

Mikromechanische Untersuchungen zur Faser-Matrix-Haftung in
Faser-Kunststoff-Verbunden:
Einfluss von Härtungsdauer, Feuchtigkeit und Prüfparametern

Der Fakultät Maschinenwesen
der Technischen Universität Dresden

zur Erlangung des akademischen Grades
Doktoringenieur (Dr.-Ing.)
vorgelegte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. M.Sc. Guido Sebastian Sommer
geboren am 09.09.1983 in Osnabrück

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. Gert Heinrich
Prof. Dr. rer. nat. habil. Wolfgang Grellmann

Tag der Einreichung: 05.12.2017
Tag der Verteidigung: 20.06.2018

Danksagung

Herrn Professor Gert Heinrich und Frau Professor Edith Mäder danke ich herzlich für die fachliche Betreuung meiner Arbeit, die Unterstützung während ihrer Entstehung und die konstruktive Kritik bei ihrer Korrektur.

Ebenso bedanke ich mich bei Herrn Dr. Uwe Gohs für seine Unterstützung, sein kritisches Hinterfragen und seine Verbesserungsvorschläge für mein Manuskript.

Herrn Professor Wolfgang Grellmann möchte ich für das Interesse an meiner Arbeit und die Bereitschaft zur Übernahme des zweiten Gutachtens danken.

Weiterhin bin ich Herrn Dr. Serge Zhandarov für seine fachliche Hilfe, Erklärungen und sachdienlichen Hinweise sowie die Zeit, die er sich dafür genommen hat, dankbar.

Darüber hinaus gilt mein Dank allen Kollegen aus der Abteilung Verbundwerkstoffe, insbesondere

- Dr. Christina Scheffler, Dr. Theresa Förster, Niclas Wiegand, Matthias Krüger und Enrico Wölfel für ihre Hilfs- und Diskussionsbereitschaft und praktische Hilfestellung,
- Alma Rothe und Steffi Preßler für ihre sehr umfangreichen Arbeiten rund um den Einzelfaserauszug,
- Dr. Jianwen Liu für seine REM-Untersuchungen und Einzelfaserprüfungen,
- meinem ehemaligen Studenten Jan Sander für seine Arbeiten zum Fragmentierungsversuch und
- Janett Hiller für das kollegiale und besonders herzliche Umfeld im Büro und ihre moralische Unterstützung bei der Erstellung dieser Arbeit.

Ferner danke ich Liane Häußler für die umfassende Analytik zur Klebstoffaushärtung, Gudrun Schwarz für ihre Hilfe in diversen Belangen, der IPF-Bibliothek und allen weiteren Kollegen des IPF, die mit ihrer Hilfe (oder durch ihre stete Freundlichkeit oder Herzlichkeit bei Begegnungen auf dem IPF-Gelände) zu meiner Arbeit beigetragen haben.

Bei meinen Doktorandenkollegen aus (fast) allen Erdteilen bedanke ich mich für freundliche, offene und interessierte (Fach- und fachfremde) Gespräche. Mehrere von ihnen sind zu Freunden geworden. Im Speziellen danken möchte ich Fei Xiang, Beatriz Bastera Beroiz, Jaime Alejandro Puentes Parodi, Jan Domurath, Jose Roberto Bautista-Quijano, Dr. Lazaros Tzounis (auch für weitere REM-Untersuchungen) und Muhannad Al Aiti.

Mein besonderer Dank gilt meiner Familie, insbesondere meinen Eltern: für den Rückhalt und die Grundlage, auf der diese Arbeit entstehen konnte.

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht.

Bei der Auswahl und Auswertung des Materials sowie bei der Herstellung des Manuskripts habe ich Unterstützungsleistungen von folgenden Personen erhalten:

Herrn Prof. Dr. rer. nat. habil. Gert Heinrich, Frau Prof. Dr.-Ing. habil. Edith Mäder und Herrn Dr. rer. nat. Uwe Gohs.

Weitere Personen waren an der geistigen Herstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich nicht die Hilfe eines kommerziellen Promotionsberaters in Anspruch genommen. Dritte haben von mir keine geldwerten Leistungen für Arbeiten erhalten, die in Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und ist auch noch nicht veröffentlicht worden.

Die Promotionsordnung der Fakultät Maschinenwesen der TU Dresden erkenne ich an.

Dresden,

Kurzfassung

Zur Untersuchung der Faser-Matrix-Haftung in Faser-Kunststoff-Verbunden werden neben makromechanischen Methoden wie dem Querzug und der Drei-Punkt-Biegung mikromechanische Methoden an Einzelfaser-Modellverbunden eingesetzt. Zu letzteren Methoden zählen bspw. der Tropfenabscherversuch, der Einzelfaserauszugversuch (engl. *single-fibre pull-out test*, SFPO) und der Einzelfaserfragmentierungsversuch (engl. *single fibre fragmentation test*, SFFT). Bei ihrem Einsatz ist zu beachten, dass sich unterschiedliche Einflussgrößen auf ihre Ergebnisse auswirken können.

In der vorliegenden Arbeit wird eine ausführliche Literaturübersicht mit einem detaillierten Überblick zu einer größeren Anzahl verschiedener Einflussgrößen durchgeführt. Daraus werden die Einflussgrößen Härtungsdauer, Feuchtigkeit, freie Faserlänge und Abzugsgeschwindigkeit als Untersuchungsgegenstände dieser Arbeit erarbeitet. Wesentliche aus dieser Arbeit resultierende Ergebnisse und Schlussfolgerungen sind nachstehend zusammengefasst.

Härtungsdauer: Bei SFFT-Untersuchungen an Keramikfaser/Epoxidharz-Prüfkörpern wird ein degressiver Anstieg der Faser-Matrix-Haftung über der Härtungsdauer beobachtet. Die Ergebnisse geben Hinweise darauf, dass sich die Härtungsdauer beim SFFT und SFPO prinzipbedingt unterschiedlich auswirkt (aufgrund destruktiver bzw. konstruktiver Überlagerungen von Eigenspannungen und Prüfkraft-induzierten Spannungen).

Feuchtigkeit: SFPO-Untersuchungen an Kohlenstofffaser/Epoxidharz-Prüfkörpern nach einmonatiger Konditionierung in feuchtem (50 %rF, 23 °C) bzw. trockenem Klima (0 %rF, 23 °C) belegen eine feuchtebedingt verringerte Haftung. Daraus wird geschlussfolgert, dass eine schwankende Luftfeuchtigkeit auch in diesem eingegrenzten klimatischen Spektrum (bspw. in teilklimatisierten Laboren) als wichtiger potentieller Störfaktor zu beachten ist.

Prüfparameter: Auf Basis des Hooke'schen Gesetzes kann für den SFPO gezeigt werden, dass die freie Faserlänge die Maximalkraft beeinflusst und die Einflüsse der freien Faserlänge und der Abzugsgeschwindigkeit auf die Maximalkraft in Zusammenhang stehen. Beides wird anhand von SFPO-Untersuchungen an Glasfaser/Epoxidharz-Prüfkörpern bestätigt. Ferner wird aus den Untersuchungen geschlussfolgert, dass eine Geschwindigkeitserhöhung von 0,01 $\mu\text{m/s}$ auf 0,1 $\mu\text{m/s}$ zur Reduzierung der Versuchsdauer – im vorliegenden Fall von 30 - 45 min auf 6 - 8 min – vertretbar ist.

Darüber hinaus werden anhand von Fehlerverstärkungsfaktoren differenzierte Aussagen zum Einfluss fehlerhaft bestimmter Eingangsdaten auf die Berechnung der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit generiert.

Abstract

For investigating fibre-matrix adhesion in fibre-polymer composites, macromechanical methods such as transverse tensile and three-point bending tests can be applied as well as micromechanical methods for which single-fibre model composites are used. The latter category of methods includes microbond, single-fibre pull-out (SFPO) and single-fibre fragmentation tests (SFFT). When applying these methods, it needs to be considered that their results can be affected by different influencing factors.

In the present thesis, an extensive literature survey with a detailed overview of a larger number of influencing factors is conducted. Based on this overview, the factors curing time, moisture, free fibre length and test speed are acquired as objects of investigation of this thesis. Main results and conclusions of this work are summarised below.

Curing time: Results from SFFT investigations on ceramic fibre/epoxy-specimens exhibit a degressive increase of fibre-matrix adhesion with curing time. This indicates that curing time affects SFFT and SFPO results differently due to different underlying principles (based on destructive and, respectively, constructive superposition of internal stresses and load-induced stresses).

Moisture: SFPO specimens (carbon fibre/epoxy) are conditioned in humid (50 %rH, 23 °C) and dry climate (0 %rH, 23 °C) for one month prior to testing. The results show lower adhesion due to moisture. It is concluded that uncontrolled humidity, even in this limited climatic spectrum, needs to be considered as an important potential factor of influence (e.g. in partially climatized laboratories).

Test parameters: Based on Hooke's law, it is demonstrated for the SFPO that a) the free fibre length affects the maximum force and b) the effects of the free fibre length and the test speed on the maximum force are interrelated. Both is confirmed with results from SFPO investigations on glass fibre/epoxy-specimens. Furthermore, it is deduced from the above investigations that an increase in test speed from 0.01 $\mu\text{m/s}$ to 0.1 $\mu\text{m/s}$ is legitimate for reducing test duration – in the present case from 30 - 45 min to 6 - 8 min.

In addition, the effect of erroneously determined input data on the calculation of the local interfacial shear strength is studied using conditions numbers (a measure for the propagation of error). With this, differentiated statements are generated.

Inhaltsverzeichnis

<u>Kurzfassung und Abstract</u>		<u>VII</u>
<u>1</u>	<u>Einleitung</u>	<u>1</u>
1.1	Motivation	1
1.2	Zielsetzung	2
<u>2</u>	<u>Grundlagen und wissenschaftlicher Kenntnisstand</u>	<u>5</u>
2.1	Grenzfläche und Grenzschicht	5
2.2	Wechselwirkungen zwischen Faser und Matrix	7
2.3	Adhäsion und Haftung	8
2.4	Mikromechanische Methoden	9
2.4.1	Überblick	9
2.4.1.1	Einzelfaserauszugversuch	11
2.4.1.2	Tropfenabscherversuch	15
2.4.1.3	Einzelfaserfragmentierungsversuch	17
2.4.1.4	Einzelfasereindrückversuch	19
2.4.2	Reproduzierbarkeit/Vergleichbarkeit der Ergebnisse mikromechanischer Methoden	20
2.4.3	Vorteile/Nachteile mikromechanischer Methoden	24
2.4.4	Methodenauswahl	26
2.5	Einflussgrößen auf Ergebnisse mikromechanischer Methoden	27
2.5.1	Härtungsdauer	31
2.5.2	Feuchtigkeit	36
2.5.3	Freie Faserlänge	39
2.5.4	Abzugsgeschwindigkeit	40
2.6	Störung von Eingangsdaten	44
2.7	Schlussfolgerung aus dem wissenschaftlichen Kenntnisstand für die experimentellen Untersuchungen	46
<u>3</u>	<u>Einfluss der Härtungsdauer</u>	<u>49</u>
3.1	Materialien	49
3.2	Experimentelles	50
3.2.1	Charakterisierung der PZT-Fasern	51
3.2.2	Einzelfaserfragmentierungsversuche	51
3.2.3	Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen der Grenzfläche	53
3.3	Ergebnisse	53
3.3.1	Charakterisierung der PZT-Fasern	53
3.3.2	Einzelfaserfragmentierungsversuche	54
3.3.3	Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen der Grenzfläche	66
3.4	Zusammenfassung und Schlussfolgerung	71

<u>4</u>	<u>Einfluss von Feuchtigkeit</u>	74
4.1	Materialien	74
4.2	Experimentelles	74
4.2.1	Herstellung der Einzelfaser-Modellverbunde	74
4.2.2	Lagerung der Einzelfaser-Modellverbunde	75
4.2.3	Versuchsaufbau und Versuchsdurchführung	75
4.3	Ergebnisse	77
4.4	Zusammenfassung und Schlussfolgerung	81
<u>5</u>	<u>Einfluss von freier Faserlänge und Abzugsgeschwindigkeit</u>	83
5.1	Materialien	83
5.2	Experimentelles	83
5.2.1	Herstellung der Einzelfaser-Modellverbunde	83
5.2.2	Versuchsaufbau und Versuchsdurchführung	84
5.3	Ergebnisse	87
5.3.1	Einfluss der freien Faserlänge	87
5.3.2	Einfluss der Abzugsgeschwindigkeit	95
5.3.3	Zusammenhang zwischen den Einflüssen von freier Faserlänge und Abzugsgeschwindigkeit	100
5.4	Zusammenfassung und Schlussfolgerung	103
<u>6</u>	<u>Störung von Eingangsdaten</u>	105
6.1	Materialien und Experimentelles	106
6.2	Ergebnisse	106
6.2.1	An Einzelfaser-Modellverbunden individuell ermittelte Eingangsdaten	106
6.2.2	Materialspezifische Eingangsdaten von Faser und Matrix	112
6.3	Zusammenfassung und Schlussfolgerung	114
<u>7</u>	<u>Zusammenfassung, Schlussfolgerung, Ausblick</u>	116
7.1	Zusammenfassung und Schlussfolgerung	116
7.2	Ausblick	118
<u>8</u>	<u>Abkürzungen und Formelzeichen</u>	120
8.1	Abkürzungen	120
8.2	Formelzeichen	120
<u>9</u>	<u>Literatur</u>	123

1 Einleitung

1.1 Motivation

In dem Bestreben, Energie zu sparen, steigen unter anderem im Bereich Transport (Luftfahrt [1, 2], Automobil- und Nutzfahrzeugbau [3-5]) die Bemühungen, zwecks Gewichtsreduktion vermehrt Faser-Kunststoff-Verbunde (FKV) einzusetzen (insbesondere mit Glas- und Kohlenstofffasern). Grund dafür ist das hohe Leichtbaupotential der Materialklasse der FKV, das auf den hohen erreichbaren spezifischen Steifigkeiten und Festigkeiten beruht. Diese spezifischen mechanischen Eigenschaften können weder durch die Fasern noch durch die Kunststoffe allein realisiert werden (abgesehen von unidirektionalem Zug in Faserrichtung). Erst ihre Kombination im Verbund ermöglicht dies.

Die mechanischen Eigenschaften dieser Verbunde werden in bedeutendem Maße von der Haftung zwischen den Komponenten Faser und Matrix beeinflusst. Von der Faser-Matrix-Haftung (FMH) hängt ab, welche Spannungen zwischen der Matrix und den Fasern übertragen werden. Für die Herstellung leistungsfähiger FKV ist es erforderlich, ein möglichst gutes Zusammenwirken von Faser, Grenzschicht und Matrix zu erzielen. Um verschiedene Faser/Matrix-Kombinationen hinsichtlich dieses Zusammenwirkens bewerten und vergleichen zu können, ist eine Quantifizierung der FMH unter reproduzierbaren Bedingungen erforderlich.

Zur Charakterisierung der FMH sind unterschiedliche mechanische Methoden verfügbar, sowohl auf makroskopischer als auch auf mikroskopischer Ebene. Die makroskopischen Methoden, bspw. die Drei-Punkt-Biegung und der Querkzug, prüfen FMH-sensitive Verbundeigenschaften [6]. Da es sich um Prüfungen an makroskopischen Verbundprüfkörpern handelt, können sich verschiedene Störgrößen (Schwankungen in der Faserorientierung, Faser/Faser-Kontakt) auf die Ergebnisse auswirken. Demgegenüber wird in mikromechanischen Methoden wie bspw. dem Tropfenabscherversuch, dem Einzelfaserauszugversuch (engl. *single-fibre pull-out test*, SFPO) und dem Einzelfaserfragmentierungsversuch (engl. *single-fibre fragmentation test*, SFFT) mit Einzelfaser-Modellverbunden (EMV) gearbeitet. Sie werden als direkte Methoden zur Charakterisierung der FMH bezeichnet und erlauben darüber hinaus Aussagen über das Versagensverhalten in der Grenzschicht [6]. Mit mikromechanischen Methoden können die o.g. Störgrößen vermieden und Untersuchungen der FMH mit minimalem Materialeinsatz durchgeführt werden.

Beim Einsatz dieser Methoden ist zu beachten, dass sich unterschiedliche Einflüsse auf die Ergebnisse auswirken können. Zum einen hängt die Ausprägung der

Grenzfläche/Grenzschicht in EMV (und dadurch die FMH) von verschiedenen Einflussgrößen ab: Zu diesen Einflussgrößen zählen neben der Wahl der Rohstoffe (Faser und Matrix einschließlich etwaiger Modifizierungen der Faseroberfläche und Matrix) die Verarbeitungsbedingungen sowie thermische und etwaige chemische Umgebungseinflüsse, die auf EMV in ihrer Einsatzumgebung wirken. Zum anderen gibt es Einflussgrößen, die sich nicht auf die Ausprägung der Grenzfläche/Grenzschicht, jedoch auf i) die gemessene mechanische Reaktion (bspw. die gemessene Kraft) und/oder ii) das berechnete Endergebnis auswirken (anhand dessen die Haftung letztlich bewertet und eingeordnet wird). Zu ihnen gehören Prüfparameter wie bspw. die Prüfungsgeschwindigkeit, unterschiedliche Vorgehensweisen in der Datenauswertung und die Ermittlung berechnungsrelevanter Materialkennwerte.

Folglich ist es bei der Anwendung mikromechanischer Methoden erforderlich, potentielle Einflussgrößen zu kennen und etwaige Auswirkungen auf die Ergebnisse einschätzen zu können.

1.2 Zielsetzung

Ziel der Arbeit ist die Untersuchung der Einflüsse der Größen i) Härtungsdauer, ii) Feuchtigkeit, iii) freie Faserlänge und iv) Abzugsgeschwindigkeit auf die Ergebnisse mikromechanischer Methoden. Die Auswahl dieser Einflussgrößen wird anhand konsekutiver Literaturrecherchen im wissenschaftlichen Kenntnisstand dieser Arbeit erarbeitet. Die Gründe für diese Auswahl werden in den folgenden vier Absätzen erläutert.

Die Härtungsdauer ist insbesondere aufgrund ihrer Praxisrelevanz bei Raumtemperaturhärtung Untersuchungsgegenstand dieser Arbeit: Die Raumtemperaturhärtung läuft nach der Verbundbildung weiter, sofern sich ein Verbund mit duroplastischer Matrix in einer Umgebung mit Raumtemperatur befindet und der Vernetzungsprozess noch nicht abgeschlossen ist. Sie ist somit grundsätzlich bei allen EMV mit duroplastischer Matrix relevant, die zwischen Herstellung und Prüfung bei Raumtemperatur aufbewahrt werden. Zum Härtungsdauereinfluss sind ausschließlich SFPO-Ergebnisse publiziert. Bei diesen Ergebnissen sind zwei prinzipiell unterschiedliche Verhaltensweisen der scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeit mit zunehmender Härtungsdauer beobachtbar: einerseits ein degressiver Anstieg, andererseits ein Anstieg bis zu einem Maximum mit anschließendem Abfall und abschließendem Plateau. Das Abfallen wird mit herstellungsbedingten Eigenspannungen erklärt. Nutzbare SFFT-Ergebnisse zur Härtungsdauer werden in der Literaturrecherche nicht gefunden. Daher besteht das Interesse, die verfügbaren SFPO-Ergebnisse um Ergebnisse einer weiteren Methode – dem SFFT – zu ergänzen und dabei zu untersuchen, inwiefern die zwei geschilderten unterschiedlichen Verhaltensweisen auch beim

SFFT beobachtbar sind. Beim SFFT wird ebenfalls ein degressiver Anstieg erwartet; aufgrund seines mechanischen Prinzips jedoch kein eigenspannungsbedingter Abfall.

