zwei Schulterstabprobentypen mit unterschiedlichen Prüfvolumen

7 Quasistatische Bruchuntersuchung

Aus Zugversuchen bei nahezu quasistatischer Prüfgeschwindigkeit war ein Unterschied in der Duktilität bezüglich des Ausgangs-, Referenzmaterials und des mit Nanopartikeln gefüllten Polyamids 66 zu erkennen. Das im Zugversuch beobachtete mechanische Verhalten spiegelte sich in der Bruchuntersuchung bei quasistatischer Belastung wieder. Die Bestimmung des Spannungsintensitätsfaktors nach [30] war nicht möglich, da die untersuchten Materialien zu duktil waren. Der Kraft-Weg-Verlauf der Prüfungen besaß einen zu großen Anteil an Nichtlinearität. Aus der Fließbruchmechanik erwies sich für das zu untersuchende Material, hinsichtlich der Vergleichbarkeit zwischen den Materialvariationen, die Bestimmung des J-Integrals zu Risswiderstandskurven als am geeignetsten [54].

Verwendet wurden aus spritzgegossenen Platten hergestellte CT-Proben. Deren natürlicher scharfer Anriss wurde durch Einschlagen einer Rasierklinge im durch Stickstoff abgekühlten Zustand hergestellt [31]. Hierdurch variieren die Proben in ihrem Ausgangszustand herstellbedingt, was sich in unterschiedlichen Last-Verschiebungskurven der untersuchten Proben bemerkbar machte, wie in Bild 7.1 dargestellt. Ebenfalls in diesem Bild dargestellt ist das Parameterfenster des relevanten Risswachstums für die Mehrprobenmethode nach Norm. Bei dieser Methode wird die erste Probe bis zum Kraftmaximum bzw. bis zum Bruch belastet. Aus der Risslänge der ausgewerteten Bruchfläche und des Kraft-Weg-Verlaufes wird aus dieser Referenzprobe die Belastung der nachfolgenden CT-Proben abgeschätzt, um ein gezieltes Risswachstum zu erhalten. Diese Methode benötigt jedoch eine reproduzierbare Kraft-Lastangriffspunkt-Verschiebungsbeziehung aller zu untersuchenden CT-Proben, was bei den verwendeten CT-Proben nach Bild 7.1 nicht der Fall ist. Dies erforderte die Entwicklung einer eigenen Prüfmethode für die Risswiderstandskurvenbestimmung, welche der herstellbedingten Variation gerecht wurde. Zielstellung war die Bestimmung einer größtmöglichen Menge von Messpunkten des Risswachstums parallel zum Versuch.

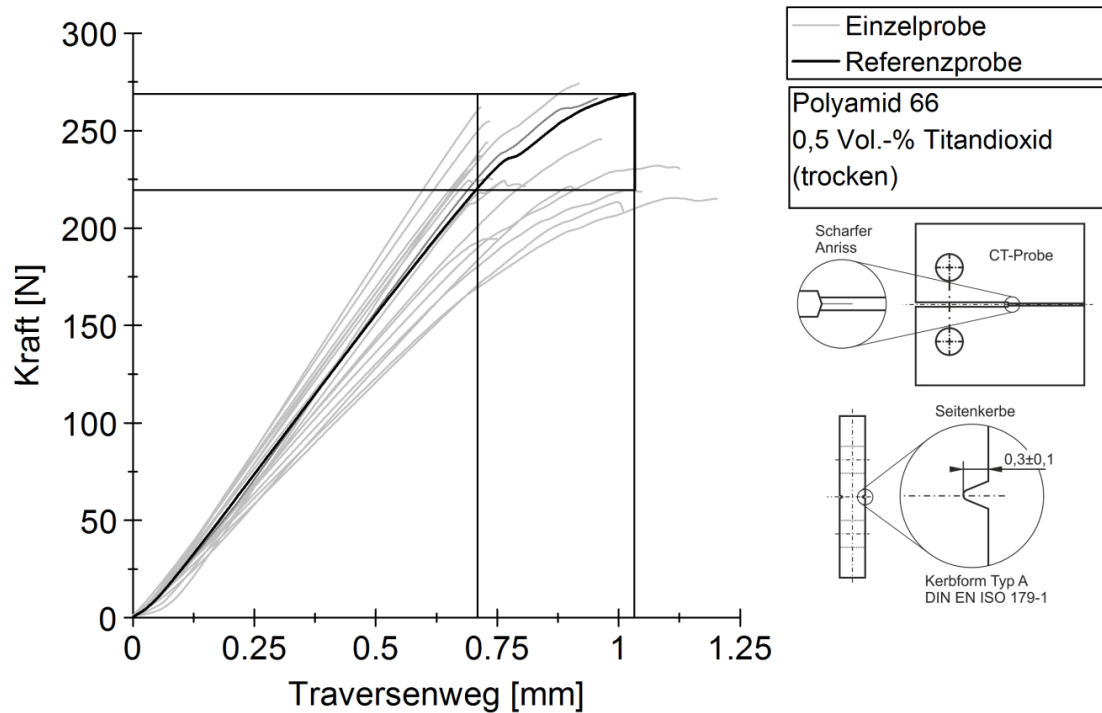


Bild 7.1: Kraft-Weg-Verläufe einer Prüfserie von CT-Proben

7.1 Prüfmethode

7.1.1 Risslängenbestimmung

Aufgrund einer herstellbedingten geometrischen Variation der CT-Proben konnte die Ein- und Mehrprobenmethode aus den Normen und Prüfvorschriften [31, 33, 38, 55] zur Risswiderstandskurvenermittlung nicht verwendet werden. Ihre Herangehensweise ist die Bestimmung diskreter Punkte einer Risswiderstandskurve aus mehreren oder einer CT-Probe, wie in Bild 7.2 dargestellt. Gemeinsamkeit beider Methoden ist die Ermittlung des Initialanrisses, des Risswachstums Δa und der Energie.

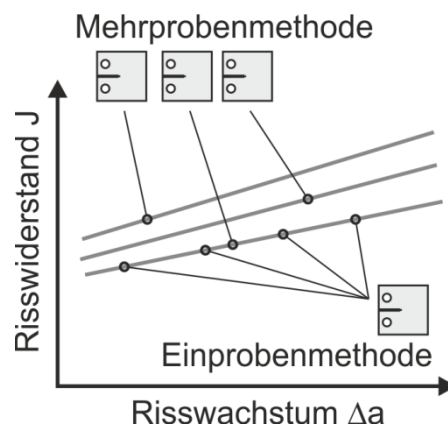


Bild 7.2: Risswiderstandsermittlung nach der Ein- und Mehrprobenmethode

Die für diese Arbeit entwickelte Prüfmethode verfolgt den Ansatz, das Risswachstum der Probe während des Versuchs optisch zu erfassen und im Anschluss auszumessen. Mit Hilfe einer auf einem Mikroskop angebrachten hochauflösenden Kamera wurde die Seitenfläche der CT-Probe zeitgleich zur Prüfung mit einer Frequenz von 4 Hz fotografiert. In Bild 7.3 zeigt sich beispielsweise das Risswachstum durch eine deutliche Weißfärbung der Oberfläche. Damit eine optische Bestimmung des Risswachstums an den Seitenflächen möglich ist, sind Bedingungen an den Rissfortschritt zu erfüllen, welche im nachfolgenden Abschnitt erläutert werden. Pro Prüfkörper ergeben sich die zeitlichen Verläufe der Kraft und die Verschiebung am Lastangriffspunkt sowie des Risswachstums. Aus diesen Messgrößen wird für jede Probe eine Risswiderstandskurve ermittelt, soweit diese den Anforderungen aus [31] genügt.

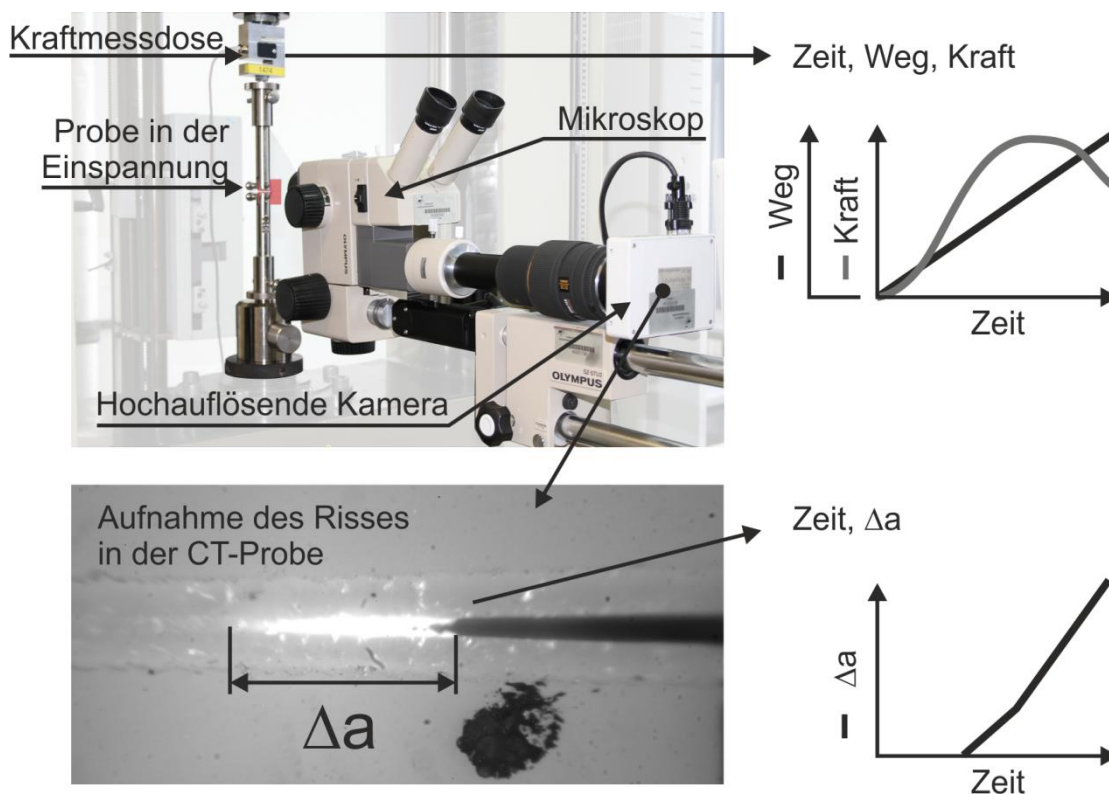


Bild 7.3: Messdaten der CT-Prüfung

7.1.2 Probengeometrie

Die ebenen Maße der verwendeten CT-Proben entsprechen der DIN EN ISO 12737, wie es in Bild 7.4 dargestellt ist. Die angewendete Probenweite W bemisst sich im Mittel mit 29 mm. Das von der Norm vorgeschlagene Verhältnis zwischen Probendicke und -breite kann herstellbedingt nicht eingehalten werden. Aufgrund von Materialschwindung und des maximal möglichen Maschinennachdrucks der

verwendeten Spritzgussmaschine beschränkt sich die herstellbare Probendicke auf 4 mm. Im Abschnitt 2.3.2 wurde beschrieben, dass in Proben endlicher Dicke ein inhomogener Spannungszustand in der Risspitze über die Dicke vorherrscht. Ist die Probendicke ausreichend, so spielen die Randstörungen im Vergleich zum Gesamtzustand in der Risspitze keine Rolle. Ist es jedoch nicht möglich, Proben in ausreichender Dicke herzustellen, wird beispielsweise von [33] und [38] der Einsatz von Seitenkerben empfohlen, wie sie in Bild 7.5 abgebildet ist.

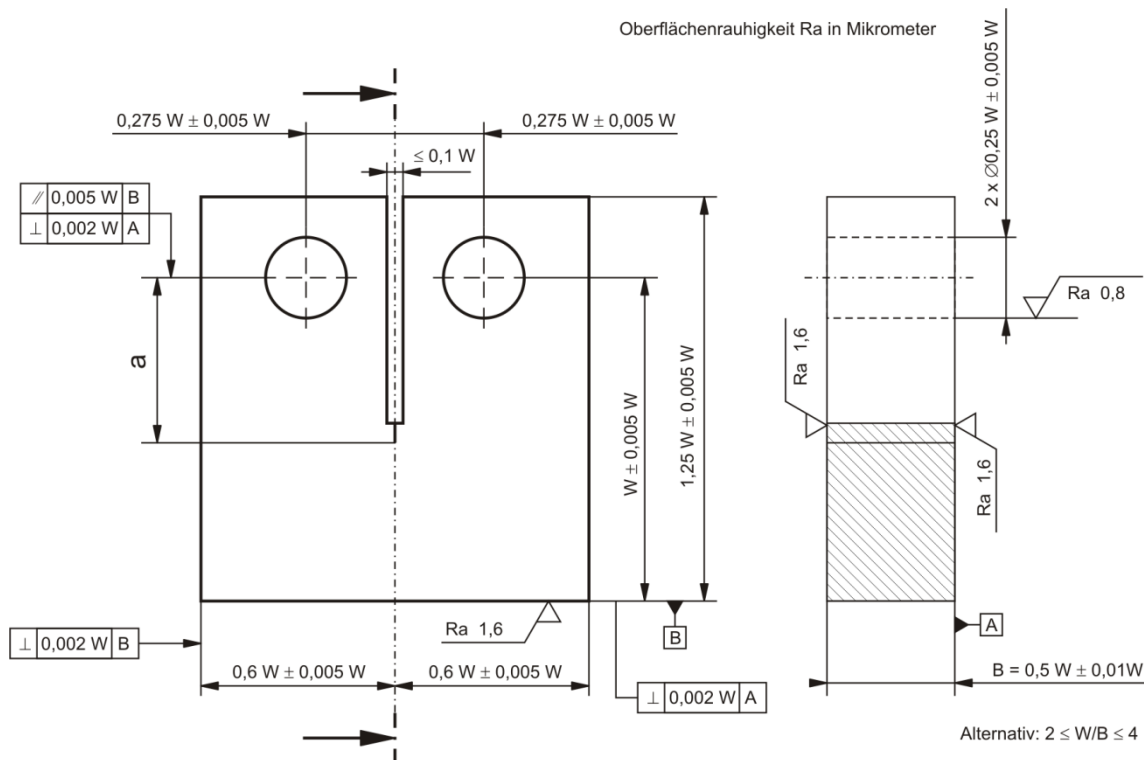


Bild 7.4: Geometrie einer CT-Probe nach DIN ISO 12737

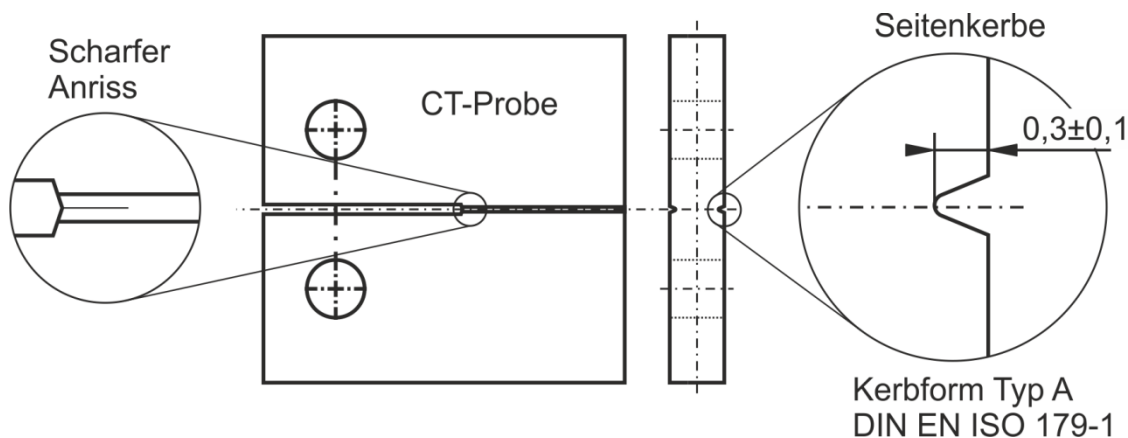


Bild 7.5: Geometrie und Anordnung der Seitenkerben in der CT-Probe

Auf die Bruchfläche und den Rissfortschritt hat eine zu geringe Probendicke den Einfluss der sichelförmigen Ausbildung des Risses, wie es in Bild 7.6 gezeigt wird. In