Ein Großteil der Literatur zum Einfluss von Feuchtigkeit auf die Ergebnisse mikromechanischer Methoden wendet für die Feuchtigkeitsexposition intensive Bedingungen an: relative Feuchtigkeiten von 100 %rF oder Wasserbäder, häufig in Kombination mit erhöhten Temperaturen. Zu moderaten klimatischen Bedingungen wie 50 %rF bei 23 °C (Kunststoffklima) oder 0 %rF bei 23 °C, die häufig bei mechanischen Prüfungen Anwendung finden, ist diesbezüglich wenig publiziert. Zu SFPO-Tests oder Tropfenabscherversuchen unter moderaten klimatischen Bedingungen und Ergebnissen zu lokalen Grenzflächenscherfestigkeiten und Reibung werden in der Literaturrecherche keine Angaben gefunden. Daher besteht Interesse, mit SFPO-Tests zu untersuchen, in welcher Weise sich solche klimatischen Bedingungen auf lokale Grenzflächenscherfestigkeiten und die Reibung auswirken können.

Beim SFPO werden zur Minimierung der Nachgiebigkeit des Gesamtsystems aus Prüfreinrichtung und EMV möglichst kurze freie Faserlängen eingestellt. Aufgrund unterschiedlicher verfügbarer Krafteinleitungsprinzipien in die Faser und damit einhergehend unterschiedlicher freier Faserlängen besteht die Frage, wie sich eine Variation der freien Faserlänge auf die Messergebnisse auswirken kann. Es ist bekannt, dass die freie Faserlänge die Steigungen in den Kraft-Verschiebungs-Kurven und den reibbehafteten Auszug (die Restreibkräfte) beeinflusst. Im Bezug auf die Maximalkraft und Kraft bei Rissinitiierung (Debondingkraft) sprechen die im wissenschaftlichen Kenntnisstand diskutierten Arbeiten eher gegen einen Einfluss. Zu dieser Frage ist jedoch wenig publiziert. Da durch eine Variation der freien Faserlänge die Nachgiebigkeit des Gesamtsystems und damit die Dynamik des Versuchs verändert wird, ist ein Einfluss auf die Maximalkraft und die Debondingkraft prinzipiell jedoch zu erwarten. Daher werden in dieser Arbeit SFPO-Untersuchungen mit variiertem freier Faserlänge durchgeführt.

SFPO-Tests werden üblicherweise bei sehr niedrigen (quasi-statischen) Abzugsgeschwindigkeiten von bspw. $10^{-2} \mu\text{m/s}$ durchgeführt. Durch eine Erhöhung der Geschwindigkeit kann die Versuchsdauer verkürzt werden. Daher besteht die praxisrelevante Frage, in welcher Weise sich die Abzugsgeschwindigkeit auf die Ergebnisse auswirkt und inwiefern der SFPO effizienter betreibbar ist. In der Literatur gibt es dazu unterschiedliche Hinweise: Zum Teil wird von einem Anstieg der Maximalkräfte mit steigenden Abzugsgeschwindigkeiten berichtet, zum Teil von einem Abfall, zum Teil auch von beidem (abhängig von der Höhe der Geschwindigkeit). Zu Debondingkräften und daraus berechneten lokalen Grenzflächenscherfestigkeiten werden in der Literatur keine Angaben gemacht. Daher werden in dieser Arbeit Tests mit variiertem Abzugsgeschwindigkeit durchgeführt, um das

Verhalten der scheinbaren und lokalen Grenzflächenscherfestigkeiten über der Abzugsgeschwindigkeit in einer besonders steifen Prüfeinrichtung zu untersuchen.

Darüber hinaus wird untersucht, wie sich Störungen von Eingangsdaten (u.a. fehlerhaft ermittelte Zug-E-Moduln oder Faserdurchmesser) bei der Berechnung der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit auf das Endergebnis auswirken können.

In Tab. 1.1 sind in einer Übersicht die ausgewählten Einflussgrößen, Methoden, Materialien und Versuchsbedingungen sowie Literaturhinweise einschließlich Verweisen auf entsprechende Abschnitte der Arbeit zusammengestellt.

Tab. 1.1: Übersicht zu den ausgewählten Einflussgrößen, Untersuchungsmethoden, Faser/Matrix-Kombinationen, Versuchsbedingungen und Literaturhinweisen

Ausgewählte Einflussgrößen auf mikromechanische Methoden	Zur Untersuchung der Einflussgröße ausgewählte Methode	Untersuchte Faser/Matrix-Kombinationen und Versuchsbedingungen	Literatur zum wissenschaftlichen Kenntnisstand/ Verweis auf Abschnitt der Arbeit
Härtungsdauer	SFFT	PZT ⁽²⁾ -Faser in Epoxidharzmatrix Härtung bei Raumtemp. (z.T. inkl. Nachhärtung bei erhöhten Temp.) Härtungsdauer bei Raumtemperatur: 2 - 44 Tage	[7, 8], s. auch Abschnitt 2.5.1
Feuchtigkeit	SFPO	Kohlenstofffaser in Epoxidharzmatrix Konditionierung bei a) 23 °C und 50 %rF b) 23 °C und 0 %rF	[9-11], s. auch Abschnitt 2.5.2
Freie Faserlänge ⁽¹⁾	SFPO	E-Glasfaser in Epoxidharzmatrix Freie Faserlängen: ca. 50 µm, 2 mm, 6 mm	[12, 13], s. auch Abschnitt 2.5.3
Abzugs- geschwindigkeit ⁽¹⁾	SFPO	E-Glasfaser in Epoxidharzmatrix Abzugsgeschwindigkeiten: 0,01 µm/s, 0,1 µm/s, 1 µm/s	[14, 15], s. auch Abschnitt 2.5.4

⁽¹⁾ Größe spezifisch für den SFPO und den Tropfenabscherversuch

⁽²⁾ Blei-Zirkonat-Titanat; mit *plumbum* lat. für Blei

2 Grundlagen und wissenschaftlicher Kenntnisstand

2.1 Grenzfläche und Grenzschicht

Bei der Herstellung von FKV kommt es zur Kontaktbildung zwischen den Konstituenten Faser und Matrix. Dabei werden dort, wo sie aneinander grenzen, Grenzflächen (engl. *interface*) ausgebildet. Die Grenzflächen verbinden Fasern und Matrix und übertragen Spannungen zwischen ihnen (für die Wechselwirkungen zwischen Fasern und Matrix siehe Abschnitt 2.2). Der Begriff der Fläche impliziert dabei – abgesehen von ihrer Krümmung – eine zweidimensionale Betrachtungsweise [16, 17].

Neben der genannten zweidimensionalen Betrachtung des Kontaktbereichs zwischen Faser und Matrix wurde eine dreidimensionale Betrachtung als Grenzschicht (engl. *interphase*) eingeführt [18, 19] und hat sich etabliert [16, 20-22]. Der Begriff der Grenzschicht beschreibt eine dreidimensionale Zone zwischen Faser und Matrix, deren Eigenschaften sich von den Faser- und Matriceigenschaften unterscheiden. Entsprechend dem Konzept von Drzal [19] reicht die Grenzschicht von einem Punkt innerhalb der Faser, an dem sich die lokalen Eigenschaften erstmals von denen der Bulk-Faser unterscheiden, durch die Grenzfläche hindurch bis zu einem Punkt in der Matrix, an dem die lokalen Eigenschaften erstmals denen der Bulk-Matrix entsprechen. In [17] wird dieses Konzept anhand von Isolinien im Faser- und Matrixmaterial veranschaulicht, siehe Abb. 2.1. Mit dieser dreidimensionalen Betrachtungsweise geht einher, dass in der Grenzschicht ein kontinuierlicher oder gradueller Übergang chemischer, physikalischer und mechanischer Materialeigenschaften zwischen denen der Faser und denen der Matrix vorliegt (im Gegensatz zu abrupten Eigenschaftsänderungen im zweidimensionalen Falle) [16, 17].

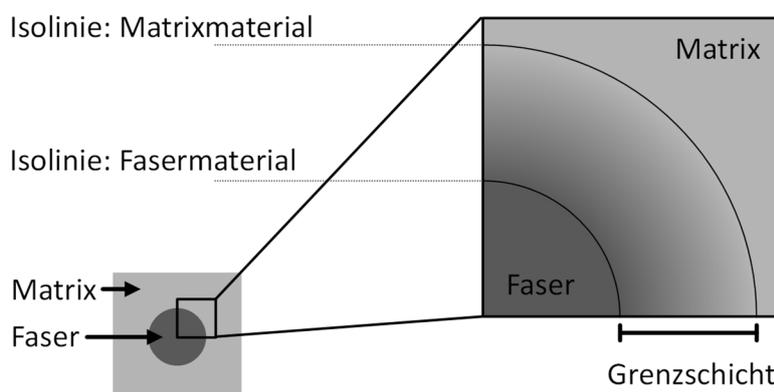


Abb. 2.1: Modellhafte Querschnittsdarstellung eines Faser-Matrix-Verbundes zur Visualisierung der Grenzschicht [17]

Die Ausbildung von Grenzschichten (Struktur, Ausdehnung) hängt wesentlich von den chemischen und physikalischen Eigenschaften der Konstituenten sowie von den

Verarbeitungsbedingungen bei der Verbundbildung ab. Sie kann für verschiedene Faser-Matrix-Systeme sehr unterschiedlich sein [16, 21]. Bei der Ausbildung von Grenzschichten werden für duroplastische, thermoplastische und elastomere Matrices unterschiedliche Mechanismen diskutiert.

Duroplastische Matrices werden während der Herstellung von Faser-Duroplast-Verbunden aus niedermolekularen Monomeren gebildet. Durch etwaige Unterschiede in der Affinität der verschiedenen Bestandteile der Reaktionsmischung zu der Faseroberfläche kann es zu einer selektiven Anreicherung einzelner Komponenten an der Faseroberfläche und folglich zu einem Konzentrationsgradienten kommen. Dies wiederum kann abweichende Vernetzungsdichten und somit veränderte Materialeigenschaften zur Folge haben. Zudem können sich auch Diffusions- und Reaktionsgeschwindigkeiten auf die Entwicklung oben genannter Konzentrationsgradienten und deren Konsequenzen auswirken [23, 24].

Bei der Verbundbildung mit thermoplastischen Matrices hingegen liegen letztere in der Regel bereits in Form polymerisierter Kettenmoleküle vor. In der Nähe einer undurchdringbaren Oberfläche können Kettenmoleküle oder -segmente hinsichtlich ihrer Konformationsmöglichkeiten eingeschränkt sein. Damit verbunden ist eine Absenkung der Entropie. Eine solche Entropieabsenkung in Oberflächennähe ist für größere Moleküle größer als für kleinere. Daraus kann bei einem Thermoplast mit Kettenmolekülen unterschiedlicher Molekulargewichte eine Entmischung von Molekulargewichten resultieren, wobei sich kürzere Kettenmoleküle bevorzugt an der Oberfläche anreichern. Dies kann zu lokalen Abweichungen in den Materialeigenschaften führen [21, 23, 25]. Bei teilkristallinen Thermoplasten kann sich zudem die Entstehung transkristalliner Strukturen auf die Ausbildung und Eigenschaften der Grenzschichten auswirken [26, 27].

In FKV mit elastomeren Matrices [28] und in partikelgefüllten Elastomeren [29-31] kann es in der Nähe von Füllstoffoberflächen aufgrund von Füllstoff-Polymer-Wechselwirkungen zu reduzierten Kettenbeweglichkeiten und daraus resultierend zur Bildung von Grenzschichten (engl. *bound rubber*) kommen, die im Vergleich zur Bulk-Matrix steifere, teils (pseudo-)glasartige (engl. *(pseudo-)glassy* [28]) Eigenschaften aufweisen können.

Darüber hinaus können die Eigenschaften von Grenzschichten durch Verunreinigungen, Mikrorisse und Poren beeinflusst werden, die dazu neigen, sich im Grenzbereich anzureichern [20]. Die Ausdehnung von Grenzschichten bewegt sich laut [19, 32] im Bereich von Nanometern bis Mikrometern. [17] bietet dazu eine aus der Literatur zusammengestellte Übersicht an verschiedenen experimentell und theoretisch ermittelten Werten für unterschiedliche Faser/Matrix-Kombinationen.

2.2 Wechselwirkungen zwischen Faser und Matrix

Zur Erklärung des Zusammenhalts zwischen Faser und Matrix existieren verschiedene Adhäsionstheorien, die häufig in die Adhäsionsarten mechanische und spezifische Adhäsion unterteilt werden (letzterer werden verschiedene Erklärungsansätze wie die Polarisierungstheorie, die Theorie der Bildung chemischer Bindungen und weitere zugeordnet, für deren Erläuterung auf [16, 33-36] verwiesen wird).

Die zwischen den Konstituenten Faser und Matrix wirkenden Bindungskräfte beruhen auf verschiedenen Arten von Wechselwirkungen. Die bei FKV vornehmlich diskutierten Wechselwirkungen werden häufig in folgende Kategorien unterteilt [20, 37-39]:

- Mechanische Adhäsion (Verhakung)
- Physikalische Wechselwirkungen
- Chemische Bindungen

Mechanische Adhäsion wird durch Rauheiten (Poren, Aushöhlungen) oder Unebenheiten an der Faseroberfläche begünstigt, in die die Matrix bei der Verbundbildung eindringen kann. Aus dem Eindringen resultiert eine (je nach Oberflächenbeschaffenheit mehr oder weniger stark ausgeprägte) formschlüssige Verbindung, die auch als mechanische Verhakung, Verflechtung oder Verzahnung bezeichnet wird. Bei den physikalischen und chemischen Wechselwirkungen handelt es sich um intermolekulare bzw. interatomare Wechselwirkungen/Bindungen, die vielfach auch als sekundäre und primäre Bindungen unterschieden werden. Den sekundären Bindungen werden üblicherweise drei verschiedene Arten von Dipol-Wechselwirkungen zugeordnet [34, 40]: Keesom-Kräfte (permanenter Dipol-permanenter Dipol), Debye-Kräfte (permanenter Dipol-induzierter Dipol) und London-Kräfte (induzierter Dipol-induzierter Dipol). Letztere werden auch Dispersionskräfte genannt, da sie auf temporären Schwankungen in der Verteilung von Elektronen und daraus resultierenden temporären Dipolmomenten beruhen. Die sekundären Bindungen spielen auch eine bedeutende Rolle bei der Benetzung, von deren Ausmaß wiederum die insgesamt ausgebildete Kontaktfläche der Konstituenten abhängt. Als primäre Bindungen werden generell kovalente, ionische und metallische Bindungen bezeichnet. Im Falle der FKV-Grenzflächen sind damit vor allem kovalente Bindungen gemeint [16, 20, 33-35, 37-39].

Neben den bisher genannten Wechselwirkungsformen werden vielfach die Säure-Base-Wechselwirkungen angeführt. Nach dem Lewis-Konzept beruhen diese Wechselwirkungen auf der Anziehung elektronenarmer Lewis-Säuren und elektronenreicher Lewis-Basen (Elektronen-Akzeptoren bzw. -Donatoren). Säure-Base-Wechselwirkungen werden weder den primären noch den sekundären Bindungen zugeordnet, sondern als separate Wechselwirkungsform behandelt und liegen bindungsenergetisch dazwischen [34, 35].

Stellenweise werden sie als physikalische Wechselwirkungen bezeichnet [33, 39, 41], bisweilen auch als chemische Bindungen [42].

2.3 Adhäsion und Haftung

Beim Thema Haftung sind nach Mittal [43, 44] drei verschiedene Begriffe zu unterscheiden (auf deren deutsche Übersetzung am Ende dieses Abschnittes eingegangen wird):

- i) *basic/fundamental adhesion*
- ii) *thermodynamic adhesion*
- iii) *practical adhesion, adhesion strength*

In [44] definiert Mittal die *fundamental adhesion* als Summe aller intermolekularen Grenzflächenwechselwirkungen zwischen den in Kontakt befindlichen Materialien (intermolekulare Wechselwirkungen sind üblicherweise sekundäre Bindungen, vgl. Abschnitt 2.2 und [34]). In [43] hingegen setzt er *fundamental adhesion* sowohl mit sekundären als auch primären Bindungen in Zusammenhang.

Die *thermodynamic adhesion* wird in [43, 44] als reversible thermodynamische Adhäsionsarbeit W_A definiert, die der Erzeugung einer Flächeneinheit an Grenzfläche zwischen zwei Phasen 1 und 2 entspricht: $W_A = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12}$. Dabei sind γ_1 und γ_2 die spezifischen freien Oberflächenenergien der Kontaktpartner und γ_{12} die spezifische freie Grenzflächenenergie.

Die *practical adhesion* (oder *adhesion strength*) ist nach [43, 44] diejenige Kraft oder Arbeit pro Fläche, die für den irreversiblen Bruch eines Haftverbundes aufzubringen bzw. zu verrichten ist. Sie wird mit zerstörenden Prüfmethode charakterisiert, und zwar anhand der zu Kraft und Arbeit korrespondierenden Größen Adhäsionsfestigkeit bzw. Brucharbeit. In den letztgenannten Quellen wird zwischen *practical adhesion* und *fundamental adhesion* folgender Zusammenhang hergestellt:

$$\textit{practical adhesion} = f(\textit{fundamental adhesion}, \text{andere Faktoren}). \quad (2.1)$$

Somit hängt die *practical adhesion* zwar von der *fundamental adhesion* ab, darüber hinaus wirken sich jedoch verschiedene weitere Einflussfaktoren in erheblichem Maße auf die *practical adhesion* aus: Dazu gehören die Bedingungen bei der Verbundbildung, thermische Spannungen [20, 45], plastische Verformungen, mechanische Eigenschaften und Geometrien der Haftpartner und die Art der Beanspruchung (vgl. auch [46]).