der linken Abbildung ist eine Bruchfläche¹³ einer beim Versuch unzerbrochenen Probe dargestellt, bei der der Versuch kurz nach Überschreiten der Maximalkraft abgebrochen wurde. Deutlich zu erkennen ist die sichelförmige Rissfront, welche durch den inhomogenen Spannungszustand über die Probenbreite entsteht. Für die Bestimmung der bruchmechanischen Kennwerte ist hier nicht mehr mit einem geometrieunabhängigen Messwert zu rechnen. In der Theorie wird der Riss als rechteckig angenommen. Diesem Zustand kommt die Rissfläche auf dem rechten Teil vom Bild 7.6 am nächsten. Die im Bild rechts dargestellte Probe versagte während des Versuches, nachdem das Kraftmaximum überschritten wurde. Es wird davon ausgegangen, dass der Rissverlauf sich über den ganzen Versuch wie in Bild 7.6 verhält und gerade verläuft. Die Seitenkerben führen somit zu einem über die Probenbreite homogenen Spannungszustand und zu einem gleichmäßigen Fortschreiten der Rissfront. Dies ist notwendig, wenn der Riss an der Probenoberfläche verfolgt werden soll.

Hergestellt wurden die Seitenkerben durch Fräsen mit einer Drehspindel bei 15.000 Umdrehungen in der Minute. Das verwendete Stichelwerkzeug fräst eine V-Kerbe nach DIN ISO 179-1.

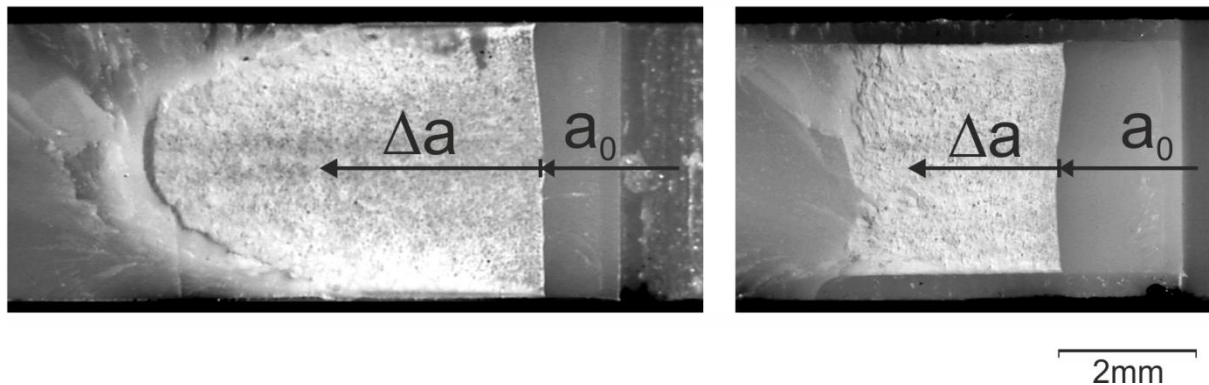


Bild 7.6: Bruchflächen von CT-Proben¹⁴ ohne (links) und mit Seitenkerben (rechts)

7.1.3 Risswiderstandskurvenermittlung

Für die Bestimmung einer Risswiderstandsprobe kamen nur Proben in Frage, deren Anfangsrisse innerhalb der in [31] geforderten Grenzen lag, die Rissfläche rechteckig war und der Riss in der Bildaufnahme horizontal durch den Kerbgrund

¹³ Die geprüfte, unzerbrochene CT-Probe wurde im flüssigen Stickstoff abgekühlt und im Anschluss aufgebrochen.

¹⁴ CT-Probenmaße: Probenweite W 29 mm; Probendicke 3,95 mm; 3,4 mm mit Seitenkerben; Prüfgeschwindigkeit 0,5 mm/min; Polyamid 66 0,5 Vol.-% Siliciumdioxid-Nanopartikel (trocken)

verlief. Pro Probe standen die in Bild 7.7 dargestellten Messwerte zu Verfügung. Der zeitliche Verlauf des Rissfortschritts ist in Bild 7.7 mit seinen Einzelmesswerten angegeben. Für die Anzahl an benötigten Messwerten gibt es in den Normen keine einheitliche Angabe. Die minimale Angabe an Rissfortschrittswerten beträgt fünf [33]. Die Werte sollten in gleichmäßigen Abständen liegen, um die Risswiderstandskurve mit Hilfe einer Regression durch eine Potenzfunktion zu ermitteln [31, 33].

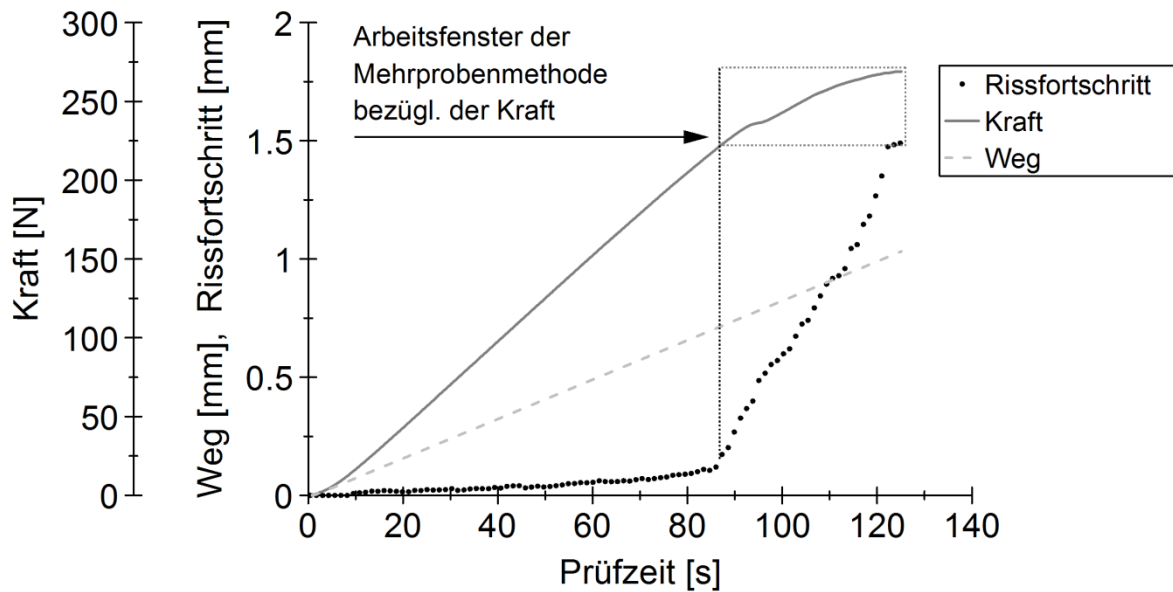


Bild 7.7: Messkurven einer CT-Prüfung mit optischer Risslängenbestimmung

7.2 Versuchsergebnisse

Die im Zugversuch beobachtete Versprödung des ungefüllten Polyamids 66 durch die Extrusion zeigt sich im Abfall der Risszähigkeit in Bild 7.8. Schon die Bearbeitung der extrudierten Proben erwies sich als schwierig, da bei der Erzeugung des Anrisses viele Proben einen zu großen Initialanriss aufwiesen oder direkt durchbrachen. Bei Betrachtung der ermittelten Risswiderstandskurven in Bild 7.8 ist deutlich zu erkennen, dass im Falle der extrudierten Materialien die Risswiderstandskurven flach verlaufen. Dies bedeutet, dass einem initiierten Risswachstum ein geringer Widerstand entgegengesetzt wird. Daraus lässt sich der hohe Ausschuss des extrudierten Polyamids 66 bei Risserstellung durch Einschlagen mit einer Rasierklinge erklären.

Gegenüber dem einfach extrudierten Polyamid 66 zeigen die Titandioxid- und Siliciumdioxid-Nanokompositen in Bild 7.9 eine deutliche Steigerung ihrer Risszähigkeit bei geringen Füllgraden. Von den untersuchten Füllgraden zeigen in beiden Fällen die Füllgehalte von 1 Vol.-% die größte Steigerung der Risszähigkeit. Dies deckt sich mit der Beobachtung aus [17] im Falle der Titandioxid-Nanokomposite. Bei Titandioxid-Nanokompositen fällt der Risswiderstand mit höheren Füllgraden unter das Niveau des Referenzmaterials ab. Zwar sinkt mit zunehmendem Füllgehalt ebenfalls der Risswiderstand der Siliciumdioxid-Nanokomposite, jedoch ist deren Risswiderstand deutlich höher als der des Referenzmaterials.

Im Vergleich der Nanokomposite untereinander ist zu erkennen, dass die Titandioxid-Nanokomposite geringere Rissfortschritte bis zum instabilen Risswachstum erreichen als Siliciumdioxid-Nanokomposite. Insgesamt dissipieren die Siliciumdioxid-Nanokomposite mehr Energie über das komplette stabile Risswachstum.

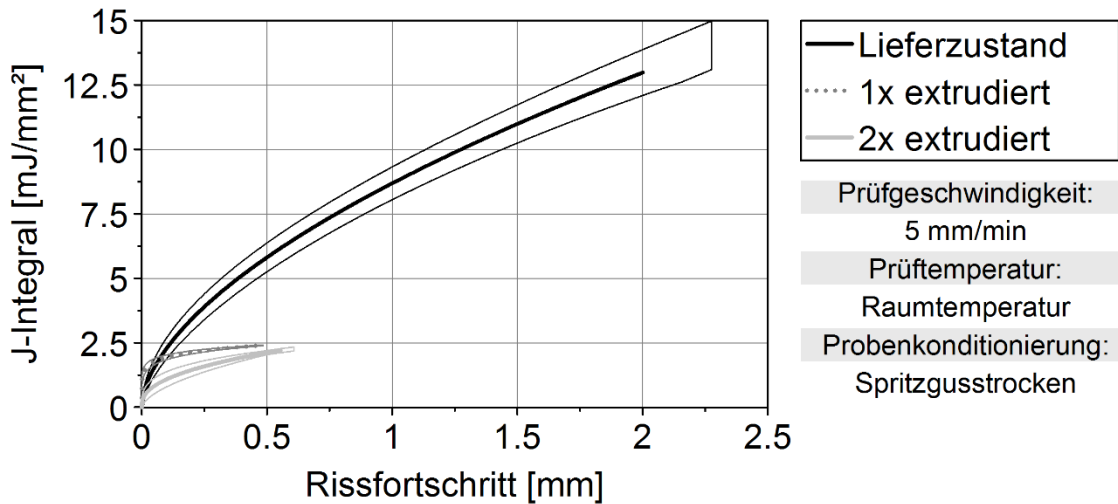


Bild 7.8: Risswiderstandskurven bis zur Maximalkraft von ungefüllten Polyamid 66 unter Einfluss der Extrusion

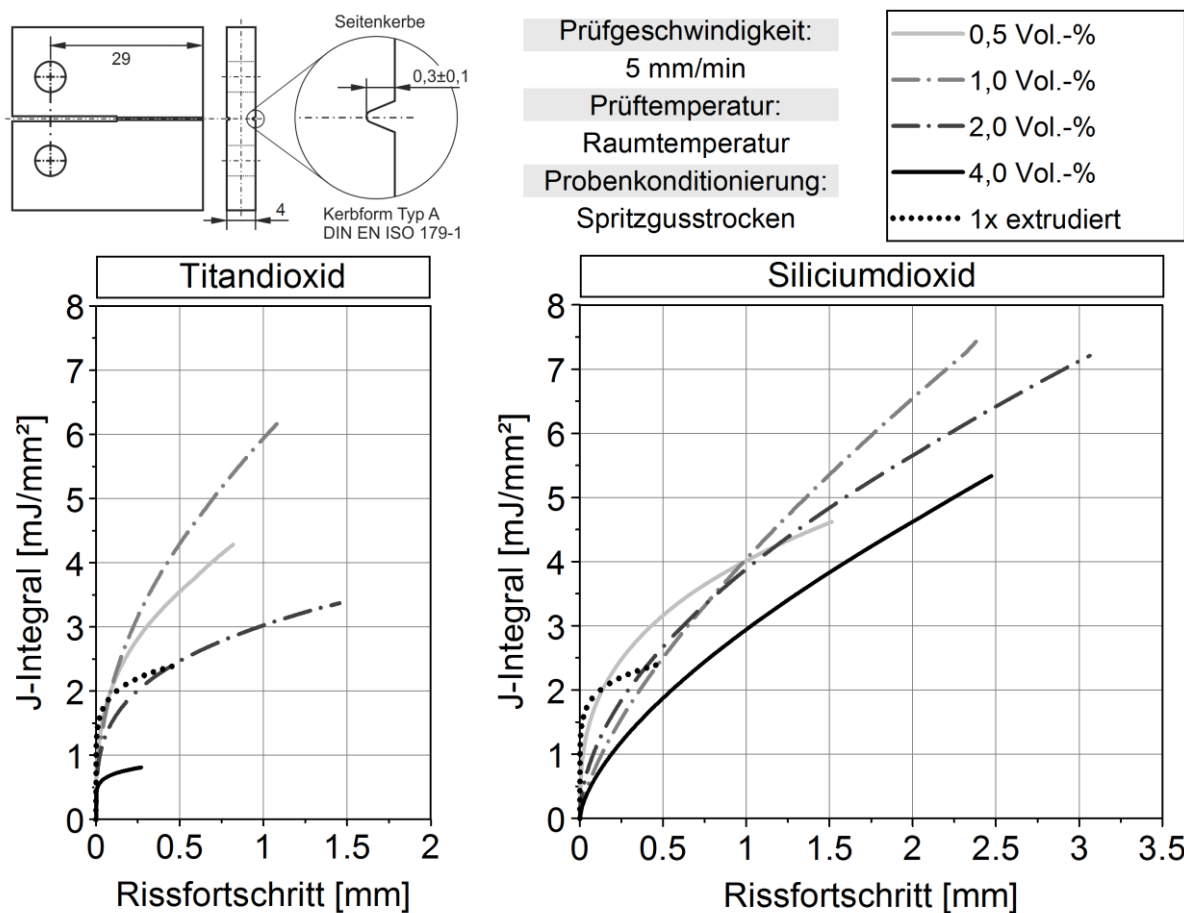


Bild 7.9: Risswiderstandskurven von Titandioxid- und Siliciumdioxid-Nanokompositen unterschiedlichen Füllgrades