Mäder [20] und Dutschk [45] verwenden für die *fundamental adhesion* den Begriff der Adhäsion und für die *practical adhesion* und *adhesion strength* die Begriffe Haftung bzw. Adhäsionsfestigkeit. Die Haftung ist nach Mäder und Dutschk als Ergebnis der Adhäsion

aufzufassen. Die thermodynamische Adhäsionsarbeit beschreiben sie als mögliche Größe zur Charakterisierung der Adhäsion. Voraussetzung dafür ist die von ihnen gegebene Definition der Adhäsion (intermolekulare Wechselwirkungen), die in Einklang mit [44] (Mittal) ist. Die von Mittal in [43] zudem genannten primären Bindungen stünden nach Ansicht des Autors dieser Arbeit der Reversibilität der thermodynamischen Adhäsionsarbeit bei der Kontaktbildung und -trennung entgegen. Die hier allgemein für alle Arten von Haftverbunden diskutierten Begriffe lassen sich auf den konkreten Fall der Faser-Matrix-Verbunde anwenden. Der in dieser Arbeit verwendete Begriff der Faser-Matrix-Haftung (FMH) bezieht sich folglich auf die erläuterte *practical adhesion* zwischen den Konstituenten Faser und Matrix.

2.4 Mikromechanische Methoden

Zur Untersuchung der FMH sind verschiedene Methoden verfügbar. In diesem Abschnitt wird zu Beginn ein kurzer Überblick über diese Methoden gegeben und genauer auf eine Auswahl an mikromechanischen Methoden eingegangen. Für diese Auswahl an Methoden werden danach die Reproduzierbarkeit und die Vergleichbarkeit ihrer Ergebnisse diskutiert. Im Anschluss erfolgt eine Gegenüberstellung mit Vor- und Nachteilen, verbunden mit der Auswahl der Methoden für die vorliegende Arbeit.

2.4.1 Überblick

Die verschiedenen Methoden zur Charakterisierung der FMH sind in zwei Gruppen aufteilbar: zum einen makromechanische Methoden mit Untersuchungen an makroskopischen FKV, zum anderen mikromechanische Methoden mit Untersuchungen der Haftung zwischen einer Matrix und einem *einzelnen* Filament (auch Einzelfaser-Methoden genannt), meist an Einzelfaser-Modellverbunden (EMV) [6, 16, 47-53].

Drzal [6, 48] differenziert weiter, und zwar in folgende drei Gruppen:

- i) Verbundschicht-Methoden (engl. *composite lamina methods*),
- ii) indirekte Methoden und
- iii) direkte Methoden.

Demnach werden bei den Verbundschicht-Methoden an makroskopischen Prüfkörpern Grenzflächen-sensitive Verbundeigenschaften geprüft. Dazu zählen die Prüfung der Querkzugfestigkeit und der interlaminaren Energiefreisetzungsrate (Mode I und Mode II), die Drei-Punkt-Biegung und der Iosipescu-Schubversuch [54], s. Abb. 2.2.

Als indirekte Methoden werden u.a. der *variable curvature test* (Aufbau von Grenzflächenscherspannungen in einem stabförmigen EMV durch Biegung entlang einer

ellipsenförmigen Schablonenkontur, s. auch [50]), der *fiber bundle pull-out test* (ähnlich dem SFPO) und der *ball compression test* (Härteprüfung mit kugelförmigem Indenter an fasersenkrechten FKV-Querschnittsflächen) genannt. Anhand ihrer Ergebnisse wird indirekt auf die FMH geschlossen.

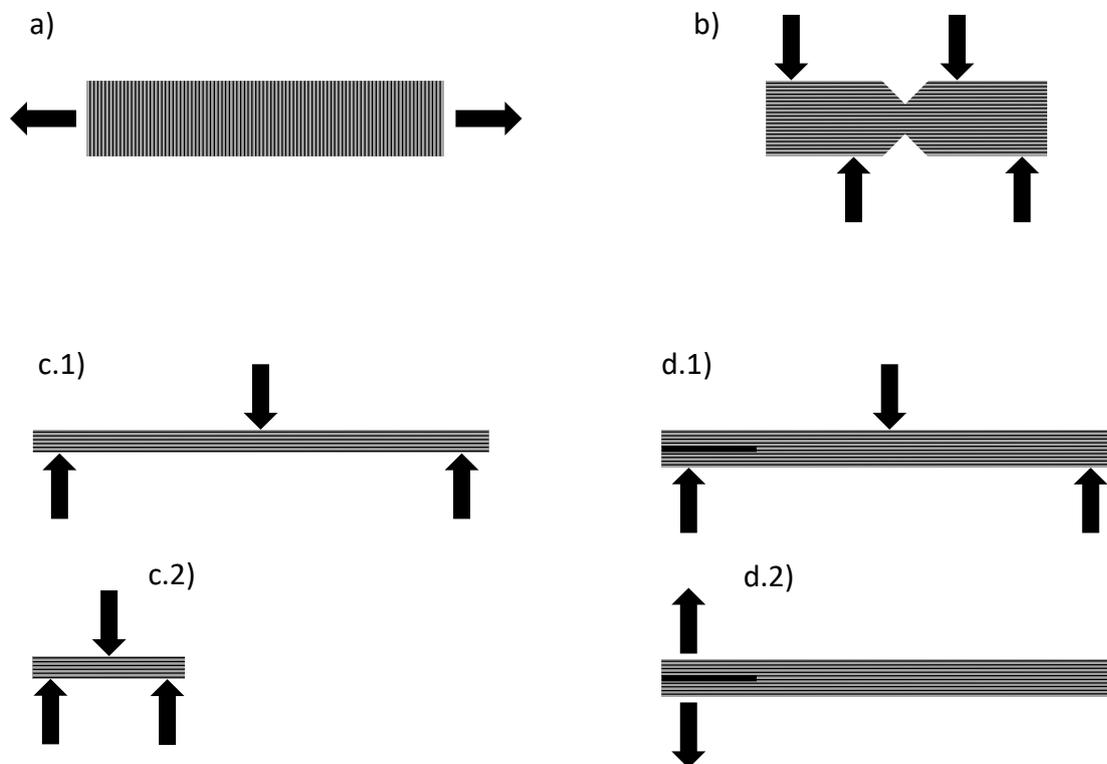


Abb. 2.2: Prinzipskizzen verschiedener Verbundschicht-Methoden: a) Querdugversuch, b) Iosipescu-Versuch, c.1) Dreipunktbiegeversuch und c.2) Kurzbiegeversuch (faktisch ein Dreipunktbiegeversuch mit höherem Dicke-Länge-Verhältnis), d.1) Bestimmung der interlaminaren Energiefreisetzungsrates (Mode II), d.2) Bestimmung der interlaminaren Energiefreisetzungsrates (Mode I) [55]

Zu den direkten Methoden werden der Einzelfaserauszugversuch (engl. *single-fibre pull-out test*, SFPO), der Tropfenabscherversuch (engl. *microbond test*), der Einzelfaserfragmentierungsversuch (engl. *single-fibre fragmentation test*, SFFT), der Einzelfasereindrückversuch (engl. *single-fibre push-out test* oder *microindentation test*), der Broutman-Versuch (engl. *Broutman test*) und der Versuch mit kreuzförmigem Prüfkörper (engl. *cruciform specimen test*) gezählt, s. Abb. 2.3. Bei allen im vorherigen Satz genannten Methoden handelt es sich um zerstörende Methoden, bei denen entweder ein Prüfkörper mit einer einzelnen Faser untersucht oder eine einzelne Faser innerhalb eines Verbundprüfkörpers belastet wird. Sie lassen sich hinsichtlich der Krafteinleitung in zwei Gruppen aufteilen: Bei den Methoden a) bis c) in Abb. 2.3 erfolgt die Krafteinleitung über die Faser, bei den Methoden d) bis f) über die Matrix.

Die vier erstgenannten direkten Methoden stellen die gebräuchlicheren dar. Sie werden in den nachfolgenden vier Abschnitten genauer vorgestellt.

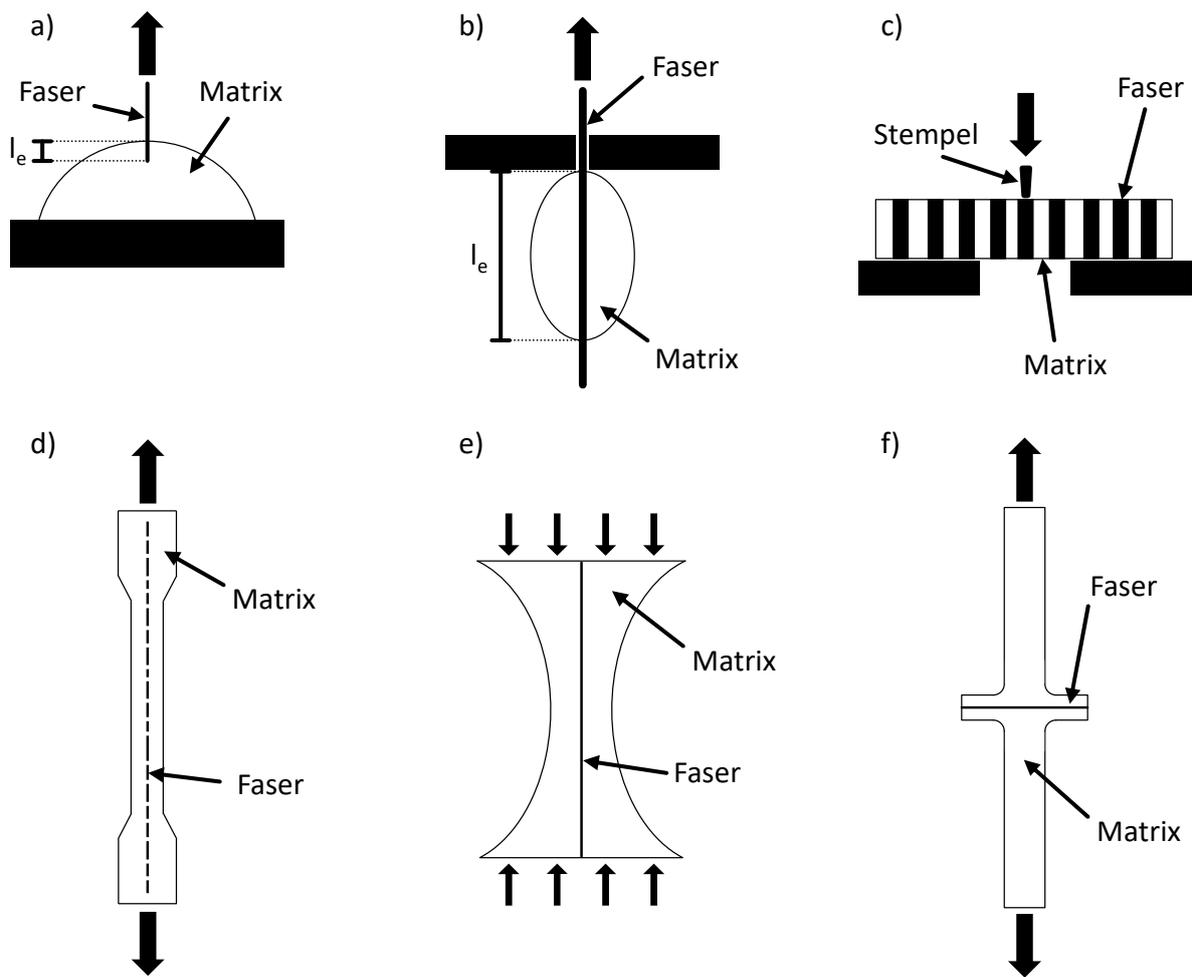


Abb. 2.3: Prinzipskizzen (nicht maßstabsgetreu) verschiedener mikromechanischer Methoden: a) Einzelfaserauszugversuch, b) Tropfenabscherversuch, c) Einzelfasereindrückversuch, d) Einzelfaserfragmentierungsversuch, e) Broutman-Versuch, f) Versuch mit kreuzförmigem Prüfkörper [6, 49, 53, 56]

2.4.1.1 Einzelfaserauszugversuch

Beim Einzelfaserauszugversuch (engl. *single-fibre pull-out test*, SFPO) ist, wie in Abb. 2.3 a) dargestellt, eine einzelne Faser zum Teil in einen Matrixtropfen eingebettet. Der Längenabschnitt, der sich innerhalb der Matrix befindet, wird als Einbettlänge l_e bezeichnet. Während des Versuchs wird am freien Ende der Faser eine Zugkraft eingeleitet und die Faser aus der Matrix gezogen. Dabei wird die zum Auszug aufgewendete Kraft als Funktion der Verschiebung der Kräfteinleitung aufgezeichnet. Aus diesen gemessenen Ergebnissen können sogenannte Kraft-Verschiebungs-Kurven erstellt werden. Abb. 2.4 zeigt beispielhaft eine Kraft-Verschiebungs-Kurve einer silanisierten E-Glasfaser in Epoxidharzmatrix (EP-Matrix).

Anhand von Abb. 2.4 lassen sich die verschiedenen Phasen eines SFPO-Versuchs nachvollziehen. Der Versuch beginnt mit einer schädigungsfreien elastischen Dehnung des

EMV. Das äußert sich in einem linearen Anstieg der Kurve bis zu einer charakteristischen Kraft, die aus folgendem Grunde als Debondingkraft F_d (engl. *debonding force* oder *debond force*) bezeichnet wird: Beim Erreichen dieser Kraft entsteht im Eintrittsbereich der Faser in die Matrix ein Riss in der Grenzschicht oder in der Matrix in Grenzschichtnähe (Rissinitiierung). Des Weiteren wird für F_d auch der Begriff Knickkraft verwendet, da die Rissinitiierung in einigen Fällen (abhängig von der Faser/Matrix-Kombination und Prüfbedingungen) mit einer Steigungsänderung (Knick) in der Kraft-Verschiebungs-Kurve verbunden ist.

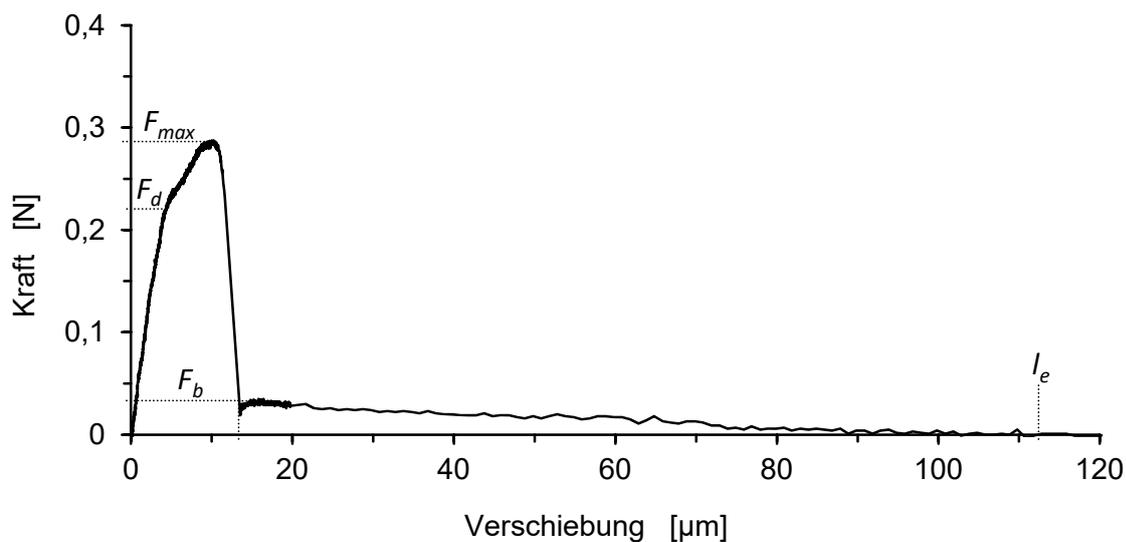


Abb. 2.4: Kraft-Verschiebungs-Kurve einer silanisierten E-Glasfaser in Epoxidharzmatrix

Nach Erreichen von F_d folgt stabiles Risswachstum. Dabei kommt es zu Reibung in den wachsenden abgelösten Bereichen. Der Prüfkörper ist nur noch mit vereinten Kräften aus Reibkraft und Haftkraft (aus dem noch intakten Grenzschichtbereich) im Stande, der Prüfkraft standzuhalten. Entlang des abgelösten Bereichs wird die Zugkraft in der Faser durch die Reibung bis zu der Risspitze hin auf ein Maß abgebaut, das die Grenzschicht (gerade noch) tragen kann. Aufgrund der wachsenden Prüfkraft werden dementsprechend immer größere Reibflächen benötigt.

Nach der Maximalkraft F_{max} wird das Risswachstum instabil. Faser und Matrix lösen sich vollständig voneinander. Es kommt zum Absinken der Kraft auf den Wert F_b (Kraft nach vollständiger Ablösung/vollständigem Bruch durch die Grenzschicht, engl. *break*), gefolgt von einem reibbehafteten Auszug. F_b wird auch als Restreibkraft bezeichnet. An der Stelle, an der die Kraft-Verschiebungs-Kurve die Abszissenachse schneidet und somit den Wert 0 N erreicht, wird die Faser als vollständig ausgezogen angenommen. Es wird ferner angenommen, dass der korrespondierende Verschiebungswert für den zurückgelegten Auszugsweg der Einbettlänge l_e entspricht [51, 57].

Der SFPO wird klassischerweise mit quasistatischen Geschwindigkeiten durchgeführt. Übliche Abzugsgeschwindigkeiten sind beispielsweise in den Größenordnungen 10^{-2} $\mu\text{m/s}$ [58-60] und 10^{-1} $\mu\text{m/s}$ [61, 62]. Zur Untersuchung des Grenzschichtversagens unter höheren Beanspruchungsgeschwindigkeiten wurde am IPF ein SFPO-Messplatz mit Abzugsgeschwindigkeiten bis zu 10 mm/s entwickelt [59].

Zur Abschätzung der FMH kann beim SFPO die scheinbare Grenzflächenscherfestigkeit τ_{app} (engl. *apparent interfacial shear strength, apparent IFSS*) berechnet werden [20]:

$$\tau_{app} = \frac{F_{max}}{\pi d_f l_e}. \quad (2.2)$$

Dabei ist d_f der Faserdurchmesser. Folglich wird hier unter der Annahme eines runden Faserquerschnitts F_{max} auf die Mantelfläche zwischen eingebettetem Faserabschnitt und Matrix bezogen (Querschnittsfläche des Faserendes wird nicht berücksichtigt). Die Grenzflächenscherfestigkeit τ_{app} wird als scheinbar bezeichnet, da sie nicht als geometrieunabhängige lokale Größe zu verstehen ist, die die tatsächliche Scherfestigkeit in unmittelbarer Nähe der Rissfront beschreibt. Zum einen geht über F_{max} in Gl. 2.2 auch der Beitrag der beschriebenen Reibung in den abgelösten Bereichen (s.o.) in τ_{app} mit ein. Zum anderen wirken sich etwaige thermisch induzierte Spannungen auf τ_{app} aus. Darüber hinaus impliziert Gl. 2.2 folgende Annahme: Die aus F_{max} resultierende Grenzflächenscherspannung ist gleichmäßig über l_e verteilt. Daraus ergibt sich, dass $\tau_{app} = f(F_{max}(l_e), l_e) \neq \text{konst.}$ ist (der Betrag von τ_{app} sinkt mit größeren l_e -Werten) und somit keine von l_e unabhängige Aussage über eine Faser/Matrix-Kombination treffen kann.