7.3 Diskussion

Gegenüber dem Referenzmaterial weisen niedrig gefüllte Titandioxid-Nanokomposite eine höhere Risszähigkeit mit einem geringfügig höheren Rissinitiierungswiderstand auf. Die plastische Zone um die Riss Spitze besitzt eine geringe Ausprägung im Vergleich mit Siliciumdioxid-Nanokompositen. In Bild 7.10 sind die plastischen Zonen um die Riss Spitze als weiße Verfärbung des Kunststoffes zu erkennen und sind durch eine schwarz gepunktete Linie hervorgehoben. In der Darstellung ist die deutlich größere Ausprägung der plastischen Zone im Siliciumdioxid-Nanokomposit zu erkennen. Die Siliciumdioxid-Nanokomposite weisen mit steigendem Füllgehalt einen geringeren Rissinitiierungswiderstand als das Referenzmaterial auf. Mit zunehmendem Risswachstum übersteigt der Risswiderstand der Siliciumdioxid-Nanokomposite den des Referenzmaterials, was der relativ großen plastischen Zone um die Riss Spitze zugeordnet werden kann [28]. Der geringere Rissinitiierungswiderstand und die niedrigere Streckgrenze der Siliciumdioxid-Nanopartikel könnten ein Grund für die höhere Duktilität und Risszähigkeit sein. Das Material verformt früher plastisch, was zu einem Abbau von örtlichen Spannungsspitzen führt. Mit Kombination der steigenden Risszähigkeit kann die Zone größerer plastischer Verformung vorübergehend entlastet werden, indem andere Teile der Probe plastisch nachgeben. So wurde bei den Siliciumdioxid-Nanokompositen beobachtet, dass der gesamte parallele Teil der Schulterzugstabprobe eine irreversible Verformung aufwies.

Gegenüber der plastischen Verformung in der Riss Spitze spielt die Oberflächenenergie der Bruchfläche nur eine untergeordnete Rolle. Polyamid 66 weist eine Oberflächenenergie von circa 46 mJ/m^2 auf [56]. Ausgehend von diesem Wert benötigt eine Bruchfläche einer CT-Probe mit einer Nenndicke von $3,6 \text{ mm}$ circa $6 \cdot 10^{-6} \text{ J}$ Energie, wenn die neu geschaffene Oberfläche als eben angenommen wird. Durchschnittlich betrug die plastische Verformungsenergie in den CT-Proben aus Polyamid 66 circa $5 \cdot 10^{-5} \text{ J}$. Aus diesem Vergleich wird deutlich, dass die Verformungsarbeit in der plastischen Zone um den Riss für die Energiedissipation ein Übergewicht darstellt. Im Vergleich der SiO_2 -Nanokomposite gegenüber den TiO_2 -Nanokomposite macht sich die unterschiedliche Duktilität und plastische Verformung in der Riss Spitze durch die größeren Risswiderstände in den SiO_2 -Nanokompositen bemerkbar. Die niedrig gefüllten TiO_2 -Nanokomposite weisen einen höheren Risswiderstand zu Beginn des Risswachstums als die SiO_2 -Nanokomposite auf. Über

das gesamte Risswachstum bis zum Eintreten des Instabilen Risswachstums besitzen die SiO_2 -Nanokomposite dagegen insgesamt eine höhere Risszähigkeit, welche mit ihrer höheren Duktilität bei reduzierter Festigkeit in Zusammenhang gebracht werden kann. Für das Energieabsorptionsvermögen ist eine Reduzierung der Materialfestigkeit demnach annehmbar, wenn die Duktilität und der Risswiderstand im Zuge dessen gesteigert werden.

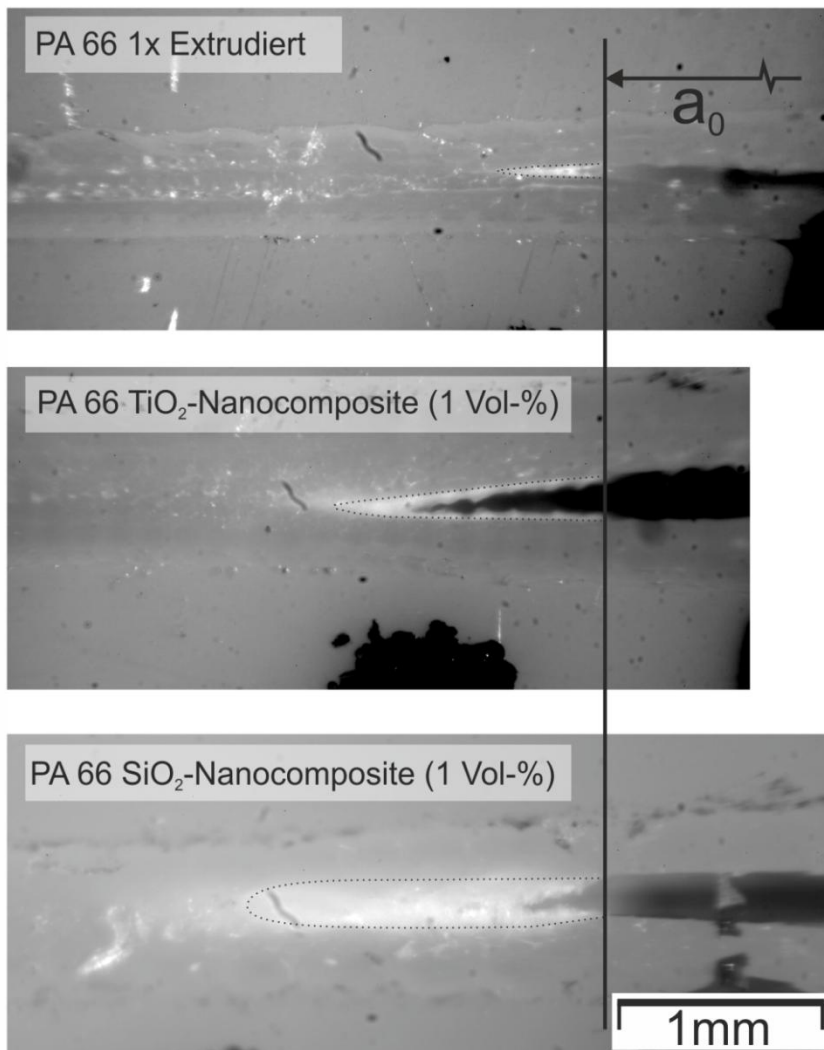


Bild 7.10: Ansichten der Rissausbildung im Kerbgrund der Seitenkerben bei maximal erreichter Kraft

8 Bruchuntersuchung bei höherer Belastungsrate

Das dehnratenabhängige mechanische Verhalten der untersuchten Werkstoffe zeigt ein Spektrum von duktil bis spröde. Für einzelne charakteristische Werkstoffverhalten sind entsprechende Prüfmethode bekannt, jedoch stellte diese Arbeit die Anforderung an den Vergleich zwischen dem ungefüllten und dem mit Nanopartikeln gefüllten Material. Aus diesem Grund wurde eine Prüfvorrichtung für die Zähigkeitsbestimmung von Kunststoffen bei schlagartiger Belastung entwickelt, welche duktilen und spröden Werkstoffverhalten gerecht wurde.

8.1 Prüfmethode

8.1.1 Prüfmethode für höhere Belastungsraten

Für die Prüfung von Bruchkennwerten bei hohen Belastungsraten wird in [38] und [29] die Single-Edge-Notched-Bending-Probe (SENB) gegenüber der Compact-Tension-Probe (CT) empfohlen. Gegenüber der CT-Probe ist die Prüfung der SENB-Probe bei höheren Belastungsraten einfacher zu realisieren. In [29] wird eine Prüfvorrichtung für SENB-Proben beschrieben, welche mit gleicher Aufprallgeschwindigkeit bei unterschiedlicher kinetischer Energie des Impaktors mehrere SENB-Proben prüft. Dadurch soll bei den Proben ein definierter Rissfortschritt in Bezug auf die eingebrachte Energie erzielt werden. Bedingung ist hierbei, dass die Probe nicht zerbricht und ein stabiles Risswachstum aufweist. Diese Prüfvorrichtung ist somit auf die Betrachtung des J-Integrals limitiert und sehr spröde Proben können hiermit nicht untersucht werden. Eine weitere SENB-Prüfvorrichtung arbeitet mit der Verwendung von Dehnmessstreifen, um den Verformungszustand und den daraus resultierenden Belastungszustand der Probe zu ermitteln [38]. Bei Kunststoffen erfordert der Einsatz von Dehnmessstreifen die Kenntnis des von der Belastungsgeschwindigkeit abhängigen Elastizitätsmoduls. Die Dehnratenabhängigkeit des Elastizitätsmoduls muss im Voraus bekannt sein oder ermittelt werden. Für die endgültige Kraftmessung muss die bei der Prüfung auftretende Dehnraten unterhalb der Dehnmessstreifen berechnet werden. Für die Anforderungen dieser Arbeit bedeutet dies einen experimentellen Mehraufwand zur Bestimmung der dehnratenabhängigen mechanischen Eigenschaften. Die in [36], [37] und [57] beschriebenen Prüfmethode beziehen sich auf jeweils eine bruchmechanische Betrachtung, sodass jeweils nur die Ermittlung des Spannungsintensitätsfaktors oder

des J-Integrals ermöglicht wird. Die an der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH durchgeführten Materialmodifikationen zielen beispielsweise daraufhin, die Zähigkeit eines spröden Ausgangswerkstoffes zu erhöhen. Für die Eigenschaften der untersuchten Werkstoffe bedeutet dies, dass ihr mechanisches Verhalten von spröde bis zu leicht zäh reicht. Die Prüfvorrichtung muss daher die Messung des Spannungsintensitätsfaktors aus der linear-elastischen Bruchmechanik, sowie die Bestimmung des J-Integrals aus der Fließbruchmechanik ermöglichen. Im Vergleich zu den unterschiedlichen Arbeiten zur kurzzeitdynamischen Bruchuntersuchung setzt die hier vorgestellte Untersuchungsmethode mit SENB-Proben auf eine möglichst konstanten Rate \dot{K} des Spannungsintensitätsfaktors. Dies bezieht sich auf die Eigenschaftsbeziehung $K_{Ic} = K(\dot{K})$, welche besagt, dass der kritische Spannungsintensitätsfaktor abhängig von der Rate der Spannungsintensität ist [28]. Die verwendete Prüfvorrichtung wurde dahingegen ausgelegt, stetige Belastungsanstiege in den Proben zu erreichen.

8.1.2 Auslegung der Prüfvorrichtung

Die Prüfvorrichtung besteht aus einer an einer Führungsstange geleiteten variablen Fallmasse. Diese prallt gegen einen auf einer SENB-Probe ruhenden Impaktor. In diesen Impaktor wurde die Kraftmessdose integriert. Die Auflagebedingung der Probe wurde an [57] angelehnt. Die Prüfvorrichtung ermöglicht einen variablen Energieeintrag bei gleicher Belastungsgeschwindigkeit, sodass die Ermittlung von Risswiderstandskurven wie in [29] möglich ist. Die in die Probe übertragene Energie wird aus der Impaktorbewegung und –kraft ermittelt. Die Kraft wird durch eine im Impaktor integrierte piezo-keramische Kraftmessdose gemessen [36]. Aus der Aufzeichnung einer Hochgeschwindigkeitskamera wird die Impaktorverschiebung bestimmt. Ein mechanischer Dämpfer soll die kurzzeit-dynamischen Effekte im gemessenen Kraftsignal reduzieren [57]. Diesem Aufbau der Prüfvorrichtung wurde ein vereinfachtes Finite-Elemente Modell (FE-Modell) nachgebildet. Die Simulation diente dem Zweck, bei der Prüfvorrichtung den Belastungszustand in der Risspitze sowohl zu untersuchen und diese ggf. auszulegen, als auch das Konzept zu überprüfen und ggf. zu korrigieren.

Zwei Lastfälle wurden bei der Simulation mit Abaqus 6.10 betrachtet. Jeder Lastfall wurde in zwei Schritten simuliert, wie in Bild 8.1 dargestellt. Mit einem Volumenmodell wurde der Aufprall des Fallgewichts auf den Impaktor nachgebildet, aus welchem ein

zeitlicher Verlauf der Kontaktkraft zwischen Impaktorspitze und SENB-Probe resultierte. Der zeitliche Verlauf der Kraft wurde als Randbedingung auf ein implizit dynamisches, zwei-dimensionales Modell der SENB-Probe übertragen. Das Ergebnis war der zeitliche Verlauf des Spannungsintensitätsfaktors K_I in der Rissspitze.

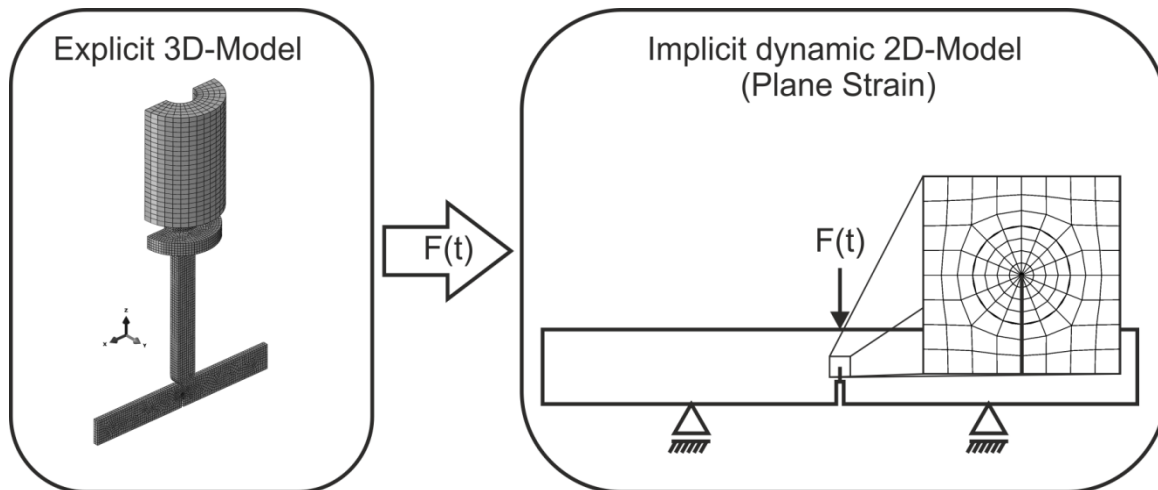


Bild 8.1: Simulationsmodelle der Prüfvorrichtung

Die zwei betrachteten Lastfälle unterscheiden sich nur durch den Einsatz eines Dämpfers, wie in Bild 8.2 gezeigt. Im ersten Beispiel prallt das Fallgewicht direkt auf den Impaktor, im zweiten Lastfall wird der Aufprall durch ein Dämpferelement abgeschwächt. Das Dämpferelement besteht aus zwei Teilen: Einem konischen Kern aus Aluminium und einem Mantel aus Gummi bzw. Elastomer. Für den Mantel wurde ein hyperelastisches Materialmodell verwendet, welches den in Bild 8.2 dargestellten Spannungs-Dehnungsverlauf wiedergibt. Die restlichen Materialien (Stahl, Aluminium und Polyamid) werden als reinelastisch angenommen. Die Aufprallgeschwindigkeit des Fallgewichts beträgt 1 m/s.

Das Dämpferelement führt zu einer stetigeren Belastung der Probe gegenüber dem harten Aufprall der Fallmasse auf dem Impaktor, wie in Bild 8.3 zu erkennen ist. Die in Bild 8.3 dargestellte starke Schwingung des Kraftsignals ohne den Dämpfer lässt sich aus der Eigenschwingung des Impaktors nach dem Abstoß durch die Fallmasse erklären. Der dazugehörige Wegverlauf ist inhomogen, weil die Fallmasse erneut auf den zuvor abgestoßenen Impaktor traf, welcher sich in der Rückwärtsbewegung befand. Aus dem simulierten zeitlichen Kraftverlauf ohne den Einsatz des Dämpfers lässt sich der Spannungsintensitätsfaktor nicht direkt aus der Momentankraft bestimmen [28]. Dies deckt sich mit dem Ergebnis der Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors, dessen zeitlicher Verlauf sich nicht proportional zur

Kraft verhält, wie in Bild 8.4 dargestellt. In der Simulation der Prüfvorrichtung ergibt sich im Falle des Dämpferelements ein stetiger Kraftverlauf (Bild 8.3), der in der Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors zu dem Ergebnis führt, dass er sich proportional zur Kraft verhält (Bild 8.5).

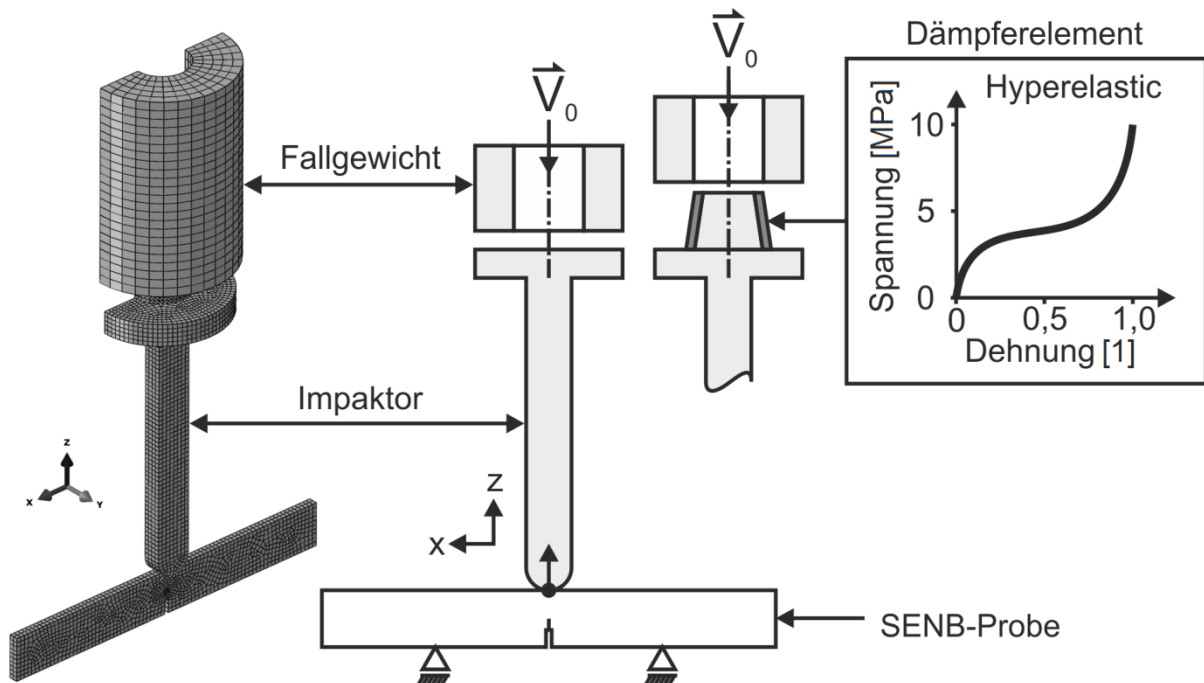


Bild 8.2: Model der SENB-Prüfvorrichtung

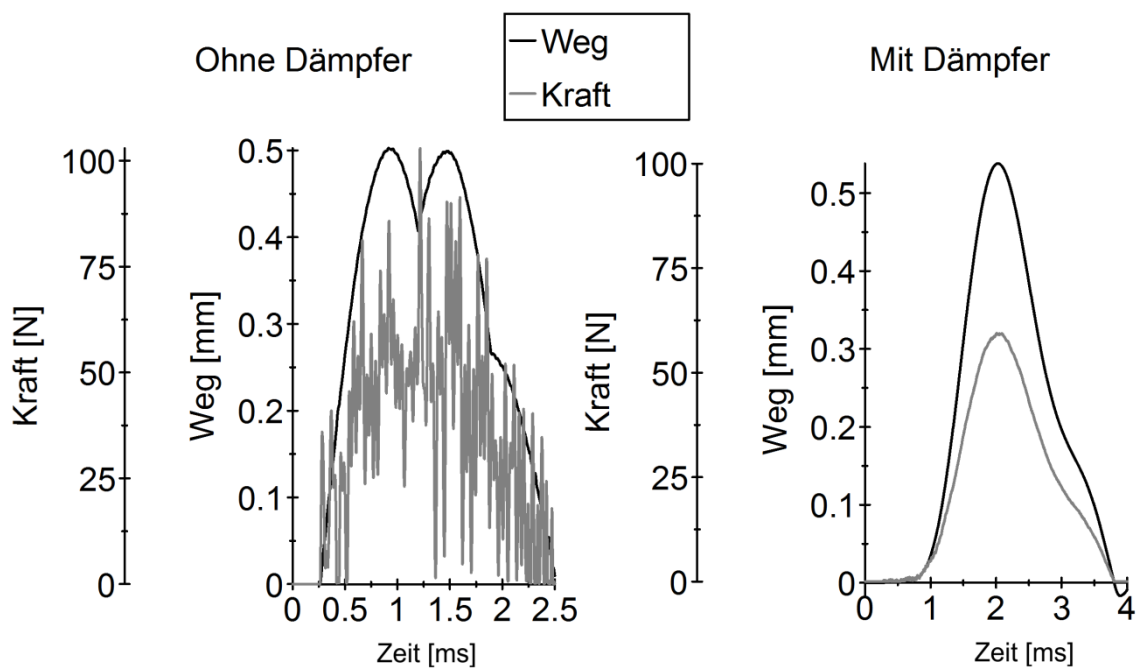
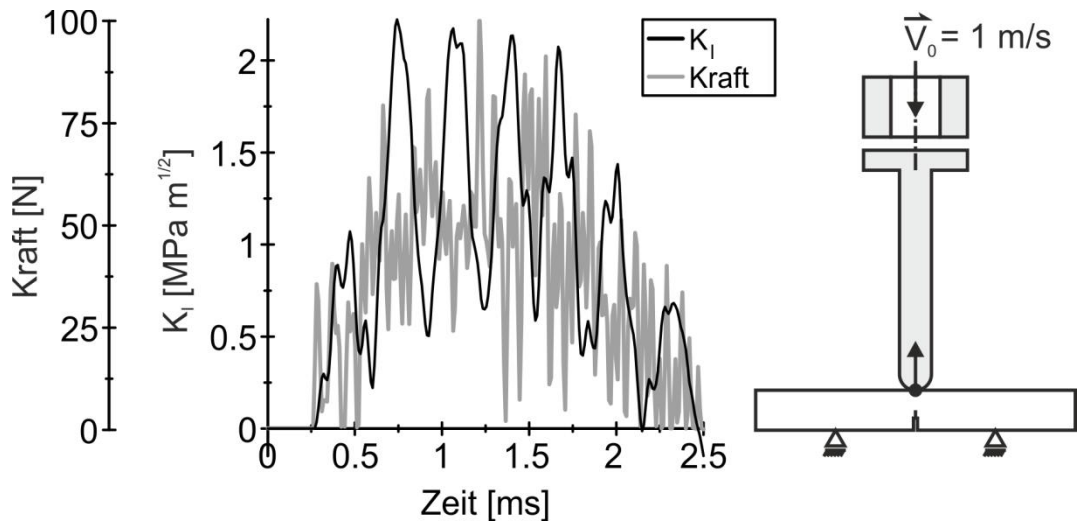
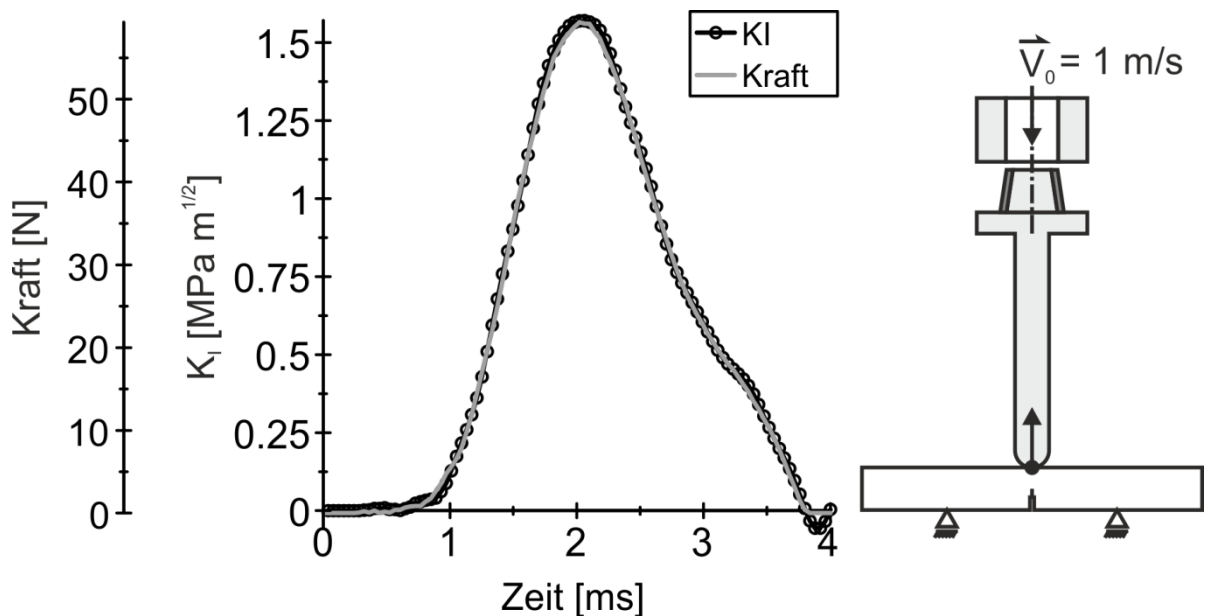


Bild 8.3: Weg-Zeit- und Kraft-Zeit-Verläufe der berechneten Prüffälle

Bild 8.4: K_I -Zeit und Kraft-Zeit-Beziehung ohne DämpferBild 8.5: Proportionale K_I -Zeit und Kraft-Zeit-Beziehung mit Dämpferelement

8.1.3 Verifizierung der Prüfvorrichtung

Die Verifizierung der Prüfvorrichtung erfolgte anhand von zwei Voruntersuchungen und der Prüfung von SENB-Proben aus Polyamid 66 in drei Materialvariationen. Diese umfassten Polyamid 66 im Lieferzustand, sowie ein- und zweifach extrudiertes Material. Die Geometrie der SENB-Proben folgte der ISO 13586 [30]. Aufgrund der Wasseraufnahmefähigkeit des Polyamids wurden die Proben vor der Prüfung mindestens 48 Stunden bei 80 °C in einem Umlufttrockner getrocknet. Die anschließende Lagerung der Proben erfolgte in einem Exsikator mit Zusatz von Silicagel. Geprüft wurden die Proben bei Raumtemperatur mit der in Bild 8.6 schematisch dargestellten Prüfvorrichtung. Der in Bild 8.6 veranschaulichte Aufbau

des eingesetzten Dämpferelementes ergab sich aus einer Reihe von Versuchen mit verschiedenen Materialien und Materialkombinationen. Der Messaufbau bestand aus einer Lichtschranke, welche die Messung der Kraft als auch die Aufnahme der Hochgeschwindigkeitskamera startete. Die Hochgeschwindigkeitskamera nahm mit 50.000 Bildern pro Sekunde die Bewegung der markierten Impaktorspitze auf.