Mit dem Ansatz der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit τ_d [57, 63] wird das Ziel verfolgt, eine Größe zu beschreiben, die a) trotz ihrer funktionalen Abhängigkeit von l_e , d_f und F_d (s. Gl. 2.3) eine geometrieunabhängige Eigenschaft wiedergibt, b) den o.g. Reibungsbeitrag ausschließt und c) thermisch induzierte (verarbeitungsbedingte) Spannungen berücksichtigt. Statt der reibbehafteten Maximalkraft F_{max} geht in die Gleichung für τ_d als wesentliche Messgröße die Debondingkraft F_d mit ein. F_d ist diejenige Kraft auf die Faser, bei der die Festigkeit im Grenzschichtbereich erstmalig lokal überschritten wird und ein Riss initiiert wird. In dem Moment der Rissinitiierung ist der o.g. Reibungsbeitrag noch nicht vorhanden. τ_d wird dementsprechend als lokale Scherspannung interpretiert, die in unmittelbarer Nähe der Rissfront vorliegt und die Grenze der lokalen Belastbarkeit der Faser/Matrix-Kombination darstellt. τ_d kann wie folgt berechnet werden [57, 63]:

$$\tau_d = \frac{F_d \beta}{2\pi r_f} \coth(\beta l_e) + \tau_T \tanh\left(\frac{\beta l_e}{2}\right). \quad (2.3)$$

r_f ist der Faserradius. Für die thermisch induzierten Spannungen τ_T gilt

$$\tau_T = \frac{\beta r_f E_{fa}}{2} (\alpha_{fa} - \alpha_m) \Delta T \quad (2.4)$$

mit dem axialen Zug-E-Modul der Faser E_{fa} , den thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_{fa} (Faser, axial) und α_m (Matrix) und ΔT als der Differenz zwischen der spannungsfreien Temperatur und der Prüftemperatur. Für die spannungsfreie Temperatur wird in der Regel folgendes angenommen: entweder i) die höchste Verarbeitungstemperatur, sofern diese kleiner ist als T_g , oder ii) T_g , sofern T_g kleiner ist als die höchste Verarbeitungstemperatur, oder iii) die Prüftemperatur, sofern T_g unterhalb der Prüftemperatur liegt. β ist der *shear-lag*-Parameter nach Nayfeh [64]:

$$\beta^2 = \frac{2}{r_f^2 E_{fa} E_m} \left[\frac{E_{fa} V_f + E_m V_m}{\frac{V_m}{4G_{fa}} + \frac{1}{2G_m} \left(\frac{1}{V_m} \ln \frac{1}{V_f} - 1 - \frac{V_f}{2} \right)} \right]. \quad (2.5)$$

E_m ist der Zug-E-Modul der Matrix, G_{fa} und G_m sind der axiale Schermodul der Faser bzw. der Schermodul der Matrix (für isotrope Materialien bestimmbar mit dem Poisson-Verhältnis ν über $G = E (2(1 + \nu))^{-1}$), V_f und V_m sind die Faser- bzw. Matrixvolumenanteile der Faser und Matrix im Prüfkörper (unter der Annahme eines halbkugelförmigen Matrixtropfens) [65],

$$V_f = \frac{r_f^2}{r_f^2 + l_e \left(\sqrt{R^2 - r_f^2} - \frac{l_e}{3} \right)}, \quad (2.6)$$

$$V_m = 1 - V_f, \quad (2.7)$$

mit R als dem Radius des Matrixtropfens (s. Abb. 2.3 a)). Die Gl. 2.3 stellt somit eine Überlagerung aus i) der Spannung, bedingt durch die von außen aufgebrachte Kraft F_d , und ii) der thermisch induzierten Spannung dar [45, 66].

Für Fälle, in denen F_d nicht ermittelbar ist, sei auf einen alternativen Berechnungsansatz [57] verwiesen, mit dem die lokale Scherfestigkeit τ_d aus der Maximalkraft F_{max} und der Restreibkraft F_b bestimmt werden kann.

Neben dem Ansatz, die FMH mittels Grenzflächenscherfestigkeiten zu bewerten, gibt es auch den Ansatz, die kritische Energiefreisetzungsrage in der Grenzschicht (G_{ic}) zu bestimmen. Diese wird auch als Grenzflächenzähigkeit oder Widerstand gegen Rissfortschritt in der Grenzschicht bezeichnet. Für die zugehörigen Berechnungsansätze sei unter anderen auf die Quellen [60, 67] verwiesen.

Für den reibbehafteten Auszug der Faser aus der Matrix kann mit der Restreibkraft F_b die mittlere Reibungsspannung τ_f (engl. *interfacial frictional stress*) berechnet werden [60]:

$$\tau_f = \frac{F_b}{\pi d_f l_e}. \quad (2.8)$$

Ähnlich wie bei der scheinbaren Scherfestigkeit τ_{app} wird hier die Kraft auf die gesamte Mantelfläche des eingebetteten Faserabschnitts bezogen. Die Größe τ_f kann zur Bewertung der Reibung während des reibbehafteten Auszugs (engl. *post-debonding friction*) herangezogen werden.

2.4.1.2 Tropfenabscherversuch

Der Tropfenabscherversuch wurde u.a. mit der Motivation entwickelt, experimentelle Schwierigkeiten in der Realisierung kleiner Einbettlängen l_e bei der Prüfkörperpräparation des SFPO zu umgehen (l_e sollte kleiner sein als die halbe kritische Faserlänge $l_c/2$; l_c wird detailliert im folgenden Abschnitt 2.4.1.3 erläutert, s. insbesondere auch Abb. 2.7) [68]. Zur Herstellung eines EMV für den Tropfenabscherversuch (engl. *microbond test*) wird ein mikroskaliger Matrixtropfen auf einer Faser aufgebracht. Die Faser verläuft entsprechend Abb. 2.3 b) durch die Mitte des Tropfens. Während der Prüfung wird eine Zugkraft in die Faser eingeleitet (mittels Klemmung oder Klebung) und der Tropfen gegen eine Abstützvorrichtung gezogen. Die Abstützvorrichtung kann ein Mikroschraubstock mit zustellbaren Backen oder Klingen sein oder eine Platte mit einem Loch [53, 69], durch das die Faser gezogen wird. Mit ansteigender äußerer Kraft kommt es zur Rissinitiierung und zum Risswachstum, bis sich Faser und Matrix schließlich vollständig voneinander lösen und der Tropfen reibbehaftet auf der Faser verschoben wird.

Folglich ähneln sich der SFPO (s. Abschn. 2.4.1.1) und der Tropfenabscherversuch in mehreren wesentlichen Punkten: In beiden Fällen ist ein ausreichend kurzer Faserabschnitt (mit $l_e < l_c/2$, s.o.) einer Faser in Matrix eingebettet. Am freistehenden Ende der Faser wird eine äußere Kraft eingeleitet, die das Einsetzen eines von Reibung begleiteten Ablösungs- und Auszugsprozesses herbeiführt bis hin zum Erreichen einer Maximalkraft mit anschließender vollständiger Trennung der Haftpartner. Daher wird der Tropfenabscherversuch überwiegend als Variante des SFPO angesehen und eingeordnet [16, 48, 70, 71].

Eine typische Kraft-Verschiebungs-Kurve des Tropfenabscherversuchs ist in Abb. 2.5 skizziert. Nach Erreichen der Maximalkraft F_{max} sinkt die Kraft schließlich auf ein konstantes Niveau F_f (engl. *frictional force*). F_f wirkt aufgrund des reibbehafteten Verschiebens des abgelösten Tropfens entlang der Faser. Für den gänzlich reibungsfreien Fall würde die Kurve auf $F_f = 0$ N abfallen. Abb. 2.5 zeigt, dass sich anhand der Kraft-Verschiebungs-Kurve kein

Wert für die Einbettlänge l_e ablesen lässt (vgl. im Gegensatz dazu Abb. 2.4). Der Tropfen verbleibt nach der Ablösung weiterhin auf der Faser und wird verschoben. Somit schneidet die Kraft-Verschiebungs-Kurve nicht die Abszissenachse und erlaubt daher kein Ablesen eines l_e -Wertes. l_e kann lichtmikroskopisch ermittelt werden.

Beim Tropfenabscherversuch ist es gegenüber dem SFPO wahrscheinlicher, dass der Moment der Rissinitiierung in einer Kraft-Verschiebungs-Kurve nicht in Form eines Knicks erkennbar ist. Aus Kraft-Verschiebungs-Kurven, bei denen dieser Fall vorliegt (bspw. in der Kurve in Abb. 2.5), lässt sich somit keine Debondingkraft F_d bestimmen. Grund für die wahrscheinlichere Nicht-Erkennbarkeit von Knickpunkten beim Tropfenabscherversuch ist die prinzipbedingt größere freie Faserlänge l_{frei} (freier Faserabschnitt zwischen Krafteinleitung und Matrixtropfen, s. Abb. 2.6): Die Dicke der Abstützvorrichtung erzwingt einen Mindestwert für l_{frei} . Die Nachgiebigkeit eines ausreichend langen Abschnitts l_{frei} kann dazu führen, dass eine Rissinitiierung de facto zu keiner erkennbaren Steigungsänderung in der Kraft-Verschiebungs-Kurve mehr führt (lt. [72] ist das bei einem l_{frei} von ca. 1 mm der Fall).

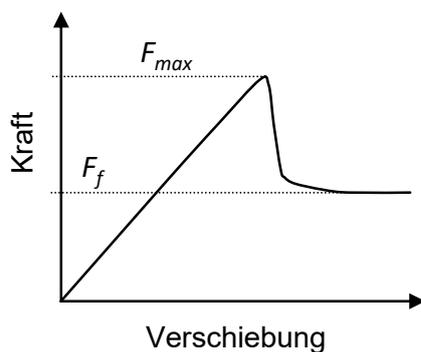


Abb. 2.5: typische Kraft-Verschiebungs-Kurve eines Tropfenabscherversuchs (F_f : frictional force) [73]

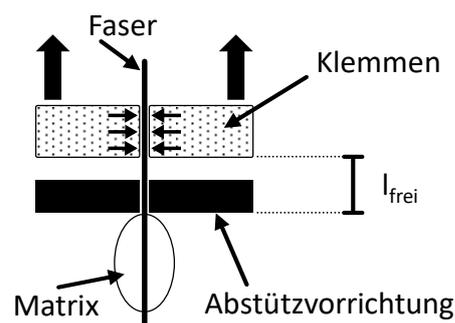


Abb. 2.6: freie Faserlänge zwischen Krafteinleitung (Klemmen) und Eintrittspunkt der Faser in d. Matrix (nicht maßstabsgetreu)

Die Bestimmung scheinbarer und lokaler (sofern F_d ermittelbar) Scherfestigkeiten kann analog mit den für den SFPO vorgestellten Gleichungen 2.2 und 2.3 erfolgen. Für Fälle, in denen F_d nicht ermittelbar ist, sei zur Bestimmung der lokalen Scherfestigkeit τ_d auf den alternativen Berechnungsansatz in [57] verwiesen, mit dem τ_d über F_{max} und F_f bestimmt werden kann. Wie im vorherigen Abschnitt für den SFPO erläutert, besteht auch für den Tropfenabscherversuch die Möglichkeit, eine kritische Energiefreisetzungsrates in der Grenzschicht zu bestimmen.

2.4.1.3 Einzelfaserfragmentierungsversuch

Beim Einzelfaserfragmentierungsversuch (engl. *single-fibre fragmentation test*, SFFT) wird die äußere Kraft über die Matrix eingeleitet. Abb. 2.3 d) stellt ein Versuchsschema dar. Über Grenzflächenscherspannungen bauen sich Zugspannungen in der Faser auf. Während der Prüfung wachsen die Zugspannungen in der Faser mit zunehmender EMV-Dehnung. Die Faser beginnt zu brechen. Sie bricht an denjenigen Stellen, an denen die Zugspannung in der Faser die Zugfestigkeit der Faser an der entsprechenden Stelle überschreitet. Mit steigender äußerer Kraft ereignen sich zunehmend mehr Brüche, die die Faser in immer kleinere Fragmente zerteilen. Der Fragmentierungsprozess setzt sich fort und erreicht eine Sättigung, dadurch gekennzeichnet, dass bei erreichter Sättigung trotz weiterhin ansteigender äußerer Kraft (zunehmender Prüfkörperdehnung) keine neuen Brüche mehr auftreten. Die Fragmente sind so kurz, dass die von der Matrix durch Scherung in die Fragmente eingebrachten Zugspannungen nicht mehr die Festigkeitsgrenze der Fragmente überschreiten. Um erneut brechen zu können, müssen die Fragmentlängen mindestens die kritische Länge l_c aufweisen. Dieser Sachverhalt ist in Abb. 2.7 verdeutlicht. Die Fragmente mit den Längen l_1 und l_2 sind zu kurz und die erreichbaren Zugspannungen in ihnen sind kleiner als die Zugfestigkeit der Faser σ_f^{max} . Da Fragmente der Länge l_c noch brechen können, ergibt sich bei Sättigung folglich eine Fragmentlängenverteilung, bei der die Fragmentlängen l im Bereich $l_c/2 \leq l < l_c$ liegen [6, 74, 75].

Der geschilderte Versuchsablauf lässt sich anhand eines EMV aus einer Blei-Zirkonat-Titanat-Faser (PZT-Faser; mit *plumbum* lat. für Blei) in EP-Matrix in Abb. 2.8 nachvollziehen. Dort ist die im Laufe des Versuchs wachsende Anzahl an Faserbrüchen (kumulative Bruchanzahl n_B) als Funktion der Längenänderung Δx des EMV aufgetragen. Der

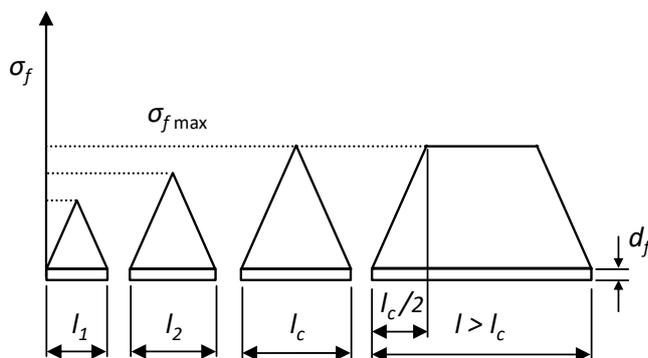


Abb. 2.7: Zugspannungsverteilungen in Faserfragmenten unterschiedlicher Länge [75]

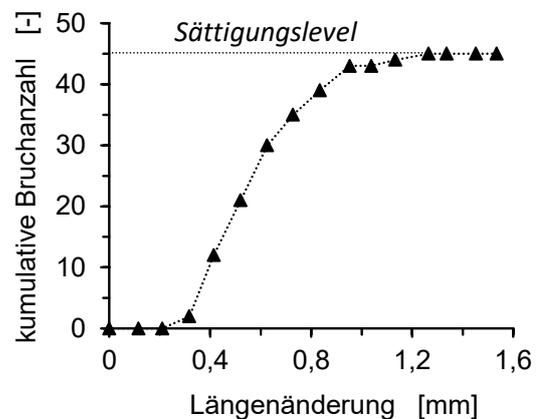


Abb. 2.8: kumulative Bruchanzahl n_B über der EMV-Längenänderung Δx ; Materialkombination: PZT-Faser in EP

Graph weist einen für diesen Test charakteristischen S-förmigen Verlauf auf. Dieser Verlauf kann in drei Phasen gegliedert werden: In der ersten Phase erfolgt eine Deformation des EMV ohne Faserbrüche. In der zweiten Phase läuft der Fragmentierungsprozess ab und die Kurve in Abb. 2.8 weist ihre höchsten Steigungen auf. In der dritten Phase wird bei gleichbleibender Bruchanzahl die Sättigung erreicht.

Mit dem *constant-shear*-Modell nach Kelly und Tyson [76] lässt sich unter der Annahme konstanter Scherspannung entlang der kritischen Fragmentlänge eine durchschnittliche scheinbare Scherfestigkeit τ_{app} bestimmen:

$$\tau_{app} = \frac{\sigma_{f \max}(l_c) d_f}{2 l_c}. \quad (2.9)$$

$\sigma_{f \max}(l_c)$ ist die Zugfestigkeit der Faser bei kritischer Länge l_c und d_f der Faserdurchmesser. Die kritische Länge ist über die mittlere Fragmentlänge l_a bei erreichter Sättigung definiert: $l_c = (4/3) l_a$ [74]. Gl. 2.9 ergibt sich aus einem Kräftegleichgewicht [6] der Scherspannungen über der Mantelfläche entlang der *load transfer length* [76] $l_c/2$, Gl. 2.10, und der Zugspannungen über dem Faserquerschnitt bei Erreichen von $\sigma_{f \max}(l_c)$, Gl. 2.11:

$$F_{Lasteintrag} = \tau_{app} \left(\pi d_f \frac{l_c}{2} \right) \quad (2.10)$$

$$F_{Festigkeitsgrenze} = \sigma_{f \max}(l_c) \left(\frac{\pi d_f^2}{4} \right) \quad (2.11)$$

Neben der Größe τ_{app} kann auch das kritische Aspektverhältnis l_c/d_f als quantitatives Maß für relative Vergleiche bei Untersuchungen zur FMH herangezogen werden. Dabei ist zu beachten, dass $\sigma_{f \max}(l_c)$ aufgrund des Größeneffekts (engl. *size effect*) [77] mit sinkender l_c steigt. Daher gilt zwischen τ_{app} und $(l_c/d_f)^{-1}$ entsprechend Gl. 2.9 kein proportionaler, sondern ein qualitativer Zusammenhang: Steigt/sinkt $(l_c/d_f)^{-1}$, so steigt/sinkt auch τ_{app} . Die Beziehung der Größen soll an folgendem fiktiven Beispiel veranschaulicht werden: Beim Vergleich zweier EMV mittels SFFT ist τ_{app1} des ersten EMV größer als τ_{app2} des zweiten EMV. Entsprechend wird somit auch gelten, dass $(l_{c1}/d_{f1})^{-1}$ größer ist als $(l_{c2}/d_{f2})^{-1}$. Da die Proportionalität nicht gegeben ist, gilt die Ungleichung

$$\frac{\tau_{app1}}{\tau_{app2}} > \frac{(l_{c1}/d_{f1})^{-1}}{(l_{c2}/d_{f2})^{-1}}. \quad (2.12)$$

Somit entspricht ein Rückschluss von relativen Veränderungen kritischer Aspektverhältnisse auf relative Veränderungen von τ_{app} de facto einer Abschätzung zur sicheren Seite.

Wesentlich für den SFFT ist das Erreichen der Sättigung. Damit sich letztere einstellt, bevor der EMV bricht, sollte die Bruchdehnung der Matrix mindestens dreimal so groß sein wie die Bruchdehnung der Faser [6, 16, 78]. Nur für Messungen mit erreichter Sättigung sind Bestimmungen von l_c möglich. Wenn sich ein EMV-Bruch vor der Sättigung ereignet, lässt sich die kritische Länge mit $l_c \leq l_c^* = (4/3) l_a^*$ abschätzen, wobei l_a^* die mittlere Fragmentlänge bei EMV-Bruch darstellt. Daraus kann ein Orientierungswert für ein Mindestmaß von τ_{app} in dem vorliegenden EMV abgeleitet werden.

Das Messen von Fragmentlängen und das Verfolgen des Versuchs einschließlich Detektion von Faserbrüchen erfolgt häufig lichtmikroskopisch, teilweise auch akustisch (akustische Detektion von Faserbrüchen). Für die optische Variante sind transparente oder zumindest transluzente Matrices erforderlich. Alternativ besteht auch die Möglichkeit, die Matrixkomponente nach der Durchführung des SFFT chemisch aufzulösen, thermisch zu entfernen oder den geprüften EMV bis zur Freilegung der Fragmente abzuschleifen [16].

2.4.1.4 Einzelfasereindrückversuch

Beim Einzelfasereindrückversuch (engl. *single-fibre push out test* oder *microindentation test*) werden an einem polierten Querschnitt eines realen unidirektionalen FKV einzelne Fasern aus- bzw. eingedrückt (s. Schema in Abb. 2.3 c) für das Ausdrücken). Der Durchmesser des Stempels (engl. *indenter*) ist kleiner als der Faserdurchmesser. Für das Ausdrücken werden entsprechend der genannten Abbildung dünne Scheiben erzeugt. Die Prüfkörper werden derart präpariert, dass die Faserachsen senkrecht zu den erzeugten Querschnittsflächen verlaufen. Für die Variante des Eindrückens reicht eine erzeugte Querschnittsfläche, an welcher die Fasern bis zum Einsetzen des *debonding* (Rissinitiierung) und des sich anschließenden reibbehafteten Ablöseprozesses belastet werden [16, 79].

Abb. 2.9 zeigt beispielhaft einen möglichen Verlauf einer Kraft-Verschiebungs-Kurve. Zu Beginn der Kurve liegt ein progressiver Steigungsverlauf vor, bei der sich der Prüfkörper in der Prüfvorrichtung elastisch biegt. Im sich anschließenden linearen Anstieg findet eine elastische Prüfkörperdeformation mit intakter Grenzschicht statt. Darauf folgt das Einsetzen des *debonding*, F_{max} wird erreicht und es kommt zum reibbehafteten Verschieben der Faser in der Matrix bei sinkender Kraft. Im letzten Teil steigt die Kurve erneut an, da hier der konische Stempel mit der Matrix in Kontakt kommt [79].

Eine Möglichkeit zur Bewertung der FMH besteht in der Bestimmung der scheinbaren Scherfestigkeit τ_{app} analog zu Gl. 2.2. Zur Ermittlung der lokalen Scherfestigkeit τ_d kann (sofern F_d bestimmbar) die Gl. 2.3 in modifizierter Form verwendet werden, wenn das Vorzeichen vor der thermischen Spannung τ_T umgekehrt wird. Grund dafür ist, dass die äußere Belastung F auf die Faser bei *push-out* und *pull-out* in entgegengesetzter Richtung

angreift. Die aus der äußeren Belastung resultierende Scherspannung und die thermische induzierte Scherspannung addieren/ergänzen sich beim pull-out, bei dem push-out hingegen wirken sie einander entgegen [80].

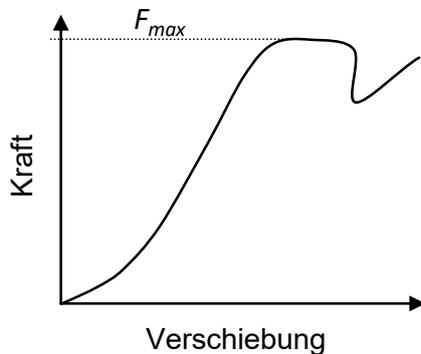


Abb. 2.9: schematische Kraft-Verschiebungs-Kurve (push-out) eines FKV-Prüfkörpers [79]

2.4.2 Reproduzierbarkeit/Vergleichbarkeit der Ergebnisse mikromechanischer Methoden

Die Ergebnisse mikromechanischer Prüfmethode zur Charakterisierung der FMH sind nicht immer zufriedenstellend vergleichbar. Das gilt sowohl für Vergleiche von Ergebnissen verschiedener Methoden, als auch für Vergleiche von Ergebnissen, die mit der gleichen Methode gewonnen werden. Als Gründe für die Abweichungen werden hauptsächlich Unterschiede in der Probenpräparation, in der Belastungsart der Proben, in den damit verbundenen Spannungszuständen in der Faser-Matrix-Grenzfläche und in der Datenauswertung gesehen [6, 53, 78, 80-82].

In einem breit angelegten Ringversuch [53] werden vergleichende Prüfungen mit den vier in den Abschnitten 2.4.1.1 bis 2.4.1.4 vorgestellten Prüfmethode durchgeführt (wobei Abb. 2.3 a) - d) Schemata dieser Methoden darstellen). Dabei werden in zwölf Forschungseinrichtungen mit demselben ausgewählten Kohlenstofffaser-Epoxidharz-System mikromechanische Tests vorgenommen. Bei den Vergleichen der Grenzflächenscherfestigkeiten aus den verschiedenen Laboren zeigen sich zum Teil deutliche Unterschiede: Bereits für jeweils eine bestimmte Prüfmethode weisen die Abweichungen zwischen den Laboren in mehreren Fällen Variationskoeffizienten oberhalb von 25 % auf (maximal 33 %). Die Gegenüberstellung verschiedener Prüfmethode zeigt noch größere Streuungen. Beim Vergleich der vorliegenden Prüfmethode miteinander zeigt sich in [6] (auch anhand eines Kohlenstofffaser-Epoxidharz-Systems), dass die Grenzflächenscherfestigkeiten der verschiedenen Prüfmethode sich teils um mehr als den Faktor 2 unterscheiden. Im Folgenden soll nun genauer auf die einzelnen Prüfmethode und ihre jeweiligen Gründe für mangelnde Vergleichbarkeiten eingegangen werden. Dabei wird unterschieden zwischen zwei Ebenen der Vergleichbarkeit. Auf der einen Ebene geht es um

die Vergleichbarkeit von Ergebnissen, die mit der gleichen Methode gewonnen werden (methodeninterne Ebene). Auf der anderen Ebene geht es um die Vergleichbarkeit von Ergebnissen, die mit unterschiedlichen Methoden gewonnen werden (methodenübergreifende Ebene). Zur Trennung dieser Ebenen werden für jede Methode erst die methodeninterne und dann die methodenübergreifende Ebene betrachtet.

Einzelaserauszugversuch, methodeninterne Ebene

Beim SFPO können Abweichungen der Ergebnisse auf der methodeninternen Ebene unter anderem von der Versuchsvorbereitung und -durchführung herrühren. Zum Beispiel kann der Aushärtungsprozess eines polymeren Matrixharzes thermisch induzierte Eigenspannungen und Schwankungen in der Verteilung des Härterers hervorrufen. Zudem ist für die Vermeidung von Fehlern die genaue Ausrichtung der Faser in Belastungsrichtung bedeutsam. Bei den kleinen Dimensionen sind darüber hinaus präzise Bestimmungen des Faserdurchmessers und der Einbettlänge wichtig. Auch Unterschiede in der Belastungsgeschwindigkeit können einen Einfluss haben [53, 78]. In [49] werden Auswirkungen unterschiedlicher Meniskusformen (Radien) auf die Spannungsverteilung entlang der Grenzfläche behandelt. Bei der Datenauswertung spielt die Breite des Wertebereichs der Einbettlängen für die Belastbarkeit der Ergebnisse eine Rolle. Darüber hinaus werden unterschiedliche Modelle als mögliche Gründe für Abweichungen in den Kennwerten für die Faser-Matrix-Haftung angeführt [53] (mitunter auch verschiedene Lösungswege in der Berechnung: semi-graphisch, Kurvenanpassung [83]). So macht es einen Unterschied, i) ob die Grenzflächenscherfestigkeit als scheinbare oder lokale Größe bestimmt wird (wie auch in Abschnitt 2.4.1.1 erläutert) und ii) welche Berechnungsansätze zu ihrer Ermittlung verwendet werden. Bei der Berechnung der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit τ_d beispielsweise macht es einen Unterschied, ob sie τ_d mittels Debondingkraft F_d , mittels Restreibkraft F_b oder indirekt (mit F_{max} als Funktion über l_e) erfolgt [57, 84, 85]. In [86] wird dargestellt, wie eine unterschiedliche geometrische Berücksichtigung der o.g. Meniskusform in verschiedenen Berechnungsmodellen zu Unterschieden in ermittelten Grenzflächenscherfestigkeiten führt.

Einzelaserauszugversuch, methodenübergreifende Ebene

Auf der methodenübergreifenden Ebene ergeben sich aus der Abgrenzung des SFPO zu anderen Prüfmethode folgende Gründe für Unterschiede zwischen den Ergebnissen. Zum einen sind beim SFPO und dem SFFT die Versagensprozesse mechanisch verschieden [48, 78]. Bei der erstgenannten Prüfmethode beinhaltet die Gesamtenergie zum Bruch die Energie zur Dehnung des freien und des eingebetteten Faserabschnitts sowie zur Dehnung des Matrixmaterials in der unmittelbaren Umgebung. Beim SFFT wird die Faser nicht direkt belastet und die Matrix sowie die vollständig in sie eingebettete Faser tragen zur Gesamtenergie bei [48]. Beim SFPO liegt bei Rissinitiierung ein Mode I-Versagen vor, im

weiteren Verlauf mixed-Mode-Versagen [51, 87]. Beim SFFT liegt (sofern sich *debonding* in der Grenzfläche ereignet) lt. [88, 89] reines Mode II-Versagen vor. Zum anderen unterscheiden sich der SFPO und der Einzelfasereindrückversuch in ihren Versagensmodi (wenngleich in beiden Fällen mixed-Mode vorliegt [90]). Im ersten Fall wird die Faser auf Zug belastet und kontrahiert, sodass die Faser-Matrix-Grenzfläche auf Zug und Schub belastet wird. Beim Fasereindrückversuch wird die Faser durch den Stempel axial auf Druck belastet, wodurch in der Grenzfläche ein komplexer Spannungszustand als Kombination aus Druck, Scherung und Reibung entsteht [80, 91], sodass im Versagensprozess unterschiedliches Materialverhalten berichtet wird. Unterstützt durch rasterkraftmikroskopische Untersuchungen wird in [91] aufgezeigt, dass abhängig von der Temperatur und der Faseroberflächenmodifizierung der Prüfkörper beim Einzelfasereindrückversuch nur durch Scherfließen versagen kann, wohingegen es beim SFPO zu stabilem Rissfortschritt in der Grenzfläche (engl. *unzipping*) kommen kann.

Tropfenabscherversuch, methodeninterne Ebene

Auf der methodeninternen Ebene des Tropfenabscherversuchs hat die Krafteinleitung in den Tropfen laut [47, 70, 92] einen Einfluss auf die Spannungsverteilung und die sich daraus ergebenden Grenzflächenscherfestigkeiten. Bei der Verwendung zweier Klingen zum Abscheren des Tropfens wird die Kraft über zwei Punkte in den Tropfen eingeleitet. Dadurch ergeben sich eine Spannungskonzentration und ein nicht rotationssymmetrischer Spannungszustand in der Grenzfläche. Zum Teil wird anstelle der Klingen eine Platte mit mittigem Loch zum Abscheren des Tropfens verwendet, welche in der Umgebung des Lochs mit einer konkaven Wölbung zur gleichmäßigeren Krafteinleitung in den Tropfen ausgestattet sein kann. Bei ihrer Verwendung liegt ein anderer Spannungszustand im Tropfen und der Grenzschicht vor [47, 53]. Bei der Verwendung der Klingen können schon kleine Zustellungen des Klingenabstands von 4 μm laut [47] große Unterschiede bei der Peakscherspannung in der Grenzfläche hinsichtlich Größe und Position im eingebetteten Bereich bewirken. Da bei vielen Tropfenabscherversuchen die Klingenabstände für jede Faser individuell angepasst werden, ergibt sich daraus jedes Mal ein anderer Spannungszustand. In der Literatur [47, 71, 92] wird dies als möglicher Grund für die bei Tropfenabscherversuchen häufig hohe Streuung der Ergebnisse betrachtet. In [69] wird dieser Aspekt aufgegriffen und darauf hingewiesen, dass die Art und Weise der Krafteinleitung nicht allein Grund für die genannte Streuung sein kann. Unterstützt wird dieser Hinweis durch Ergebnisse (untersuchtes System: Aramidfaser-Epoxidharz) mit variierten Krafteinleitungsbedingungen: fixierter Klingenabstand, individuell angepasster Klingenabstand, Platte mit Loch. Für alle drei Varianten ergeben sich nahezu gleiche Grenzflächenscherfestigkeiten. Daraus wird geschlossen, dass nur die Uneinheitlichkeit der Faseroberflächen Grund für die erhöhte

Streuung sein kann. Darüber hinaus führt [53] die Tropfensymmetrie und -größe und die bereits für den SFPO diskutierte Meniskusform als mögliche Gründe für die Streuung an.

Tropfenabscherversuch, methodenübergreifende Ebene

In Abgrenzung zum SFFT mit einer ungleich höheren Matrixmenge kann es beim Tropfenabscherversuch zum teilweisen Ausdampfen des Härters (abhängig von seiner Flüchtigkeit) aus dem Matrixtropfen kommen. Damit wird in [93] eine gegenüber dem SFFT geringere Grenzflächenfestigkeit aus dem Tropfenabscherversuch erklärt. Des Weiteren wird in [94] der Tropfenabscherversuch als Variante des Einzelfaserauszugversuchs beschrieben, dem es hinsichtlich des Spannungszustandes im Tropfen und der Grenzfläche an Zentrosymmetrie mangelt. Laut [51] liegt wie beim SFPO auch beim Tropfenabscherversuch bei Rissinitiierung Mode-I-Versagen und im weiteren Verlauf mixed-Mode-Versagen vor.

Einzelfaserfragmentierungsversuch, methodeninterne Ebene

Für den SFFT nennt [53] als potenzielle Quelle für methodeninterne Ungenauigkeiten unter anderem die Probenherstellung. So wird davon berichtet, dass die Einzelfasern vor der Einbettung in die Matrix im Formwerkzeug vorgespannt werden, um die Schwindung teilweise auszugleichen. In einer der am Ringversuch aus [53] teilnehmenden Forschungseinrichtungen wird diese Vorspannung gemessen, in den übrigen nicht. Weitere Unterschiede zwischen den Forschungseinrichtungen werden beim Härtungsprozess der Epoxidharzmatrix festgestellt. Trotz eines größtenteils vorgegebenen Aushärtungszyklus wird zum Erreichen der Härtungstemperaturen mit verschiedenen Heizraten gearbeitet. Das Tempern wird teils direkt im Anschluss durchgeführt, teils erst nach Abkühlung auf Raumtemperatur. Darüber hinaus wird das Entgasen des Harzes bei verschiedenen Temperaturen durchgeführt. Bezüglich der Durchführung wird von Schwierigkeiten mancher Forschungseinrichtungen berichtet, den Sättigungsgrenzwert für die Fragmentlängen zu erreichen, was zu niedrigeren Ergebnissen für die Grenzflächenscherfestigkeit führt.

Einzelfaserfragmentierungsversuch, methodenübergreifende Ebene

Punkte zur methodenübergreifenden Abgrenzung des SFFT zu anderen Prüfmethode sind an dieser Stelle nicht aufgeführt. Sie sind bereits in den Absätzen der anderen Prüfmethode (Einzelfaserauszugversuch, Tropfenabscherversuch, Einzelfasereindruckversuch) enthalten, die sich mit methodenübergreifenden Unterschieden befassen.

Einzelfasereindruckversuch, methodeninterne Ebene

Beim Fasereindruckversuch sieht [53] folgende potenzielle Ursachen für methodenintern unterschiedliche Ergebnisse: die Anwendung verschiedener Polierprogramme für die Probenoberflächen, die Stempelform (Kegel, Pyramide) und die Detektion der einsetzenden

Ablösung von Faser und Matrix. Bei der Politur ist eine Schädigung der Probenoberfläche nicht auszuschließen [6]. Für die Detektion der einsetzenden Ablösung von Faser und Matrix werden verschiedene Verfahren angewandt. Dazu wird in [53] besprochen, dass im bereits genannten Ringversuch ein Labor das Einsetzen der Ablösung durch wiederholtes optisches Inspizieren der Faser detektiert. Andere Labore hingegen legen einen vordefinierten Wert für den Lastabfall in der Kraft-Verschiebungs-Kurve fest, für den das Einsetzen der Ablösung angenommen wird.

Einzelfasereindruckversuch, methodenübergreifende Ebene

[95] vergleicht den Einzelfasereindruckversuch mit dem SFFT anhand eines Glasfaser-Epoxidharz-Systems. Ein Unterschied von 50 % zwischen den ermittelten Werten der beiden Prüfmethode für die Grenzflächenscherfestigkeit wird unter anderem auf grundlegende Unterschiede in der Mechanik der Prüfmethode zurückgeführt. Bei dem Einzelfasereindruckversuch steht der ermittelte Wert für die mittlere Spannung in der Grenzfläche bei Faser-Matrix-*debonding*. Für den SFFT stellt die Grenzflächenscherfestigkeit diejenige Scherspannung dar, die zwischen Fragmenten und Matrix wirkt, während die sinkenden Fragmentlängen den Sättigungsgrenzwert erreichen. Auch [6] diskutiert Unterschiede zwischen den beiden letztgenannten Prüfmethode und stellt fest, dass jede Methode anders auf Änderungen der Bedingungen in der Grenzschicht (Faseroberflächenbehandlungen) reagiert. Bei der Verwendung von unbehandelten und behandelten Kohlenstofffasern in einer Epoxidharzmatrix bewirkt die Faserbehandlung fast eine Verdopplung der Werte für die Grenzflächenscherfestigkeit im SFFT. Bei dem Einzelfasereindruckversuch hingegen beläuft sich die berechnete Erhöhung der Grenzflächenscherfestigkeit auf 17%.