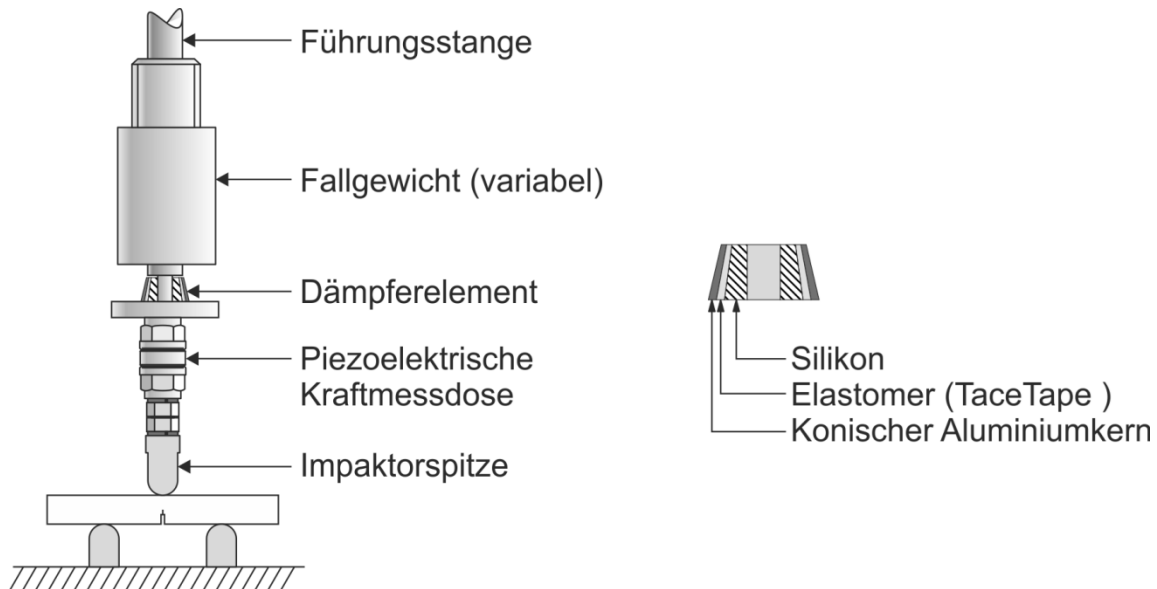


Bild 8.6: Aufbau der Prüfvorrichtung für SENB-Proben (links), Aufbau des Dämpferelements (rechts)

Zur Beurteilung des Einflusses des konischen Dämpferelements auf das Kraftsignal, gegenüber dem direkten Aufprall der Fallmasse auf den Impaktor, wurden die Auflager der Prüfvorrichtung gemäß Bild 8.7 auf Block gesetzt. Im gemessenen Kraftverlauf mit dem Dämpferelement ist die Probenbe- und -entlastung gegenüber dem direkten Aufprall nachvollziehbar. In einem weiteren Versuch wurde die Stützbreite der Auflager auf Versuchsbedingung gestellt und ein angekerbter Prüfstab als Probe verwendet, wie es in Bild 8.8 angedeutet ist. Den Aufprall dämpften in den geprüften Fällen eine 1,5 mm dicke Silikonscheibe und das endgültige konische Dämpferelement. Beim konischen Dämpferelement kamen sowohl der zeitliche Weg, als auch der Kraft-Verlauf in ihrer Form dem Ergebnis der Simulation sehr nahe. Bezogen auf das Ergebnis der Simulation ist die gemessene Kraft für die analytische Bestimmung des Spannungsintensitätsfaktors verwendbar. Aus der Hochgeschwindigkeitsaufnahme war zu erkennen, dass während der Prüfung der Impaktor über die Versuchsdauer auf der Probe auflag, sodass die Impaktorverschiebung mit der Probendurchbiegung gleichgesetzt werden kann. Ausgehend von den Messergebnissen und den Beobachtungen aus den

Hochgeschwindigkeitsaufnahmen wurden bei den Untersuchungen der SENB-Proben der kritische Spannungsintensitätsfaktor aus der Bruchkraft, und für die Bestimmung des J-Integrals die Energie aus der Integration des Impaktorkraft-Verschiebungs-Verlaufs bestimmt. Aus einer Mehrzahl von Versuchen wurden für die Bildung eines Mittelwerts mindestens fünf Proben verwendet, deren Anfangsanrisse nach der ISO 13586 gültig waren.

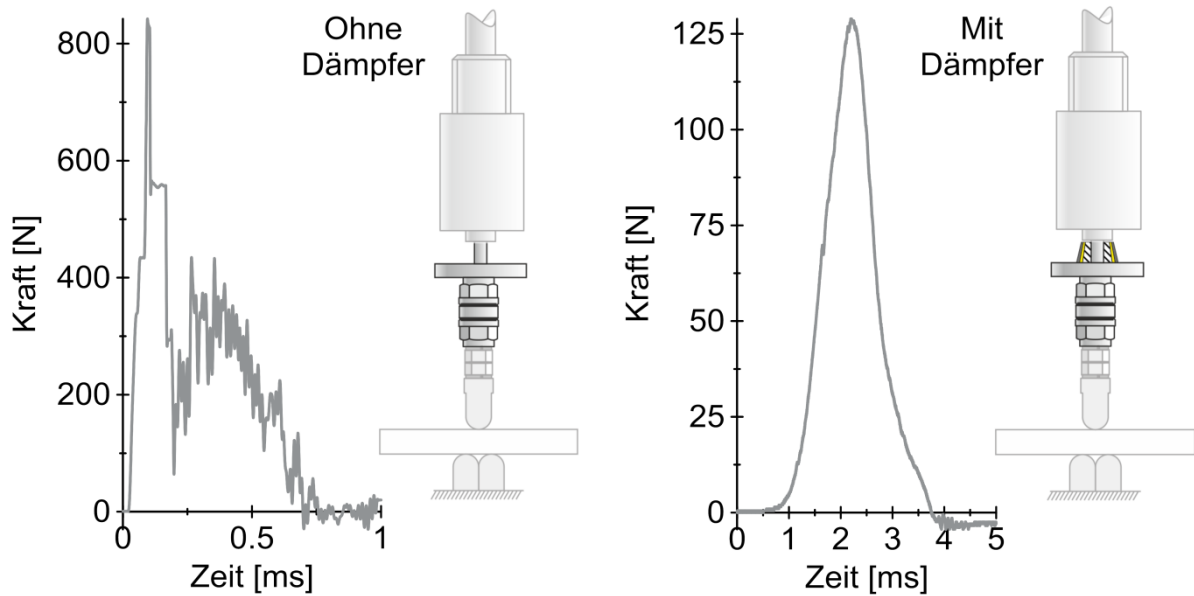


Bild 8.7: Einfluss des Dämpfers auf den Kraft-Zeit-Verlauf

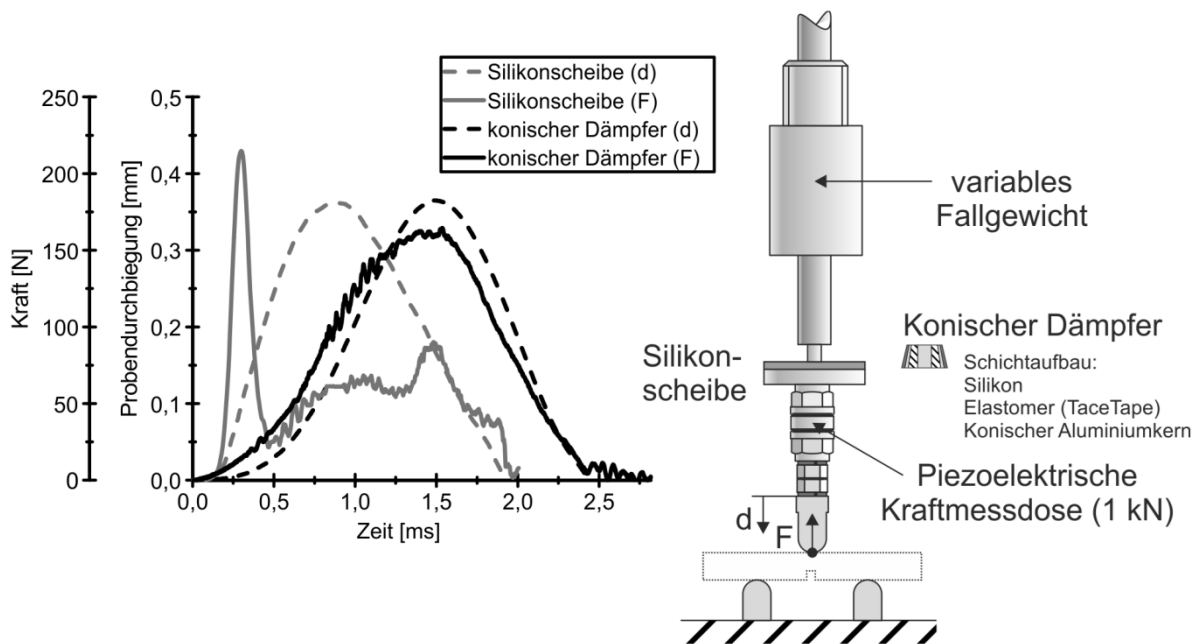


Bild 8.8: Einfluss unterschiedlicher Dämpfer auf den gemessenen Kraftverlauf

8.2 Versuchsergebnisse

8.2.1 Bruchzähigkeit des Ausgangs- und Referenzmaterials

Uniaxiale Zugversuche bei unterschiedlichen Belastungsgeschwindigkeiten deuten auf eine Versprödung des verwendeten Polyamids 66 durch die Belastungsgeschwindigkeit und durch die Extrusion hin, wie in Bild 6.11¹⁵ erkennbar. Das spröde Materialverhalten des extrudierten Polyamids bei hoher Belastungsgeschwindigkeit erlaubt die Bestimmung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors. Im Falle des im Lieferzustand geprüften Polyamids lässt die Spannungs-Dehnungskurve bei hoher Belastungsrate vermuten, dass der kritische Spannungsintensitätsfaktor nicht gültig bestimmbar ist. Die Untersuchungen der SENB-Proben zeigten bei allen drei Variationen des Polyamids das nahezu gleiche Spröbruchverhalten, welches in Anbetracht der Zugversuche nicht im Voraus erwartet wurde. Aus den ermittelten kritischen Spannungsintensitätsfaktoren zeigt sich ein tendenzieller Abfall der Risszähigkeit nach der ersten Extrusion, wie in Bild 8.9 dargestellt.

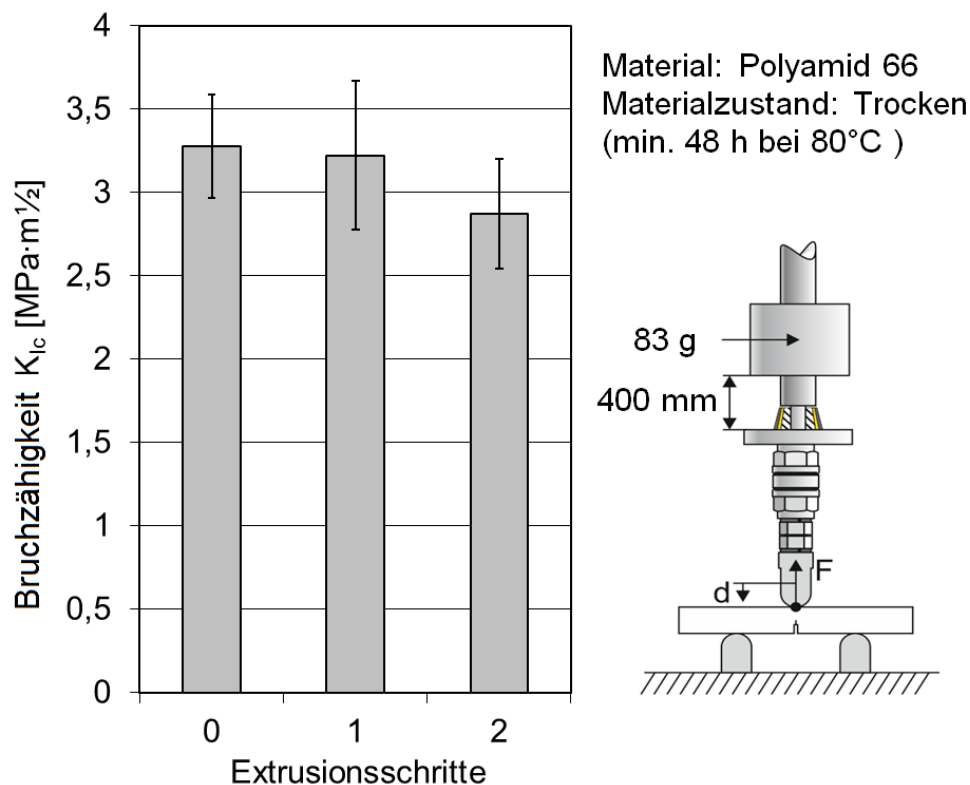


Bild 8.9: Einfluss der Extrusion auf die Bruchzähigkeit

¹⁵ Seite 60

Ein für die Bestimmung von Risswiderstandskurven benötigtes Risswachstum war an den Proben nicht zu erkennen. Rissflächen, die einem möglichen stabilen Risswachstum zugeordnet werden konnten, ergaben Risslängen unterhalb von 0,2 mm. Die in Bild 8.10 dargestellte Rissfläche zwischen der Anriss- und Sprödbruchfläche wurde zu einer Risslänge $\Delta a'$ umgerechnet. Aus dem Kraft-Weg-Verlauf der Messung wurde ein J-Integralwert für den Anrisszustand der Probe berechnet. Der J-Integralwert wurde anschließend in Beziehung zur Risslänge $\Delta a'$ gesetzt, um eine mögliche Korrelation zu erkennen. Eine in Bild 8.11 gezeigte leichte Korrelation der Werte führt zur Annahme, dass ein Teil der betrachteten Bruchfläche einem stabilen Risswachstum entstammt.

Aus der Bruchuntersuchung kann das Materialverhalten vom verwendeten Polyamid 66 bei der höheren Belastungsgeschwindigkeit als linear-elastisch mit Kleinstbereichsfließen bezeichnet werden. In den Zugversuchen bei höherer Prüfgeschwindigkeit zeigte das Material im Lieferzustand eine dehnratenbedingte Versprödung mit einer deutlichen Duktilität. Somit korreliert das in den dehnratenabhängigen Zugversuchen beobachtete duktile Verhalten nicht eindeutig mit dem mechanischen Verhalten in der Bruchuntersuchung. Für solche Fälle ist das Prüfkonzept gedacht, da es bei der Prüfung des Materials erlaubt, die Auswertung bzw. Bruchuntersuchung an das Materialverhalten anzupassen.

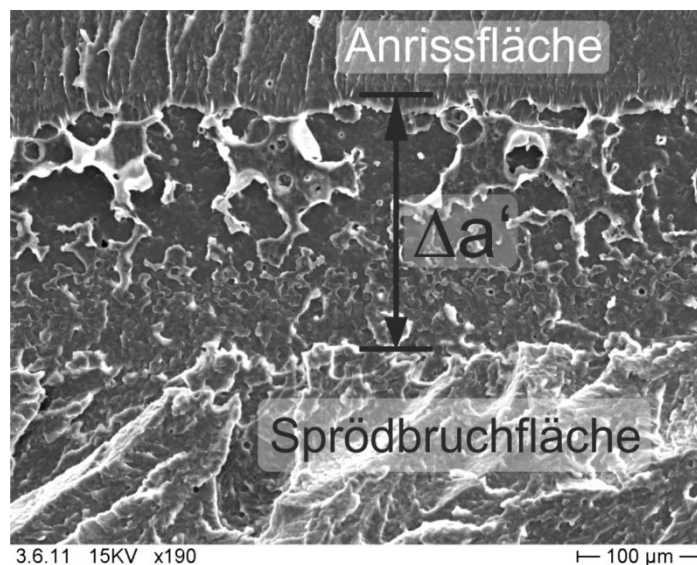


Bild 8.10: Bruchfläche einer SENB-Probe

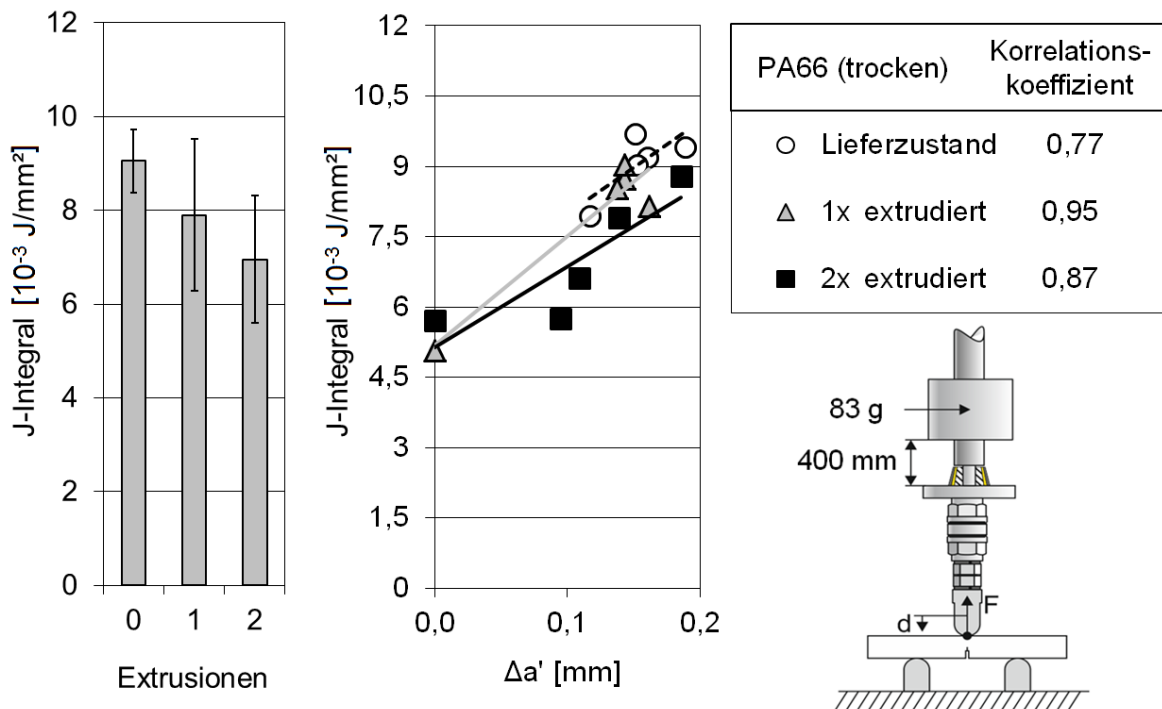


Bild 8.11: Einfluss der Extrusion auf die Bruchzähigkeit von PA66

8.2.2 Einfluss von Silicium- und Titandioxid-Nanopartikeln

Bezüglich des Referenzmaterials zeigen die mit Nanopartikel gefüllten Materialien eine Erhöhung der Risszähigkeit bei hoher Belastungsrate. Mit steigendem Füllstoffgehalt sinkt bei beiden untersuchten Nanopartikeln die Risszähigkeit des Polyamids 66, wie in Bild 8.12 dargestellt. Die höhere Bruchzähigkeit der niedrig gefüllten Nanopartikelsysteme deckt sich mit ihrer höheren Zugfestigkeit bei ebenfalls höherer Belastungsrate gegenüber dem Referenzmaterial.

Die untersuchten Variationen des trockenen Polyamids zeigten in dieser Bruchuntersuchung ein linear-elastisches mechanisches Materialverhalten. Die Bruchflächen wurden bezüglich der Größe und des gemessenen J-Integral aufgestellt (siehe Abschnitt 8.2.1), wie in den Diagrammen von Bild 8.13 und Bild 8.14 dargestellt. Das mit dem Siliciumdioxid-Nanopartikeln gefüllte Polyamid zeigte über die gesamten Prüfserien gesehen eine Korrelation zwischen J-Integral und Bruchfläche. Dies kann ein Hinweis für ein stabiles Risswachstum und bzw. oder Blunting der Risspitze sein. Dem gegenüber steht das Titandioxid verstärkte Material mit einer geringen bzw. keiner Korrelation zwischen J-Integral und Bruchfläche. Die beobachtete Risslänge $\Delta a'$ muss demnach nicht einem stabilen Risswachstum entsprungen sein. Es ist denkbar, dass es sich bei dieser um instabiles Risswachstum handelt, welches nicht zum Spröbruch gehört.

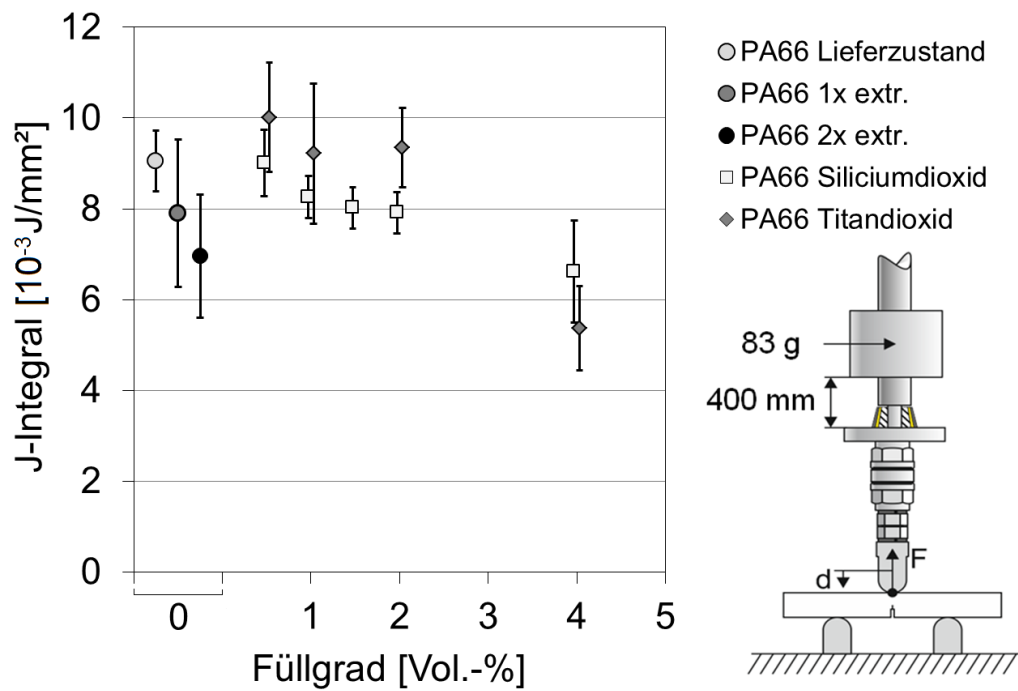


Bild 8.12: Einfluss von TiO₂ und SiO₂-Nanopartikeln auf die Bruchzähigkeit von PA66

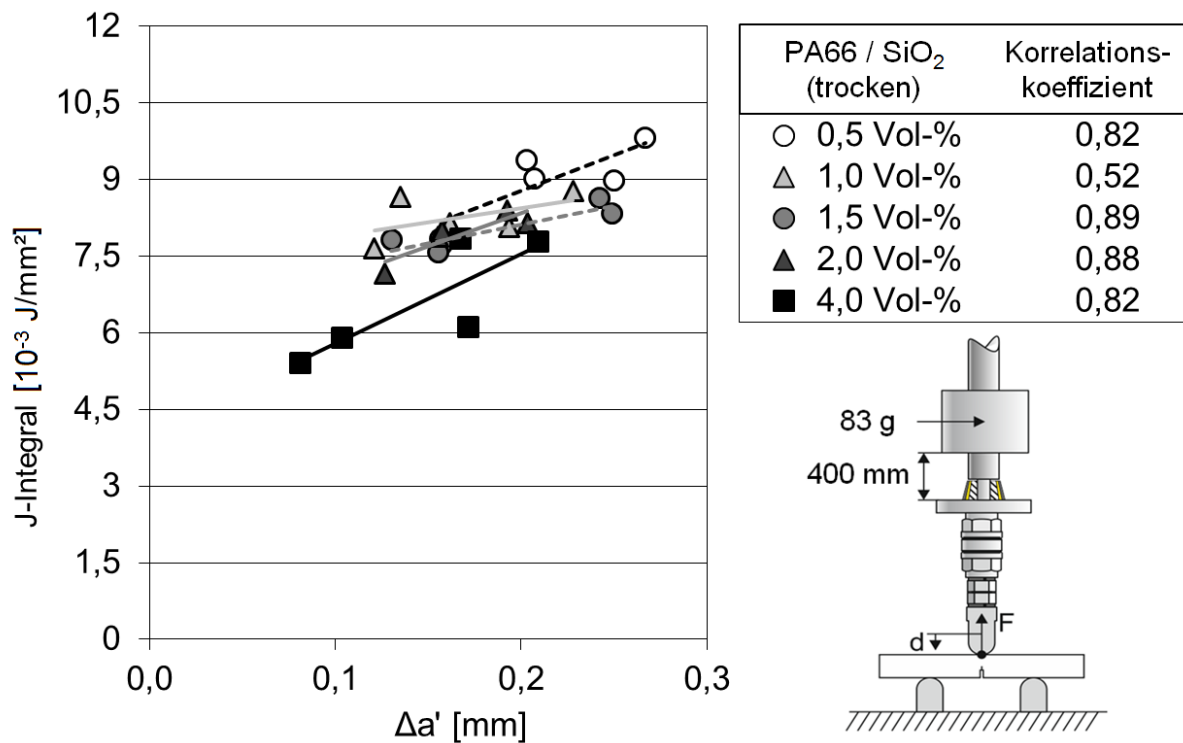


Bild 8.13: Einfluss von SiO₂-Nanopartikeln auf die Bruchzähigkeit von PA66

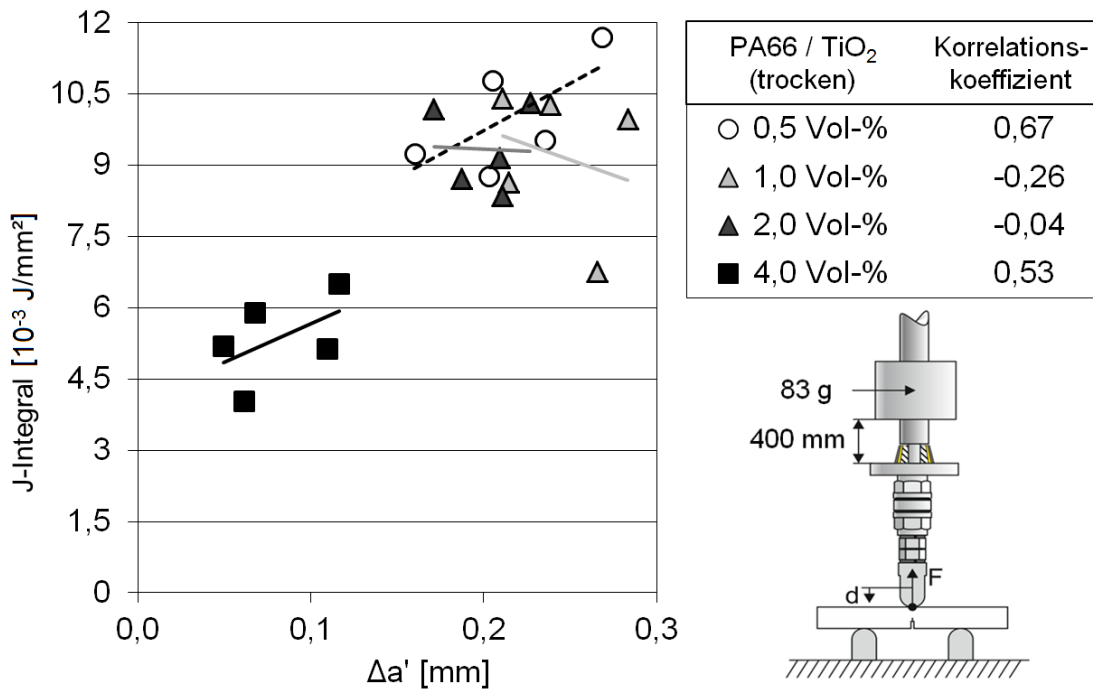


Bild 8.14: Einfluss des Nanopartikelfüllgehalts auf die Bruchzähigkeit

8.3 Diskussion der SENB-Bruchuntersuchung

Ergebnis der Bruchuntersuchung bei höherer Belastungsrate mit SENB-Proben ist, dass bei geringen Füllgehalten von 0,5 bis 1,0 Vol.-% die Bruchzähigkeit des Materials gegenüber dem ungefüllten Referenzmaterial gestiegen ist. In Abhängigkeit der Nanopartikel wurden dabei zwei Verhaltensformen beobachtet, welche mit dem mechanischen Verhalten der Zugversuche übereinstimmen.