2.4.3 Vorteile/Nachteile mikromechanischer Methoden

Im vorangehenden Abschnitt werden Gründe für die Unterschiede zwischen den Ergebnissen mikromechanischer Prüfmethode dargestellt. Es kann geschlussfolgert werden, dass ein Teil der Unterschiede in der Verschiedenheit der Prüfmethode selbst begründet ist, vor allem hinsichtlich ihrer Mechanik (methodenübergreifende Ebene). Dazu gehören unter anderem mechanisch verschiedene Versagensprozesse (Beispiel: SFPO, SFFT), verschiedene aus Zug, Druck und Reibung kombinierte Spannungszustände in der Grenzschicht (Beispiel: SFPO, Einzelfasereindruckversuch) sowie unterschiedliche Krafteinleitungen und Spannungskonzentrationen (Beispiel: Tropfenabscherversuch, Einzelfaserauszugsversuch). Andererseits wird herausgestellt, dass sich einige dieser Unterschiede auf nicht-standardisierte Vorgehensweisen in der Probenpräparation, der Durchführung und der Datenauswertung

zurückführen lassen (methodeninterne Ebene). Im Folgenden werden nun Vor- und Nachteile der vorgestellten Prüfmethode aufgeführt.

Einzelaserauszugversuch

Ein Vorteil des SFPO ist seine Eignung für verschiedenste Faser/Matrix-Kombinationen. Zudem kann mit dieser Prüfmethode die Kraft beim Einsetzen der Rissinitiierung sowie der vollständigen Ablösung von Faser und Matrix direkt gemessen werden [6]. Dabei lässt sich ein Wert für die Einbettlänge l_e direkt aus der Kraft-Verschiebungs-Kurve entnehmen (im Tropfenabscherversuch nicht möglich, vgl. Abschnitt 2.4.1.2). Ein weiterer Vorteil besteht laut [94] darin, dass die Einbettlänge variiert werden kann. Eine breite Verteilung an Einbettlängen ist bspw. hilfreich bei Modellen, die die Abhängigkeit der Maximalkraft F_{max} von l_e berücksichtigen und auf der Verteilung über l_e basierend eine lokale Grenzflächenscherfestigkeit ermitteln (s. Greszczuk-Modell [83], Ansatz von Gorbatkina [7], Zhandarov et al. [65]). In [53] schreiben Pitkethly et al. dem Einzelaserauszugversuch eine geringe Anzahl an Fehlerquellen und eine relativ einfache Durchführung zu. Als nachteilig wird beim SFPO angesehen, dass sein Spannungszustand nicht dem in einem realen FKV entspricht. Der Druck in der Grenzfläche ist aufgrund der Querkontraktion der zugbelasteten Faser kleiner als im Realfall [6, 94]. Des Weiteren wird in [6] als Nachteil aufgeführt, dass es infolge von Zugspannungen im Meniskusbereich zu verfrühtem Versagen kommen kann. Zudem kann der Meniskus Ungenauigkeiten bei der Einbettlängenmessung bewirken. Darüber hinaus muss bei dem SFPO beachtet werden, dass die Einbettlänge kurz genug sein sollte, um Faserbruch zu vermeiden [6, 78].

Tropfenabscherversuch

Vorteilhaft bei dem Tropfenabscherversuch ist die einfache und schnelle Probenpräparation [53]. Ebenso wie beim SFPO kann die Prüfmethode für verschiedenste Faser/Matrix-Kombinationen eingesetzt und die Kraft z.T. beim Einsetzen der Ablösung von Faser und Matrix direkt gemessen werden (letzteres, sofern die freie Faserlänge ausreichend kurz ist, vgl. Abschnitt 2.4.1.2) [6]. Auch Nachteile hat der Tropfenabscherversuch mit dem SFPO gemeinsam: das potenziell verfrühte Versagen im Meniskusbereich, die Möglichkeit der ungenaueren Einbettlängenmessung durch den Meniskus und das Erfordernis einer kurzen Einbettlänge (Herausforderung bei Probenherstellung) zur Vermeidung von Faserbruch. Des Weiteren ist für den Tropfenabscherversuch nachteilig, dass der Spannungszustand im Tropfen mit der Tropfengröße und der individuellen Zustellung des Klingens abstands schwankt. Darüber hinaus kommt es durch die Krafteinleitung mit den Klängen zu nicht achsensymmetrischen Spannungskonzentrationen. Um die gemessene Kraft auf das Grenzflächenversagen zurückführen zu können, sollte eine Matrixschädigung durch die Abstützvorrichtung [70] vermieden werden. Ferner kann über die vergleichsweise großen

Oberflächen der kleinen Tropfen der Härter verdampfen, was wiederum zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften der Matrix führen kann [6, 93].

Einzelaserfragmentierungsversuch

Beim SFFT ist es für Untersuchungen des Versagensverhaltens von Vorteil, dass bei transparenten Matrixmaterialien der Versagensprozess beobachtet werden kann. Zudem ähneln die Spannungen in der Grenzschicht denen in einem unidirektional verstärkten FKV. Darüber hinaus liefert die Prüfung eines Prüfkörpers viele Datenpunkte [6]. Ein Nachteil des SFFT ist, dass das Matrixmaterial eine mindestens dreimal höhere Bruchdehnung als die eingebettete Faser haben sollte. Aus diesem Grund wird von den Experimentatoren teilweise Weichmacher (engl. *flexibiliser*) zugesetzt [96, 97]. Zudem ist für die optische Überwachung des Versuchs einschließlich der Detektion von Faserbrüchen eine transparente oder zumindest transluzente Matrix erforderlich. Des Weiteren sollte die Matrix ausreichend zäh sein, um zu vermeiden, dass bei dem Bruch eines Faserfragments der ganze Probekörper bricht. Ferner gilt die aufwendige Probenherstellung als nachteilig [6].

Einzelasereindrückversuch

Ein Vorteil des Einzelasereindrückversuchs ist, dass die Untersuchung der Grenzschicht an der Querschnittsfläche eines unidirektionalen FKV mit hohem Faservolumengehalt stattfindet [70, 94]. Vorteilhaft ist auch, dass die Kraft zur Ablösung von Faser und Matrix *in situ* gemessen werden kann. Hinzu kommt, dass mit einer Probe mehrere Datenpunkte auf einmal gemessen werden können [6]. Zu den Nachteilen zählt, dass der Versagensmodus nicht beobachtbar ist. Des Weiteren kann die Probe durch die Probenpräparation (Mikrotomschnitte, Politur der Oberfläche) beschädigt und dadurch in ihren Eigenschaften verändert sein. Ferner wird von einem häufigen Abbrechen der Fasern berichtet, was die Auswahl der zu untersuchenden Fasern einschränkt [6, 70]. Überdies wird durch den Stempel beim Einzelasereindrückversuch ein unrealistischer Spannungszustand erzeugt. Die Querexpansion der druckbelasteten Faser bewirkt einen unrealistisch hohen Druck in der Grenzschicht [94].

2.4.4 Methodenauswahl

Für die Durchführung der experimentellen Untersuchungen dieser Arbeit wird im Folgenden aus den mikromechanischen Methoden eine Auswahl getroffen.

Nach [16, 48, 57] sind unter den mikromechanischen Methoden insbesondere SFPO und Tropfenabscherversuch sowie SFFT verbreitet.

Aus den vorherigen zwei Abschnitten ist für den SFPO gegenüber dem Tropfenabscherversuch als vorteilhaft zu entnehmen, dass folgende potentielle Störgrößen vermieden werden können:

- der variierende Klingenabstand und die variierende Tropfengröße und die daraus resultierenden Schwankungen in den Spannungszuständen im EMV
- die äußerst geringe Matrixmenge und das damit verbundene Ausdampfen etwaiger Härter
- die erzeugten Einbettlängen in den EMV sind schwerer kontrollierbar

Zudem lässt sich aus den Kraft-Verschiebungs-Kurven des SFPO die Einbettlänge entnehmen und häufiger die Knickkraft F_d .

Der SFPO und der SFFT haben gegenüber dem Einzelfasereindruckversuch u.a. den Vorteil, dass die potentiell den Grenzschichtbereich vorschädigenden Probenpräparationsschritte (Mikrotomschnitte, Polieren) wegfallen.

Hinsichtlich der praktischen Anwendbarkeit auf verschiedenste Faser/Matrix-Kombinationen ergänzen sich SFPO und SFFT: Der SFPO ist für verschiedenste Matrices anwendbar – einschließlich intransparenter und spröder Matrices. Letzteres ist in denjenigen Fällen relevant, in denen die Bruchdehnung der Matrix die der Faser nicht ausreichend überschreitet und die SFFT-EMV somit vor Eintritt der Sättigung brechen (vgl. Abschnitt 2.4.1.3). Der SFFT wiederum eignet sich für bestimmte Materialien, bei denen der SFPO nicht anwendbar ist. Das kann beispielsweise bei sehr spröden oder dicken Fasern der Fall sein, die bei der Herstellung von SFPO-EMV nicht ausreichend handhabbar sind (potentielle Vorschädigung spröder Fasern; Faserhalterung mit dicken Fasern teils nicht kompatibel). Ein weiteres Beispiel sind Fasern, deren Reißkraft bei der Prüfung früher erreicht wird als die Maximalkraft F_{max} zur Trennung von Faser und Matrix (auch bei kurzen Einbettlängen).

Daher handelt es sich bei den mikromechanischen Methoden, die bei den experimentellen Untersuchungen dieser Arbeit zum Einsatz kommen, um den SFPO und den SFFT.

2.5 Einflussgrößen auf Ergebnisse mikromechanischer Methoden

Aus den Abschnitten zur Reproduzierbarkeit/Vergleichbarkeit und den Vor- und Nachteilen mikromechanischer Methoden wird geschlussfolgert, dass es eine größere Anzahl an Einflussgrößen gibt, die sich auf die Ergebnisse mikromechanischer Methoden auswirken können. Dies sind zum einen Einflussgrößen wie Verarbeitungsparameter und Umgebungseinflüsse, die die mechanischen Eigenschaften und Ausprägung der Grenzfläche/Grenzschicht mitbestimmen. Zum anderen gibt es Einflussgrößen, die sich auf die gemessene mechanische Reaktion und/oder die berechneten Ergebnisse auswirken. Dazu

gehören beispielsweise einige Prüfparameter und unterschiedliche Vorgehensweisen in der Datenauswertung. Tab. 2.1 enthält eine Zusammenstellung unterschiedlicher Einflussgrößen. Zur Nachverfolgung einzelner Einflussgrößen sind verschiedene Quellen zitiert. Vereinzelt wird neben den Quellen zudem auf nachfolgende Abschnitte verwiesen, in denen zu ausgewählten Einflussgrößen publizierte Ergebnisse diskutiert werden. Darüber hinaus können sich auch Werkstoffparameter wie Matrix- oder Faseroberflächenmodifizierungen erheblich auf die FMH auswirken (nicht in Tabelle enthalten). In solchen Fällen sind die Ausgangsmaterialien für die Verbundbildung andere und somit offensichtlich andere Ergebnisse erwartbar.

Tab. 2.1: Einflussgrößen auf Ergebnisse mikromechanischer Methoden

Kategorien	Einflussgrößen	Quellen
Werkstoffparameter	Faserquerschnitt unrund/Schwankungen in Querschnittsform	
Verarbeitungsparameter/-bedingungen	Temperaturführung bei der Verbundbildung <ul style="list-style-type: none"> • Temperaturen • Haltezeiten/Härtungsdauern • (mögliche Konsequenz: thermo-oxidativer Abbau) • Heiz-/Kühlraten Nachhärten (bei reaktiven Matrices) <ul style="list-style-type: none"> • Temperaturen • Härtungsdauern Härterverdampfung (bei Duroplasten) Reproduzierbarkeit v. Mischprozessen (bei reakt. Matrices) Entgasen der Matrix vor Verbundbildg. (bei reakt. Matrices) Chem. Umgebung/Atmosphäre (Luft(Feuchte)/Inertgas)	[98-101] [7, 99]; s. Abschn. 2.5.1 [102, 103] [104] [7, 105] [7]; s. Abschn. 2.5.1 [93] [106]
Prüfkörpergeometrie/-maße	Matrixform: Tropfen/Scheibe ⁽¹⁾ Matrixmenge Meniskusform: Benetzungswinkel, Matrixradius ⁽²⁾ Faserdurchmesser d_f Einbettlänge l_e	[15, 71, 107] [86, 108] [109] [109, 110]
Konditionierungsparameter	Feuchtigkeit	[10]; s. Abschn. 2.5.2
Prüfparameter/-bedingungen	Krafteinleitungsprinzip - in d. Faser <ul style="list-style-type: none"> • Klemmung/Klebung ⁽²⁾ • Stempelform/-typ ⁽³⁾ Ausrichtung Filament Krafteinleitungsprinzip - in d. Matrix ⁽¹⁾ <ul style="list-style-type: none"> • Klängen (unterschiedliche Abstände) /Lochplatte Freie Faserlänge l_{frei} ⁽²⁾ (Größe, Schwankung) Prüfgeschwindigkeit/Abzugsgeschwindigkeit	[111] [53, 98] [112, 113] [71] [12, 13]; s. Abschn. 2.5.3 [15, 114, 115]; s. Abschn. 2.5.4

	Prüfklima	
	<ul style="list-style-type: none"> • Feuchtigkeit [116] • Temperatur [106, 114, 116-119] 	
Auswertung	Modelle	
	<ul style="list-style-type: none"> • Bestimmung gemittelter/lokaler Größen [51] • Analytisch o. numerisch [85] • direkte/indirekte Bestimmung von τ_d⁽²⁾ [85] • Bestimmung von τ_d via F_d oder F_b⁽²⁾ [57] 	
	Genauigkeit der Bestimmung charakteristischer Größen	
	<ul style="list-style-type: none"> • Debondingkraft F_d⁽²⁾ • Einbettlänge l_e⁽⁴⁾ • Faserdurchmesser d_f • [...] 	
Verschiedenes	Alterung (Feuchtigkeit, Temperatur, Chemikalien)	
	<ul style="list-style-type: none"> • Rohstoffe (vor Verarbeitung) [120] • EMV (vor Prüfung) [121-124] 	

⁽¹⁾ (beim Tropfenabscherversuch)

⁽²⁾ (bei SFPO und Tropfenabscherversuch)

⁽³⁾ (beim Einzelfasereindrückversuch)

⁽⁴⁾ (bei SFPO, Tropfenabscherversuch und Einzelfasereindrückversuch)

Aus der Zusammenstellung der Einflussgrößen sollen im Rahmen der Literaturübersicht die Größen

- a) Härtungsdauer
- b) Feuchtigkeit
- c) Freie Faserlänge
- d) Abzugsgeschwindigkeit

genauer betrachtet werden. Die Gründe für diese Auswahl werden in den folgenden Absätzen erläutert.

Härtungsdauer: Aus Abschnitt 2.4.2 wird gefolgert, dass der Härtungsprozess Einfluss auf die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse mikromechanischer Haftungsuntersuchungen haben kann. Eine wichtige Einflussgröße ist in diesem Zusammenhang die Härtungsdauer. Der Härtungsdauer bei Raumtemperatur (RT-Härtungsdauer) kommt dabei eine besondere praktische Bedeutung zu: Die RT-Härtung läuft nach der Verbundbildung weiter, sofern sich der Verbund in einer Umgebung mit RT befindet und der Vernetzungsprozess noch nicht abgeschlossen ist. Daher ist sie für die Reproduzierbarkeit grundsätzlich bei allen EMV mit duroplastischer Matrix zu bedenken, die zwischen Herstellung und Prüfung bei RT

aufbewahrt werden. Bei der EMV-Herstellung sollten die Bedingungen so eingestellt werden, dass die Verbunde vollständig ausgehärtet sind.

Feuchtigkeit: Zur Untersuchung des Einflusses von Feuchtigkeit auf mikromechanische Methoden werden EMV häufig besonders feuchten Bedingungen ausgesetzt: in feuchtesättigter Luft (100 %rF) oder in Wasserbädern, oft in Kombination mit erhöhten Temperaturen [9, 11, 125]. In vielen Fällen sind jedoch Feuchtigkeitseinflüsse kein Untersuchungsgegenstand bei mechanischen Prüfungen von Kunststoffen und FKV einschließlich EMV; die Konditionierung der Prüfkörper erfolgt bei mechanischen Prüfungen häufig unter moderaten klimatischen Bedingungen: unter Kunststoffklima (50 %rF, 23 °C), (teilweise) unter weniger genau definierbarem „Raum-/Laborklima“ oder im Exsikkator (0 %rF, 23 °C oder „Raumtemperatur“). In der nachfolgenden Literaturübersicht soll daher i) grundsätzlich untersucht werden, welche Veröffentlichungen zum Feuchtigkeitseinfluss bei mikromechanischen Methoden publiziert sind, und ii) der Frage nachgegangen werden, inwiefern auch Studien verfügbar sind, die mit klimatischen Bedingungen arbeiten, welchen denen im Vorsatz (Kunststoffklima; „Raum-/Laborklima“; 0 %rF, 23 °C oder „Raumtemperatur“) ähneln. Kenntnisse zu letzterer Frage wären bei der Einschätzung hilfreich, wie sich Unterschiede in der Konditionierung in diesem eingegrenzten moderaten klimatischen Bereich auf Ergebnisse mikromechanischer Methoden auswirken können.

Freie Faserlänge: Beim SFPO lassen sich durch eine Krafteinleitung in die Faser mittels Klebung minimale freie Faserlängen $l_{frei} < 100 \mu\text{m}$ realisieren [13, 126, 127]. Das dient der Minimierung der Nachgiebigkeit des Gesamtsystems aus Prüfeinrichtung und EMV. Für eine alternative Krafteinleitung in die Faser mittels Klemmung sind freie Faserlängen im Bereich $< 100 \mu\text{m}$ schwer realisierbar. Daher besteht die praxisrelevante [128] Frage, inwiefern mit unterschiedlichen l_{frei} gewonnene SFPO-Ergebnisse miteinander vergleichbar sind.

Abzugsgeschwindigkeit: Für den SFPO sind sehr niedrige (quasi-statische) Abzugsgeschwindigkeiten von bspw. $10^{-2} \mu\text{m/s}$ üblich [58-60]. Eine Erhöhung der Abzugsgeschwindigkeit v_{Abzug} kann die Versuchsdauer des SFPO reduzieren. Grundsätzlich ist bekannt, dass mechanische Prüfungsergebnisse von der Prüfgeschwindigkeit abhängen [129-131]. Daher ist die Fragestellung von praktischer Relevanz [128], welchen Einfluss v_{Abzug} auf SFPO-Ergebnisse haben kann und inwiefern der SFPO ggf. effizienter betreibbar ist.

Zu den Größen a) bis d) wird in den folgenden Abschnitten ein Überblick über die dazu jeweils verfügbaren Arbeiten gegeben. Am Ende dieses Kapitels werden daraus Schlussfolgerungen für die in dieser Arbeit durchzuführenden Untersuchungen gezogen.

2.5.1 Härtungsdauer

Bei der Verwendung duroplastischer Matrices kann sich die Art und Weise der Härtung wesentlich auf die mechanischen Eigenschaften der Matrix, auf die Faser-Matrix-Haftung und somit auf die Verbundeigenschaften auswirken. Wichtige Faktoren sind dabei die Wahl der Härtungstemperatur(en) und -dauer(n), etwaiges Nachhärten (Tempern) sowie die Prüfkörpergeometrie/Matrixmenge, vgl. Tab. 2.1.