Die Siliciumdioxid-Nanopartikel führen zu einer sichtbaren Entfestigung des Materials und einer höheren Duktilität. Durch die dehnratenbedingte Versprödung des Polyamids 66 führt die höhere Duktilität zu größeren Risslängen $\Delta a'$ gegenüber dem spröderen Referenzmaterial. Die gute Korrelation zwischen J-Integral und Risslänge weist auf einen Anteil von stabilem Risswachstum hin, da in diesem Fall die Energiedissipation mit der Größe der Bruchfläche einhergeht.

Das mit Titandioxid-Nanopartikel gefüllte Polyamid 66 zeigt ein linear elastisches sprödes Verhalten mit höherer Zugfestigkeit gegenüber dem Referenzmaterial bei höherer Belastungsrate. Dies zeigt sich ebenfalls durch eine höhere Bruchzähigkeit bei entsprechend höherer Belastungsgeschwindigkeit. Die schlechte Korrelation zwischen der Risslänge $\Delta a'$ und dem J-Integral als auch die höhere Streuung

gegenüber dem Siliciumdioxid passt zum spröden Charakter des Materials. Das mit Titandioxid-Nanopartikel gefüllte Material scheint den Rissfortschritt stärker zu hemmen als das Referenz- oder mit Siliciumdioxid-Nanopartikel gefüllte Material. Die hohe Belastungsgeschwindigkeit führt zu einem schnelleren Eintritt des instabilen Risswachstums, da weniger Energie pro Risslänge dissipiert wird und die Rissfront dadurch keine Entlastung erfährt. Die Probe erreichte dafür ein höheres Energieniveau vor dem Brucheintritt.

9 Zusammenfassung und Ausblick

Titandioxid- und Siliciumdioxid-Nanokomposite auf Basis von Polyamid 66 wurden in vier verschiedenen Experimenten auf ihre mechanischen Eigenschaften untersucht und einem Referenzmaterial gegenüber gestellt. Hergestellt wurden die Nanokomposite durch Direktmischen mit einem Zweischnellenextruder. Aufgrund des Herstellprozesses kam es zu einer Materialdegradation des Polyamids 66, welche das mechanische Materialverhalten beeinflusste. Deshalb wurde als Referenzmaterial einfach extrudiertes Polyamid 66 verwendet, um diese Degradation aus dem Vergleich zwischen den Nanokompositen auszublenken. Polyamid 66 weist ein von der Dehnrage abhängiges mechanisches Verhalten auf, welches in den experimentellen Untersuchungen Berücksichtigung fand. Die durchgeführten Zuguntersuchungen umfassten Prüfgeschwindigkeiten von 1 bis 100 mm/s und die bruchmechanischen Untersuchungen fanden sowohl bei quasistatischer als auch bei höherer Belastungsrate statt. Die verwendeten Titandioxid-Nanopartikel besitzen nachweislich eine gute Anbindung an das Polyamid 66 [17], während bei den Siliciumdioxid-Nanopartikel eine schlechtere Haftung beobachtet wurde. Die Matrixanbindung stellt den hauptsächlichsten Unterschied zwischen den beiden verwendeten Nanopartikeln dar.

In den experimentellen Untersuchungen konnten Eigenschaftsänderungen in den Nanokompositen bezüglich des Referenzmaterials beobachtet werden. In ihrer Summe tragen sie zum unterschiedlichen mechanischen Verhalten bei. Hauptziel war es, das Rissfortschrittsverhalten in den Nanokompositen zu untersuchen. Dies wurde mit entsprechenden bruchmechanischen Untersuchungen durchgeführt. Unterstützend hierzu wurden die Nanokomposite im uniaxialen Zugversuch charakterisiert, aus welchen sich Rückschlüsse zu den Bruchuntersuchungen ziehen lassen. Aus den experimentellen Untersuchungen lässt sich nicht direkt der Einfluss der Nanopartikel auf das Polyamid 66 bestimmen, da in beiden Nanokompositen die Partikel sowohl als Primärpartikel als auch als Agglomerate vorliegen. Die Größenverteilung der Partikel spielt insofern eine Rolle, als das sehr große Agglomerate als Rissinitierer wirken, was in beiden Nanokompositen beobachtet werden konnte.

Im Falle der **Titandioxid-Nanokomposite** konnte bei den Zugproben beobachtet werden, dass die Agglomerate zu einem frühzeitigen Bruch der Probe führen und

somit eine Versprödung des Materials induzieren. Die Versprödung des Materials kann nicht allein auf die Existenz der Agglomerate zurückgeführt werden, da Siliciumdioxid-Nanokomposite trotz der Agglomerate eine Duktilitätssteigerung aufwiesen. Titandioxid-Nanokomposit-Zugstäbe wiesen eine lokale plastische Zone im Bereich der Probeneinschnürung auf, während Siliciumdioxid-Nanokomposit-Zugstäbe sich über den gesamten parallelen Probenbereich plastisch deformierten. In Analogie zu den Zugversuchen zeigten die CT-Proben eine deutlich geringere Ausbildung der plastischen Zone um die Risspitze als die Siliciumdioxid-Nanokomposite. Die niedrig gefüllten Titandioxid-Nanokomposite besaßen gegenüber dem Referenzmaterial einen deutlich höheren Risswiderstand. Agglomerate hatten negative Auswirkungen bezüglich der Zugfestigkeit und Duktilität, weil die durch sie induzierten Spannungsspitzen schlecht vom Material durch plastische Verformung abgebaut werden können. Geringe Bereiche mit plastischer Verformung bedeuten für das Material innerhalb der plastischen Zone, dass dieses schneller an die Grenzen seiner Verformbarkeit kommt. Von einem Titandioxid-Nanokomposit ohne Agglomerate könnte erwartet werden, dass dieses eine höhere Festigkeit gegenüber dem ungefüllten gleichartigen Polyamid 66 besitzt. Hierzu geben sowohl die höhere Zugfestigkeit und Bruchfestigkeit der Titandioxid-Nanokomposite bei höheren Belastungsraten einen Hinweis, da bei diesen Belastungsraten das Referenzmaterial dehnratenbedingt versprödet. Eine Duktilitätssteigerung war nicht zu erwarten, da aufgrund der Molekülkettenbehinderung der Nanopartikel sich die plastische Verformung auf einen lokalen Bereich beschränken kann. Gibt das Material örtlich plastisch nach, ist der erhöhte Rissinitiierungswiderstand mitunter ein Grund dafür, dass die plastische Deformation lokal bleibt. Titandioxid-Nanokomposite sind deshalb in einer Anwendung dann interessant, wenn es darum geht, die Rissinitiierung im Material zu hemmen.

Siliciumdioxid-Nanokomposite zeigten im Vergleich zu den Titandioxid-Nanokompositen ein gegensätzliches mechanisches Verhalten trotz gleicher Matrix. Gegenüber dem Referenzmaterial wiesen diese eine erhöhte Duktilität und Bruchzähigkeit auf. Ihre Streckgrenze, Zugfestigkeit und ihr Rissinitiierungswiderstand waren niedriger. Die Zugproben wiesen zwar im Bereich der Einschnürung den größten Anteil an plastischer Deformation auf, jedoch zeigte der gesamte parallele Probenbereich eine irreversible Änderung des Materials. In

den Lichttransmissionsversuchen konnte zusätzlich beobachtet werden, dass im Gegensatz zum Referenzmaterial das Siliciumdioxid-Nanokomposit eine deutliche Veränderung seiner Lichttransmission vor dem Erreichen des Kraftplateaus aufwies. Dies kann darin begründet liegen, dass die plastische Deformation des Materials schon bei geringerer Spannung begann als im Referenzmaterial, weshalb dies auch mit dem geringeren Rissinitiierungswiderstand korreliert. Für das Material bedeutet dies, dass Spannungsspitzen an größeren Einschlüssen bzw. Agglomeraten durch plastische Deformation in einem größeren Bereich des Material ausgeglichen werden. Dadurch führen diese nicht unweigerlich zu einem vorzeitigen Probenbruch, wie es im Falle der Titandioxid-Nanokomposite der Fall war. Auch in den CT-Versuchen wurde ein größerer plastischer Bereich um die Risspitze bei den Siliciumdioxid-Nanokompositen beobachtet. Zwar bietet dieses Nanokomposit der Rissinitiierung einen geringeren Widerstand zu Beginn des Wachstum, dieser steigt jedoch mit zunehmenden Risswachstum an, da dieses Material über einen größeres Volumen plastisch deformiert und die Spannungen an der Risspitze somit vermindert. Für eine Anwendung ist dieses Material dann interessant, wenn nicht die Festigkeit im Vordergrund steht, sondern wenn vorhandene Risse in ihrem Fortschritt gehemmt oder gar gestoppt werden sollen.

Agglomerate zeigten sich in den Nanokompositen -wie in der Literatur beschrieben- als Fehlstellen, von welchen aus der Probenbruch initiiert wurde. In Bezug auf die untersuchten Nanokomposite können jedoch nicht allein die Agglomerate für eine Versprödung des Materials ausschlaggebend sein. Die Ergebnisse bei den Titandioxid-Nanokompositen geben einen Hinweis darauf, dass das Material von den Nanopartikeln versprödet wird und die Agglomerate dadurch mit ihrer Kerbwirkung verstärkt werden. Die Molekülketten werden von den Titandioxid-Nanopartikeln in ihrer Beweglichkeit gehemmt und die Visko-Elastizität des Materials herabgesenkt [17]. Diese Eigenschaftsänderungen können der Grund für die relativ geringe plastische Zone in den Zugproben oder CT-Proben sein.

Bei **hohen Belastungsraten** zeigten beide untersuchten Nanokomposite sowohl höhere Zugfestigkeiten als auch höhere Risszähigkeiten gegenüber dem Referenzmaterial. Besonderheit bei den höheren Belastungsraten ist, dass bei den Zugversuchen Siliciumdioxid-Nanokomposite durch ihre höhere Duktilität deutlich höhere Zugfestigkeiten erreichen als das Referenzmaterial oder Titandioxid-Nanokomposite. Bei der Bruchzähigkeit zeigte sich ein gegenteiliges Bild, bei dem

die Titandioxid-Nanokomposite eine höhere Bruchzähigkeit aufwiesen als die Siliciumdioxid-Nanokomposite. Ein möglicher Zusammenhang ist, dass bei den Zugproben kein Initialriss vorhanden ist und die Siliciumdioxid-Nanokomposite ihre höhere Duktilität auf einem größeren Volumen ausspielen können. Die Bruchproben selbst besaßen einen Initialriss, welcher das effektive Volumen um einen Bereich um die Rissspitze reduziert. Aufgrund der dehnratenabhängigen Versprödung des Polyamids 66 konnten die Siliciumdioxid-Nanokomposite ihre Duktilität nicht mehr in dem Maße in eine hohe Risszähigkeit einbringen, wie es bei der quasistatischen Belastungsrate der Fall war. Bei höherer Belastungsrate besitzen die Titandioxid-Nanokomposite mit ihrem höheren Rissinitiierungswiderstand einen Vorteil gegenüber den Siliciumdioxid-Nanokompositen, wenngleich beide wie erwähnt einen höheren Risswiderstand aufweisen als das Referenzmaterial. Im Falle einer Anwendung in einem Crashabsorber wäre zu erwarten, dass beide Nanokomposite die Energiedissipation des Absorbers erhöhen.

Bei geringer Belastungsrate besitzt während des Rissfortschrittes die plastische Deformation den größten Anteil an der Energiedissipation bei der Schaffung neuer Bruchflächen. Maßnahmen, die zur Steigerung der plastischen Zone um die Rissspitze führen, erhöhen das Energiedissipationsvermögen des Materials. Durch die dehnratenbedingte Versprödung des Polyamids 66 nimmt die Größe der plastischen Zone um die Rissspitze mit steigender Dehnrates ab. Ist die Zähigkeit des Polyamids 66 nicht durch Einflussnahme von Nanopartikeln auch im Fall hoher Belastungsrates zu steigern, spielt eine höhere Risszähigkeit eine größere Rolle als die Duktilitätssteigerung. Für die Simulation des Einflusses von Nanopartikeln auf die Risszähigkeit von Polyamid 66 wäre nicht die Betrachtung des Risses selbst die Zielgröße, sondern die Abbildung des mechanischen Verhaltens des Kunststoffes bei plastischer Verformung und steigender Dehnrates. Die Kontinuumsmechanik hat für diese Aufgabenstellung den Nachteil, dass das zu beschreibende Volumen als homogen betrachtet wird. Des Weiteren kann diese das mechanische Verhalten nur nachbilden aber nicht beschreiben. Für ein konkretes Beispiel ist es möglich, das dehnratenabhängige Verhalten mit experimenteller Verifikation nachzubilden. Dennoch kann das Modell nicht den Grund für diese Materialeigenschaft liefern. Im Gegensatz hierzu wäre dies mit der Molekulardynamik möglich, wenn auch diese den Nachteil besitzt, dass für umfangreiche Volumenmodelle eine sehr hohe Rechenleistung erforderlich ist. Der weitere Nachteil liegt in der Tatsache, dass die

Zeitschritte durch die Schwingung der Molekülketten bestimmt werden und sehr klein sind. Dies erhöht die Rechenzeit und die Aussagekraft mit steigender Rechendauer in höhere Zeitskalen hinein.

Ausgehend von den in den Experimenten beobachteten Eigenschaftsänderungen in den Nanokompositen, könnte eine molekulardynamische Simulation die in Bild 2.1 dargestellten Verformungsstadien eines teilkristallinen Thermoplasten abbilden. Aus dieser Struktur muss auch das dehnratenabhängige mechanische Verhalten des Werkstoffes hervorgehen. Wie in den Experimenten beobachtet, kann dieses nicht für die Betrachtung eines Risses vernachlässigt werden. Insbesondere bei hoher Dehnrates könnte ein zuverlässiges Modell die Information liefern, ob bei hoher Belastungsrate eine Duktilitätssteigerung möglich wäre. So zeigen die SiO₂-Nanokomposite bei geringer Dehnrates eine größere Duktilität, jedoch lässt diese mit zunehmender Belastungsrate in den Versuchen nach.

10 Literaturverzeichnis

- [1] Rubahn, Horst-Günter: Basics of Nanotechnology. dritte, überarbeitete und erweiterte Auflage. WILEY-VCH, Weinheim , 2008, ISBN 978-3-527-40800-9
- [2] Paschen, H.; et al.: Nanotechnologie Forschung, Entwicklung, Anwendung. Springer, Berlin Heidelberg, 2004. ISBN 3-540-21068-7
- [3] Wautelet, Michel: Nanotechnologie. Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH, München, 2008, 978-3-486-57960-4
- [4] Schumacher, Axel: Optimierung mechanischer Strukturen - Grundlagen und industrielle Anwendung. Springer, Berlin Heidelberg, 2005, ISBN 3-540-21887-4
- [5] Reif, Konrad: Automobilelektronik - Eine Einführung für Ingenieure. 3. Auflage, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2009, ISBN 978-3-8348-0446-4
- [6] Kramer, Florian: Passive Sicherheit von Kraftfahrzeugen. 3., überarbeitete Auflage. Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2009. ISBN 978-3-8348-0536-2
- [7] Burzer, Jörg: Beitrag zur Einsetzbarkeit von Metallschäumen in der Verkehrstechnik. Dissertation, Herbert Utz Verlag GmbH, München, 2000, ISBN 3-89675-738-5
- [8] Schindler, Volker; Sievers, Immo: Forschung für das Auto von Morgen. Springer, Heidelberg, 2008
- [9] Fremgen, C.; Mkrtychyan, L.; Huber, U.; Maier, M.: Modeling and testing of energy absorbing lightweight materials and structures for automotive applications. Science and Technology of Advanced Materials, 6, 2005, S. 883 - 888
- [10] Mamalis, A.G.: Crashworthy capability of composite material structures. Composite Structures, 37, 1997, S. 109 - 134
- [11] Huisman, Marc R. S.: Experimental and numerical investigations for the prediction of the crashworthiness of layered quasi-isotropic thermoplastic composites. Dissertation, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern, 2001, ISBN 3-934930-16-6
- [12] Domininghaus, Hans: Kunststoffe Eigenschaften und Anwendungen. Springer, Berlin Heidelberg New York, 2008. ISBN 978-3-540-72400-1
- [13] Rösler, Joachim; Harders, Harald; Bäker, Martin: Mechanisches Verhalten der Werkstoffe. 3., durchgesehene und korrigierte Auflage. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2008, ISBN 978-3-8351-0240-8

- [14] CAMPUS®. [Online] <http://www.campusplastics.com>
- [15] Ajayan, Pulickel M.; Schadler, Linda S.; Braun, Paul V.: Nanocomposite Science and Technology. Wiley-VCH, Weinheim, 2003. ISBN 3-527-30359-6
- [16] Karger-Kocsis, Jozsef; Fakirov, Stoyko: Nano- and Micro-Mechanics of Polymer Blends and Composites. Hanser, München, 2009, ISBN 978-3-446-41323-8
- [17] Knör, Nicole Franziska: Einfluss der Verarbeitungstechnologie und Werkstoffzusammensetzung auf die Struktur-Eigenschafts-Beziehungen von thermoplastischen Nanoverbundwerkstoffen. Dissertation, Kaiserslautern, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, 2009, ISBN 978-3-934930-89-6
- [18] Dasari, A.; Fracture Properties and Mechanismus of Polyamide/Clay Nanocomposites. Karger-Kocsis, József; Fakirov, Stoyko: Nano- and Micro-Mechanics of Polymer Blends and Composites. Hanser, München, 2009.
- [19] Wetzel, Bernd: Mechanische Eigenschaften von Nanoverbundwerkstoffen aus Epoxydharz und keramischen Nanopartikeln. Dissertation, Kaiserslautern, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, 2006
- [20] Englert, Markus: Einfluss mechanischer Dispergiervverfahren auf Struktur und Eigenschaften duroplastischer Nanoverbundwerkstoffe. Dissertation, Kaiserslautern, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, 2009
- [21] Lehmann, Björn: Mechanische Eigenschaften von niedrig gefüllten Polyethylen-Nanokompositen. Dissertation, Berlin, 2007
- [22] Jopp, Klaus: Nanotechnologie – Aufbruch ins Reich der Zwerge. Gabler, Wiesbaden, 2006
- [23] Rehahn, Matthias; Wäber, Roy; Wunderlich Winfried. (Hrsg.): Nanotechnologie in Kunststoffen. HA Hessen Agentur GmbH, Hessisches Ministerium für Wirtschaft, Wiesbaden, Verkehr und Landesentwicklung, September 2009, Bd. 15, <http://www.hessen-nanotech.de/>
- [24] Grellmann, Wolfgang: Neue Entwicklungen bei der bruchmechanischen Zähigkeitsbewertung von Kunststoffen und Verbunden. Grellmann, Wolfgang; Seidler, Sabine (Hrsg.): Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen. Springer, Berlin Heidelberg, 1998, S. 3 - 26
- [25] Seidel, Wolfgang: Werkstofftechnik. 7. Auflage, Hanser, München, 2006, ISBN 3-446-40789-8

- [26] Ilchner, Bernhard; Singer, Robert: Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik. 5. Auflage, Springer, Heidelberg Dordrecht London New York, 2010, ISBN 978-3-642-01733-9
- [27] Maier, Martin; Altstadt, Volker; Vinckier, David: Numerical and Experimental Analysis of the Compact Tension Test for a Group of Modified Epoxy Resins. *Polymer Testing*, 13, 1994, S. 55 - 66.
- [28] Gross, Dietmar; Seelig, Thomas: Bruchmechanik, Mit einer Einführung in die Mikromechanik. 4., bearbeitete Auflage, Springer, Berlin Heidelberg New York, 2007. 3-540-37113-3
- [29] Ramsteiner, F.; Schuster, W.; Forster, S.: Bruchmechanische Meßmethoden für Polymere. Grellmann, Wolfgang; Seidler, Sabine (Hrsg.): Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen. Springer, Berlin Heidelberg, 1998, S. 55 - 74
- [30] ISO 13586, Plastics - Determination of fracture toughness - Linear elastic fracture mechanics approach
- [31] ASTM D6068-96, Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastic Materials (Reapproved 2002)
- [32] Grellmann, Wolfgang; Seidler, Sabine: Kunststoffprüfung. Hanser, München, 2005, ISBN 3-446-22086-0
- [33] Schwalbe, Karl-Heinz: ESIS Recommendations for Determining the Fracture Resistance of Ductile Materials ESIS P1-92. GKSS Research Center, Geesthacht, 1992
- [34] Heine, Burkhard: Werkstoffprüfung, Ermittlung von Werkstoffeigenschaften. Hanser, München, 2003. ISBN 3-446-22284-7
- [35] Williams, J.G.; Pavan, A.: Impact and Dynamic Fracture of Polymers and Composites. Mechanical Engineering Publications Limited, London, 1993
- [36] Horsfall, I.; Watson, C.H.; Chilese, C.G.: A Drop Tower Method for High Rate Fracture Toughness Testing of Polymers. *Fracture of Polymers, Composites and Adhesives II*, 32, 2003, S. 221-230.
- [37] Fasce, Laura A.: Evaluation of Impact Fracture Toughness of Polymeric Materials by Means of the J-Integral Approach. *Polymer engineering and science*, 43, No. 5, May 2003, S. 1081 - 1095.
- [38] ASTM 1820-08a, Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness.

- [39] Dehn, Andreas: Experimentelle Untersuchung und numerische Simulation des Crashverhaltens gewebeverstärkter Thermoplaste unter Temperatureinfluss. Kaiserslautern, Dissertation, Kaiserslautern, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, 2001, ISBN 3-934930-18-2
- [40] Böhme, W.: FAT-Richtlinie Dynamische Werkstoffkennwerte für die Crashsimulation. VDA, Frankfurt am Main, 2007
- [41] Langer, B.; Seidler, S.; Grellman, W.: Einfluß der Temperatur und der Feuchtigkeit auf das Zähigkeitsverhalten von Polyamid. Grellmann, Wolfgang; Seidler, Sabine (Hrsg.): Deformation und Bruchverhalten von Kunststoffen. Springer, Berlin Heidelberg, 1998, S. 201-220
- [42] Von Ardenne, Manfred; Musiol, Gerhard; Klemradt, Uwe: Effekte der Physik und ihre Anwendungen. 3., überarbeitete, neu strukturierte und wesentlich erweiterte Auflage, Harri Deutsch, Frankfurt am Main, 2005
- [43] Eger, Ralf; Kiencke, Uwe: Messtechnik. 6. bearbeitete Auflage. Springer, Berlin, 2008, ISBN 3-540-24310-0
- [44] Papula, Lothar: Mathematik für Ingenieure und Naturwissenschaftler. Band 3, Vieweg, Braunschweig/Wiesbaden, 2001, ISBN 3-528-34937-9
- [45] Bosch, Karl: Elementare Einführung in die Wahrscheinlichkeitsrechnung. 9., durchgesehene Auflage, Vieweg, Wiesbaden, 2006. ISBN-10 3-8348-0092-9
- [46] Bronstein, I.N.: Taschenbuch der Mathematik. Harri Deutsch, Dresden, 2000, ISBN 3-8171-2015-X
- [47] Junginger, Michael: Charakterisierung und Modellierung unverstärkter thermoplastischer Kunststoffe zur numerischen Simulation von Crashvorgängen. Dissertation, Fraunhofer-Institut für Kurzzeitdynamik, Freiburg, Ernst-Mach-Institut, 2004, 3-8167-6339-1
- [48] Galeski, A., Regnier, G.: Nano- and Micromechanics of Crystalline Polymers. Jozsef und Fakirov, Stoyko Karger-Kocsis (Hrsg.): Nano- and Micro-Mechanics of Polymer Blends and Composites. Hanser, München, 2009
- [49] Hering, Ekbert; Martin, Rolf; Stohrer, Martin: Physik für Ingenieure. 10., vollständig neu bearbeitete Auflage, Springer, Berlin Heidelberg, 2007, ISBN 978-3-540-71856-7
- [50] Stribeck, N.: Deformation Behavior of Nanocomposites Studied by X-Ray Scattering: Instrumentation and Methodology. Jozsef und Fakirov, Stoyko

- Karger-Kocsis (Hrsg.): Nano- and Micro-Mechanics of Polymer Blends and Composites. Hanser, München, 2009
- [51] Yamaguchi, Masayuki; Nitta, Koh-He: Optical and Acoustical Investigation for Plastic Deformation of Isotactic Polypropylene/Ethylene-1 -Hexene Copolymer Blends. Polymer Engineering and Science, 39, 1999, No. 5, S. 833-840
- [52] Nanetti, Paolo: Lack für Einsteiger; 3. überarbeitete Auflage. Vincent Network, Hannover, 2009, ISBN 978-86630-847-3
- [53] Issler, Lothar; Ruoff, Hans; Häfele, Peter: Festigkeitslehre Grundlagen. Springer, Heidelberg, 2003
- [54] Heyn, Johannes: Bruchmechanik an mit Nanopartikel gefülltem Polyamid 6. Diplomarbeit, Kaiserslautern, Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, 2011
- [55] DVM 002, Ermittlung von Reißinitiiierungswerten und Reißwiderstandskurven bei Anwendung des J-Integrals. Deutscher Verband für Materialprüfung, 1987
- [56] TIGRES Dr. Gerstenberg GmbH, http://www.tigres.de/image/tigres-publication_01_netzung_oberflchenenergie_und_youn.pdf, 9. November 2005
- [57] ISO 17281, Plastics - Determination of fracture toughness at moderately high loading rates
- [58] Wittich, Hans: Bruchmechanische Charakterisierung kontinuierlich faserverstärkter thermoplastischer Verbundwerkstoffe unter besonderer Berücksichtigung ihrer Verarbeitung durch die Wickeltechnik. Dissertation, Technische Universität Hamburg, 1993
- [59] Hale, G.E.; Rammsteiner, F: J-Fracture Toughness of Polymers at Slow Speed. Moore, D.R.; Pavan A.; Williams, J.G. (Hrsg.): Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers Adhesives and Composites. Elsevier, New York, 2007, S. 123-158
- [60] Hagedorn, Leo; Thonfeld, Wolfgang; Rankers, Adrian: Konstruktive Getriebelehre. Sechste Auflage. Springer, London, 2009

Anhang

Tabelle A.1: Oberflächenenergie polymerer Oberflächen [56]

		Oberflächenenergie		Polarität
		[dyn/cm = mN/m]		
		σ_c	σ_s	
Celluloseacetat		39,0		
Polydimethyldisiloxan	PDMS	14,1	22,9	0,050
Polyethylen	LDPE	31,0	33,1	0,030
Polyethylen	HDPE	33,0		
Polyethylenterephthalat	PET	43,0	42,1	0,221
Polyhexamethylen-adipamid = (Nylon 66)		46,0	44,7	0,344
Polymethylmethacrylat	PMMA	39,0	41,2	0,245
Polypropylen	PP	32,0	30,1	
Polystyrol	PS	33,0	42,6	0,099
Polytetrafluorethylen	PTFE	18,0	22,5	0,089
Polyvinylacetat	PVAc	33,0	42,6	0,099
Polyvinylchlorid	PVC	39,0	41,9	0,146
Polyvinylidenchlorid	PVdC	40,0	45,4	0,196

σ_c : ist die nach DIN 53 364 (Reihe A) gemessene kritische Oberflächenenergie

σ_s : ist die mit der Randwinkelmethode bestimmte Oberflächenenergie

Liste betreuter Studien- und Diplomarbeiten

1. Brylski, C.: Einfluss von Titandioxid-Nanopartikeln auf den kurzzeitdynamischen Elastizitätsmodul. Studienarbeit, 2010
2. Silov, A.: Experimentelle Untersuchung des Einflusses von Nanopartikeln auf die Risszähigkeit von Polyamid 66 mittels SENB-Prüfkörpern. Diplomarbeit, 2011
3. Tchewebey, P.: Experimentelle Untersuchung des Einflusses von Nanopartikeln auf die Risszähigkeit von Polyamid 66 mittels CT-Prüfkörpern. Studienarbeit, 2011
4. Mbe Soh, S.: Dehnratenabhängige Zugversuche Nanopartikel gefüllten Polyamids 66. Studienarbeit, 2012

Liste eigener Veröffentlichungen

1. Scheliga D., Maier M.: Numerische Ermittlung des kurzzeit-dynamischen E-Moduls aus Versuchsdaten, IVW-Kolloquium 2010, 16.-17. November 2010, Tagungsband
2. Scheliga D., Maier M.: Influence of Nanoparticles on the Tensile Behaviour of Polyamide 66 at Slow and High Loading Rates, International Crashworthiness Conference, July 18-20, 2012, PAPER No. 2012-097