In dieser Arbeit ist der Einfluss der Härtungsdauer auf die FMH Untersuchungsgegenstand, und zwar insbesondere der Einfluss der Raumtemperaturhärtung (RT-Härtung). Die RT-Härtung läuft nach der Verbundbildung weiter, sofern sich der Verbund in einer Umgebung mit RT befindet und der Vernetzungsprozess noch nicht abgeschlossen ist. Somit sind experimentelle Untersuchungen zur RT-Härtung von praktischem Interesse. Sie ist relevant bei Verbunden, deren duroplastische Matrix bei RT gehärtet wird. Zudem kann sie bei Verbunden ablaufen, die zuvor bei erhöhten Temperaturen (nach-)gehärtet wurden, sofern der angesprochene Vernetzungsprozess noch nicht abgeschlossen ist.

Gorbatkina untersucht in [7] den Einfluss der Härtungsdauer auf die FMH mittels SFPO. In Abb. 2.10 sind SFPO-Ergebnisse von Messungen an Modellverbunden dargestellt, die aus einem kommerziellen heißhärtenden Epoxidharz-System (basierend auf Bisphenol-A-diglycidylether (DGEBA)) mit aminischem Härter und Stahldraht (Durchmesser 150 μm) hergestellt sind: Sie zeigen die Veränderung der ermittelten scheinbaren Scherfestigkeit τ_{app} über der Härtungsdauer t_c für verschiedene Härtungstemperaturen. Bei den dargestellten Ergebnissen ist für die verschiedenen Härtungstemperaturen einschließlich RT ein prinzipiell vergleichbarer Verlauf beobachtbar: Zu Beginn ist (abgesehen von der Härtungstemperatur 180 °C) eine von der Autorin als Induktionszeit (engl. *induction period*) bezeichnete Anfangsphase erkennbar, in der die Werte für τ_{app} bei etwa 0 MPa liegen. Daran schließt sich ein Anstieg bis zu einem Maximum an, gefolgt von einem Absinken von τ_{app} auf ein praktisch konstantes Niveau. Dabei lässt sich beobachten, dass mit erhöhter Härtungstemperatur die Induktionszeit kürzer wird und das Maximum zu höheren τ_{app} -Werten und kleineren t_c -Werten verschoben wird.

Der beschriebene Verlauf von τ_{app} über t_c mit dem Durchlaufen eines Maximums und dem anschließenden Absinken wird in [7] zudem an einem weiteren kommerziellen Epoxidharz-System (Epoxyanilin-Compound) und einem nicht-kommerziellen Epoxy-Resorcinol-System gezeigt (Härtung bei erhöhten Temperaturen). Es wird darauf verwiesen, dass Einflüsse wie die Härtungsbedingungen an Modellsystemen aus Reinstoffen ausgeprägter beobachtbar sind als bei komplexeren Systemen. Da alle drei genannten Epoxidharz-Systeme einen qualitativ vergleichbaren Verlauf von τ_{app} über t_c aufweisen, folgert die Autorin, dass dieser Verlauf

nicht von der Reinheit oder Komplexität des verwendeten Systems oder dem vorliegenden Reaktionstyp abhängt, sondern von Eigenschaften des entstehenden Polymers.

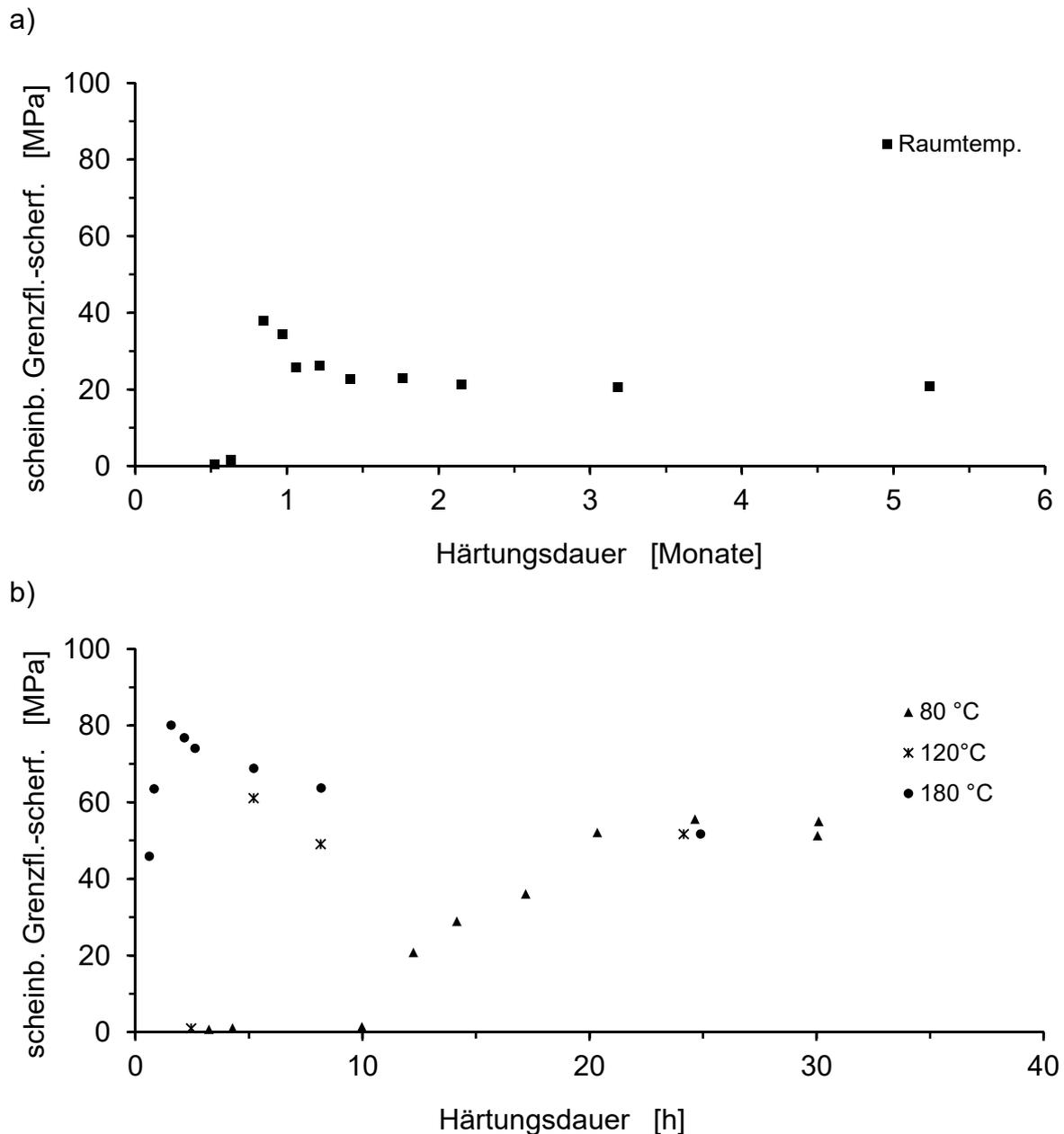


Abb. 2.10: SFPO-Ergebnisse in Form von τ_{app} über t_c von Messungen an Modellverbunden bestehend aus einem heißhärtenden Epoxidharz-System mit aminischem Härter und Stahldraht (Durchmesser $150 \mu\text{m}$): a) Ergebnisse ausschließlich bei RT gehärteter Prüfkörper (Kontaktfläche $0,5 \text{ mm}^2$ (entsprechend Gl. 2.2)), b) Ergebnisse von bei erhöhten Temperaturen gehärteten Prüfkörpern (Kontaktfläche $0,55 \text{ mm}^2$); Daten entnommen aus [7].

Das Vorhandensein von Maxima in den Ergebnissen von τ_{app} über t_c führt Gorbatkina auf den Ablauf von mindestens zwei Prozessen zurück: Einer ist für den Anstieg der τ_{app} -Werte verantwortlich und ein zweiter für das Absinken. Aus deren Überlappen resultiert ein Maximum im τ_{app} - t_c -Verlauf. Die Autorin erklärt ferner, dass es sich bei dem erstgenannten Prozess um den Prozess zur Ausbildung chemischer Bindungen zwischen Faser und Matrix

handelt und bei dem letzteren um den Aufbau thermisch induzierter und schwindungsinduzierter Eigenspannungen [7]. Vergleichbare Beobachtungen zum τ_{app} - t_c -Verlauf werden von Gorbatkina et al. [8] etwa 20 Jahre später bei einem EP-System gemacht, das mit einem Polyaryletherketon modifiziert wird.

Die in Abb. 2.10 dargestellten Ergebnisse stammen von Prüfkörpern mit einem heißhärtenden Epoxidharz-System. Demgegenüber werden in [7] auch Ergebnisse mit typischen kalthärtenden Epoxidharz-Systemen vorgestellt. Abb. 2.11 zeigt den τ_{app} - t_c -Verlauf für zwei kalthärtende Epoxidharz-Systeme bei ausschließlicher RT-Härtung. Innerhalb der ersten Monatshälfte ereignet sich bei beiden Systemen ein starker Anstieg von τ_{app} . Anschließend flacht der ansteigende Verlauf ab und τ_{app} erreicht nach etwa 3 Monaten ein konstantes Niveau. Ein Absinken der τ_{app} -Werte nach Erreichen eines Maximums, wie es in Abb. 2.10 a) bei RT-Härtung des heißhärtenden Systems zu verzeichnen ist, bleibt hier aus. Warum dieser Unterschied zwischen den vorliegenden Ergebnissen bei RT-Härtung mit heiß- und kalthärtenden Systemen besteht, wird nicht ersichtlich.

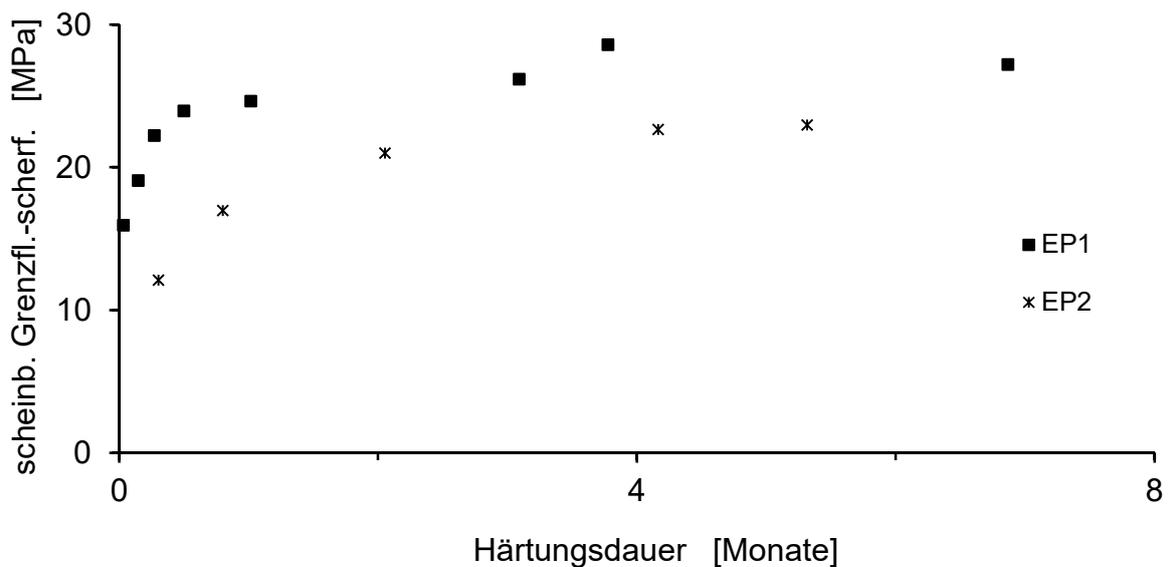
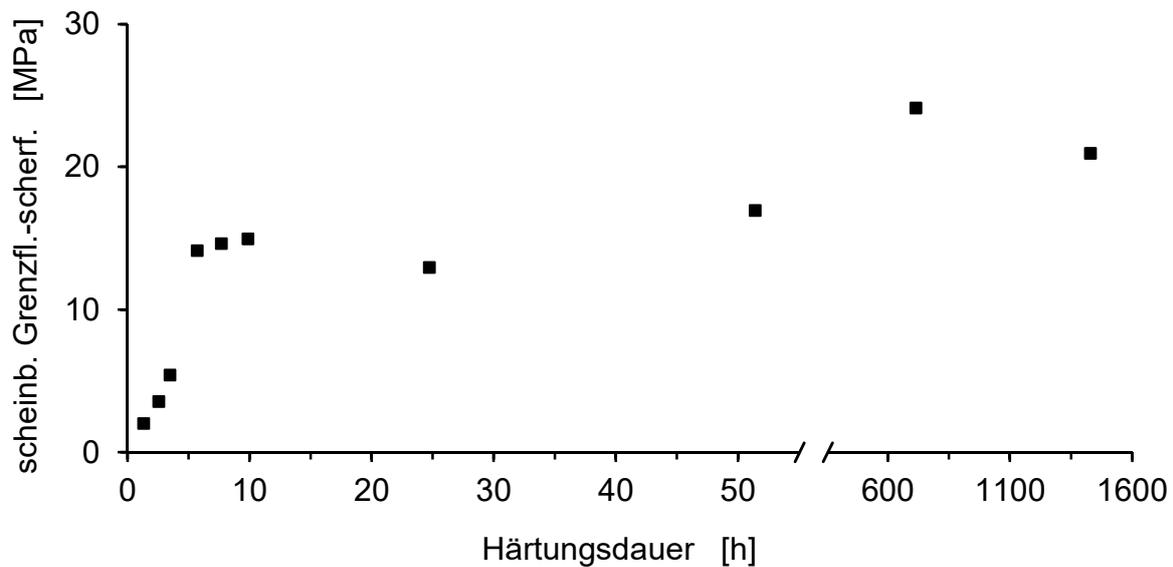


Abb. 2.11: SFPO-Ergebnisse zweier Messreihen in Form von τ_{app} über t_c von ausschließlich bei RT gehärteten Modellverbunden bestehend aus den kalthärtenden Epoxidharz-Systemen EP1 (DGEBA-basiert) und EP2 (in Quelle nicht weiter spezifiziert) und Stahldraht (Durchmesser 150 μm); Daten entnommen aus [7].

Neben den diskutierten Untersuchungen mit EP-basierten Matrices stellt Gorbatkina in [7] auch Ergebnisse aus Versuchen mit Matrices aus ungesättigten Polyesterharzen (UP) vor. In Abb. 2.12 sind SFPO-Ergebnisse (τ_{app} über t_c) aus Versuchen mit Stahldraht und einer UP-Matrix für a) RT-Härtung und b) Nachhärtung bei 100 °C (nach 24 h RT-Härtung) dargestellt. In beiden Fällen beschreibt τ_{app} einen ansteigenden Verlauf, der mit zunehmender Härtungsdauer abflacht. Die bei Abb. 2.10 diskutierte Induktionszeit ist in Abb. 2.12 nicht zu beobachten. In a) lässt sich in den ersten 5-10 h ein starker Anstieg feststellen. Daran schließt

sich ein Verlauf mit geringem Anstieg an, der lt. Quelle nach etwa einem Monat

a)



b)

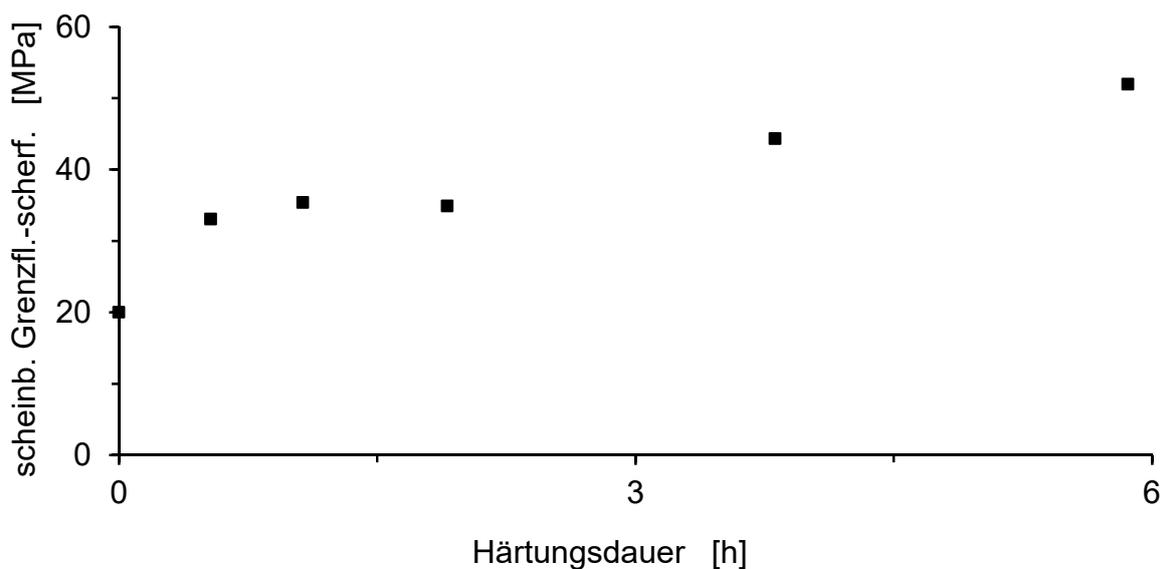


Abb. 2.12: SFPO-Ergebnisse zweier Messreihen in Form von τ_{app} über t_c von Modellverbunden bestehend aus einem UP-System und Stahldraht (Durchmesser $150 \mu\text{m}$) mit unterschiedlichen Härtingsbedingungen: a) ausschließliche RT-Härtung (Kontaktfläche $0,3\text{-}0,9 \text{ mm}^2$), b) Nachhärtung bei $100 \text{ }^\circ\text{C}$ nach vorgeschalteter 24 h-RT-Härtung (Kontaktfläche $0,12 \text{ mm}^2$); Daten entnommen aus [7].

abgeschlossen ist und für etwa 10 weitere Monate ein konstantes Niveau annimmt. In b) beginnt der Verlauf von τ_{app} bereits bei einem Wert von $20 \text{ MPa} > 0 \text{ MPa}$, da dem Nachhärten eine RT-Härtung vorausgeht und der Referenzzeitpunkt für diese Daten das Erreichen der Nachhärtungstemperatur von $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ist.

Es ist auffällig, dass – gegenüber den Ergebnissen in Abb. 2.10 – in Abb. 2.12 für τ_{app} kein Maximum mit anschließendem Abfall auftritt. Gorbatkina erklärt dies mit einem Mangel an Eigenspannungen in den Prüfkörpern: Die Raumtemperatur liegt im Glasübergangsbereich

der üblicherweise RT-gehärteten UP-Matrix, sodass Eigenspannungen relaxieren können. Andere vorgestellte Ergebnisse von SFPO-Versuchen mit einer weiteren kaltgehärteten UP-Matrix zeigen einen vergleichbaren τ_{app-t_c} -Verlauf [7].

Eine Arbeit zur Haftung von optischen Glasfasern mit Polyacrylatbeschichtung (Außendurchmesser ca. 100 μm ; Beschichtungsdicke ca. 10 μm) in Vinylestermatrix [132] enthält unter anderem SFPO-Ergebnisse mit verschiedenen Härtungsdauern. Die Anzahl der Versuchspunkte mit verschiedenen Härtungsdauern bei gleicher Temperatur ist mit zweien gering (Mittelwert (MW) \pm Standardabweichung (engl. *standard deviation*, SD)): $\tau_{app}(80\text{ }^\circ\text{C}, 2\text{ h}) = 2,1 \pm 0,2\text{ MPa}$ und $\tau_{app}(80\text{ }^\circ\text{C}, 13\text{ h}) = 3,8 \pm 0,7\text{ MPa}$. Die Ergebnisse belegen einen Anstieg von τ_{app} über t_c . Ergebnisse zum τ_{app-t_c} -Verlauf bei RT-Härtung liegen nicht vor.

In [133] werden SFFT-Untersuchungen mit EMV aus Glasfasern (Durchmesser lt. Quellentext 30 mm; es wird im Folgenden von 30 μm ausgegangen) in UP-Matrix vorgestellt. Für RT-Härtung liegen Ergebnisse für 1 h Härtungsdauer vor. Für drei erhöhte Härtungstemperaturen 40 $^\circ\text{C}$, 55 $^\circ\text{C}$ und 70 $^\circ\text{C}$ werden jeweils drei verschiedene Härtungsdauern 1 h, 4 h und 8 h untersucht. In Tab. 2.2 sind Ergebnisse der SFFT-Untersuchungen aufgeführt. Inwiefern es sich bei dem aufgeführten unspezifizierten Abweichungs- oder Fehlermaß um die SD oder um den Standardfehler handelt, geht aus der Quelle nicht hervor.

Es werden in [133] keine Angaben zur Sättigung der Prüfkörper infolge der SFFT-Prüfung gemacht: Laut Text werden an den EMV Zugversuche durchgeführt und im Anschluss die Fragmente gezählt – dabei bleibt offen, inwiefern bis zum Bruch belastet wird und bei welchen EMV sich vorher gegebenenfalls Sättigung eingestellt hat oder nicht. Diese Informationen sind wesentlich für eine Auswertung der Daten. Zudem ist festzustellen, dass die dokumentierten Werte für den Zug-E-Modul der EMV zwischen 200 und 500 MPa liegen, während übliche Zug-E-Moduln von Polyesterharzen im niedrigen einstelligen GPa-Bereich [134] zu erwarten sind. Anhand der Entwicklung der angegebenen Zug-E-Modul-Werte in Tab. 2.2 über der Härtungsdauer t_c lässt sich abschätzen, dass in gleicher Weise ermittelte Zug-E-Modul-Werte auch bei höheren t_c -Werten nicht den GPa-Bereich erreichen würden. Abgesehen davon liegt für ausschließliche RT-Härtung lediglich eine Messstelle bei 1 h vor, sodass für diesen Fall kein Verlauf der Fragmentanzahl über t_c verfolgt werden kann. Über die Fragmentanzahl kann auf die kritische Länge l_c geschlossen werden, die wiederum über die Gl. 2.9 mit τ_{app} in Zusammenhang steht. Somit kann grundsätzlich die Fragmentanzahl als relatives Maß für die Höhe der FMH für Vergleiche herangezogen werden.

Tab. 2.2: Ergebnisse aus SFFT-Untersuchungen mit Glasfasern in UP-Matrix [133].

Härtungs- temperatur [°C]	Härtungs- dauer [h]	Prüfkörper- anzahl [-]	Zug- E-Modul [N/mm ²]	UAF*	mittlere Fragmentanzahl [-]	UAF*
22	1	3	327,43	± 21,07	15,00	± 11,35
40	1	3	284,61	± 69,91	36,66	± 7,02
40	4	3	363,10	± 25,49	33,00	± 19,28
40	8	3	414,30	± 72,17	20,00	± 20,07
55	1	2	420,77	± 4,44	9,00	± 2,82
55	4	2	457,60	± 162,27	12,50	± 7,77
55	8	2	418,52	± 5,81	6,00	± 0
70	1	3	421,57	± 28,22	16,66	± 7,23
70	4	3	419,22	± 30,16	10,33	± 2,51
70	8	3	444,11	± 55,52	5,66	± 0,57

*UAF = unspezifiziertes Abweichungs- oder Fehlermaß (keine Angabe in Quelle)

Aufgrund der genannten Punkte und Unklarheiten im letzten Absatz werden die Ergebnisse aus [133] (insbesondere der Verlauf der Fragmentanzahl über t_c) im Literaturreückblick dieser Arbeit nicht detailliert diskutiert.

Folglich sind nach bisherigem Kenntnisstand keine zweifelsfrei belastbaren SFFT-Ergebnisse zum Einfluss der Härtungsdauer verfügbar.

Neben den Arbeiten zum Einfluss der Härtungsdauer bei thermischer Härtung sind für den interessierten Leser auch Untersuchungen zum Einfluss der Härtungsdauer oder -dosis für das Härten durch Bestrahlung mit Mikrowellen [135], UV-Licht [136] oder Elektronen [137, 138] verfügbar.

2.5.2 Feuchtigkeit

Zum Einfluss von Feuchtigkeit auf die FMH in FKV sind Untersuchungen mit mikromechanischen Methoden (SFPO, Tropfenabscherversuch, SFFT, Einzelfasereindruckversuch) publiziert. Die Feuchtigkeitsexposition erfolgt in unterschiedlicher Weise: in feuchter Luft, in Wasserdampf oder in einem Wasserbad. Der Großteil dieser Untersuchungen betrifft Glas- [116, 120, 123, 125, 139-148] oder Kohlenstofffasern [9-11, 121, 142, 149], ein Teil auch Aramidfasern [140, 142, 150]. Vereinzelt wird von Arbeiten mit Borfasern [141] und Stahlfasern [116, 141] berichtet. Zumeist werden EP-Matrices verwendet, teilweise auch andere Duroplaste [148, 149] und Thermoplaste [116, 142]. Mit Ausnahme von Ergebnissen aus [142] zu GF, CF und AF in einer PE-Matrix zeigen alle genannten Quellen unabhängig von Faser- und Matrixmaterial

sowie Prüfmethode durch Feuchtigkeitseinfluss eine reduzierte FMH. Feuchtebedingte Effekte werden teilweise durch den zusätzlichen Einsatz erhöhter Temperaturen verstärkt. Die Effekte sind teilweise reversibel oder irreversibel. In den folgenden Absätzen wird die Diskussion auf Arbeiten mit Glas- und Kohlenstofffasern (in dieser Reihenfolge) begrenzt. Für Aramidfasern wird auf die oben genannten Quellen verwiesen.

Koenig und Emadipour [139] untersuchen silanisierte E-GF mit unterschiedlich dicken Silanfilmen in einer EP-Matrix bezüglich ihrer Feuchteempfindlichkeit mittels SFPO. Dazu werden die EMV im Wasserbad bei 95 °C für eine Dauer zwischen 3 h und 9 Monaten gelagert. Die zugehörigen Ergebnisse zeigen bereits nach 3 h einen Abfall der Grenzflächenscherfestigkeit um 48 %. Nach 9 Monaten ist die Grenzflächenscherfestigkeit um 85 % gesunken. Ähnliches wird für mit unterschiedlichen Silanen modifizierte E-GF in einer EP-Matrix zu berichtet [125]. SFFT-EMV werden im Exsikkator trocken gelagert und ein Teil der EMV kochendem Wasser ausgesetzt. Nach 2 h der Wassereexposition wird für die ungeschlichtete Faservariante eine Reduzierung der Grenzflächenscherfestigkeit τ_{app} um 50 % detektiert (sehr vergleichbar mit halbierten τ_{app} -Werten aus [140] von E-GF/EP-EMV (Tropfenabscherversuch) nach 1 h in Wasser bei 88 °C). Die entsprechenden τ_{app} -Werte der silanisierten Faservarianten sinken bei der zweistündigen Exposition um 25 - 35 %. Gorbatkina und Shaidurova [141] vergleichen GF/EP-EMV, die bei Raumtemperatur in Luft und Wasser gelagert werden, mittels SFPO. Bei den in Luft gelagerten EMV bleibt τ_{app} über 80 Tage hinweg konstant. Bei den in Wasser gelagerten EMV hingegen beginnt τ_{app} nach ca. 10 Tagen abzusinken und erreicht nach 40 - 50 Tagen ein konstantes Niveau von ca. 60 % des Ausgangswertes. Bei Tropfenabscherversuchen von GF/PA6-EMV [116] reicht offenbar bereits eine Akklimatisierung von 1 h vor Prüfungsbeginn an ein Prüfklima von 90 %rF bei 25 °C, um τ_{app} um ca. 40 % zu senken (im Vergleich zu Referenzwert, gemessen bei Laborklima von ca. 30 %rF und 25 °C).

Für den Abbau der FMH bei GF in polymeren Matrices werden im Wesentlichen zwei Gründe bzw. Mechanismen diskutiert [123, 125, 140, 141]: Einerseits bewirkt die Feuchte eine Plastifizierung der Matrix (mechanischer Eigenschaftsabbau) und eine (damit verbundene [151, 152]) Absenkung der Glasübergangstemperatur. Dieser Eigenschaftsabbau kann durch Rücktrocknung rückgängig gemacht werden (Abbau ist reversibel oder annähernd reversibel). Andererseits kann die Feuchte einen chemischen Eigenschaftsabbau von Matrix, Grenzschicht und Glasfaser [143, 144, 148] bewirken (irreversibel).

Kohlenstofffasern hingegen werden bezüglich Feuchtigkeitseinwirkung als unempfindlich beschrieben [9, 11]. Drzal, Rich und Koenig berichten in [9] von SFFT-Untersuchungen an oberflächenbehandelten CF (mit und ohne EP-Film (engl. *finish*)) in EP-Matrix. CF/EP-EMV werden bei 20 °C sowie höheren Temperaturen mit einer relativen Luftfeuchtigkeit von

jeweils 100 %rF konditioniert, bis bei der Feuchtigkeitsaufnahme Sättigung eintritt (Gewichtskonstanz). Die τ_{app} -Ergebnisse der bei 20 °C und 100 %rF konditionierten EMV sind gegenüber denen der trockenen Referenz reduziert: für die EMV mit CF ohne *finish* um 27 % und für jene mit CF inkl. *finish* um 36 %. Durch eine Rücktrocknung feuchtegesättigter EMV nach genannter Konditionierung wird im Falle der CF ohne *finish* der ursprüngliche τ_{app} -Referenzwert zum größeren Teil wieder hergestellt. Im Falle der CF mit *finish* liegt τ_{app} nach der Rücktrocknung weiterhin 20 % unterhalb des zugehörigen Referenzwertes (partiell reversibel). Die Autoren erklären den Abfall von τ_{app} bei der 20 °C-Konditionierung mit der (teilweise) reversiblen Plastifizierung der Matrix aufgrund der Feuchteaufnahme. Chemische Änderungen der Faseroberfläche schließen sie als Grund aus. Mit höheren Konditionierungstemperaturen (70 °C, 125 °C) sinken die τ_{app} -Ergebnisse durch Feuchteaufnahme für beide Faservarianten zunehmend stärker. Die Erholung der τ_{app} -Werte durch Rücktrocknung wird geringer (der irreversible Anteil der τ_{app} -Absenkung wächst).

Ähnliche SFFT-Ergebnisse zu CF in verschiedenen EP-Matrixvarianten werden in [11] vorgestellt. Eine Lagerung von CF/EP-EMV in einem Wasserbad (55 °C) bis zur Sättigung führt zu 30 - 50 % niedrigeren τ_{app} -Werten (Referenz-EMV lt. Quelle „trocken“, keine Angabe in %rF zur Konditionierung; Temperatur vermutl. Labortemperatur (22 °C)). Eine Rücktrocknung feuchtegesättigter EMV (55 °C, bis zur Gewichtskonstanz) stellt das jeweilige τ_{app} -Ausgangsniveau wieder her.

In [10] werden unterschiedlich oberflächenmodifizierte CF in EP-Matrix mittels SFFT untersucht. Die EMV werden bei 25 °C und relativen Luftfeuchtigkeitswerten von 25 %rF, 55 %rF und 95 %rF konditioniert. Die Feuchtigkeitsaufnahme der Matrix bis zu einem annähernd konstanten Niveau dauert bei den relativen Luftfeuchtigkeiten 25 %rF und 55 %rF jeweils ca. 90 Tage. Die schließlich bei Sättigung erreichten Feuchtigkeitsgehalte in der Matrix liegen für 25 %rF und 55 %rF bei etwa 0,15 % bzw. 1,0 % (bezogen auf die Masse der Matrixproben). Bei der Konditionierung mit 95 %rF erscheint der Anstieg der Feuchtigkeit in der Matrix nach 290 Tagen noch nicht gänzlich abgeschlossen. Der nach 290 Tagen erreichte Feuchtigkeitsgehalt in der Matrix liegt bei ca. 2 % (bezogen auf die Masse der Matrixproben). Für verschiedene Feuchtegehalte der Matrix im Wertebereich zwischen 0 % und 2 % (bezogen auf die EMV-Masse) werden SFFT-Untersuchungen durchgeführt. Es wird berichtet, dass abhängig von der Faserflächenmodifizierung mit steigendem Feuchtegehalt der EMV auch die kritischen Fragmentlängen l_c um 50 % oder mehr ansteigen. Dieser Anstieg der l_c -Werte dokumentiert generell ein verringertes Spannungsübertragungsvermögen zwischen Faser und Matrix (vorausgesetzt $d_f = \text{konst.}$). Dieses verringerte Spannungsübertragungsvermögen wird in [10] mit den durch die

Feuchtigkeit verminderten mechanischen Matriceigenschaften erklärt. In dem Zusammenhang wird auf eine feuchtigkeitsbedingt abnehmende Glasübergangstemperatur hingewiesen.

2.5.3 Freie Faserlänge

Die Variation der freien Faserlänge l_{frei} hat einen bedeutenden Einfluss auf den Verlauf der Kraft-Verschiebungs-Kurven beim SFPO [12, 94, 153]: Die freie Faserlänge hat mit ihrer längenabhängigen Nachgiebigkeit wesentlichen Einfluss auf die Nachgiebigkeit des mechanischen Gesamtsystems aus Prüfeinrichtung und EMV. Eine Erhöhung von l_{frei} erhöht die Nachgiebigkeit des Gesamtsystems und hat so niedrigere Steigungen in der Kraft-Verschiebungs-Kurve zwischen Koordinatenursprung und Erreichen der Maximalkraft zur Folge. Das kann dazu führen, dass aufgrund einer hohen Nachgiebigkeit der Moment der Rissinitiierung und die damit verbundene Steigungsänderung in der Kurve schwer oder nicht mehr erkennbar sind. Laut [72] ist das bei freien Faserlängen von etwa 1 mm der Fall. Ebenso ist mit einer Erhöhung der freien Faserlänge verbunden, dass ihre Kontraktion im Moment der vollständigen Ablösung von Faser und Matrix entsprechend größer ausfällt. Der nach der Ablösung in der Matrix verbliebene Faserabschnitt ist $< l_e$ und unterscheidet sich umso mehr von l_e , je größer l_{frei} ist. Das hat zum einen Einfluss auf die resultierende Höhe der Restreibkraft F_b [153]. Zum anderen führt das zu einer ungenaueren Bestimmung der damit berechneten Spannung τ_f . Die Längenabschätzung des in der Matrix verbliebenen Faserabschnitts ist oft stärker fehlerbehaftet (aufgrund der Nachgiebigkeit des Gesamtsystems) [60] und eine Abschätzung dieser Länge als $\approx l_e$ kann abhängig von der Höhe von l_{frei} ungenau werden. Eine weitere Erhöhung von l_{frei} kann dazu führen, dass die genannte Kontraktion der freien Faserlänge im Moment der Ablösung größer ist als l_e . Dadurch fällt die gemessene Kraft auf 0 N und der reibbehaftete Auszug ist in der Kraft-Verschiebungs-Kurve nicht mehr nachvollziehbar [12, 83].

Piggott und Chua [12] tragen für die l_{frei} -Werte 1 mm, 5 mm und 10 mm verschiedene gemessene Wertepaare aus Maximalkräften über ihren Einbettlängen l_e auf (GF in Duroplast; Prüfungsgeschwindigkeit konstant). Sie stellen fest, dass alle Wertepaare derselben Fitkurve folgen. Das spricht gegen einen Einfluss von l_{frei} auf F_{max} .

In [13] wird von experimentellen Untersuchungen (E-GF in PA66) und einer numerischen Simulation mit jeweils variierter freier Faserlänge berichtet. Für die freien Faserlängen 30 μm und 3000 μm werden experimentelle und simulierte Kraft-Verschiebungs-Kurven gezeigt. Aus Experiment und Simulation geht hervor, dass es bei dem hohen l_{frei} -Wert zu einem nahezu linearen Anstieg der Kurve bis zum Erreichen von F_{max} kommt (wie bereits diskutiert). Demgegenüber ist bei $l_{frei} = 30 \mu\text{m}$ die Rissinitiierung in Experiment und Simulation deutlich erkennbar. Für alle simulierten Kraft-Verschiebungs-Kurven wird

(unabhängig von l_{frei}) ein konstanter Wert für die Debondingkraft F_d verwendet. Der freien Faserlänge wird somit keinerlei Einfluss auf die Höhe F_d zugeordnet. Inwiefern F_{max} durch eine veränderte freie Faserlänge beeinflussbar ist, wird nicht besprochen.

2.5.4 Abzugsgeschwindigkeit

Verschiedene Quellen belegen, dass die Abzugsgeschwindigkeit oder Belastungsrate beim SFPO die Messergebnisse beeinflusst [7, 14, 15, 154, 155].

Gorbatkina et al. zeigen in [7] und [14] für verschiedene polymere Matrices (duroplastisch und thermoplastisch), kombiniert mit GF, CF oder Stahldraht, dass die scheinbare Grenzflächenscherfestigkeit τ_{app} linear mit der logarithmierten Änderungsrate der Grenzflächenscherspannung $\lg \dot{\tau}$ ansteigt. $\dot{\tau}$ ist dabei definiert als

$$\dot{\tau} = \frac{\dot{F}}{A} = \frac{\dot{F}}{\pi d_f l_e}, \quad (2.13)$$

wobei \dot{F} für die Änderungsrate der externen Prüfkraft steht und A für die Kontaktfläche zwischen Faser und Matrix. Die Berechnung von $\dot{\tau}$ erfolgt somit in Anlehnung an die Berechnung von τ_{app} (vgl. Abschnitt 2.4.1.1, Gl. 2.2). Das Aufbringen der Prüfkraft erfolgt mit konstanter Abzugsgeschwindigkeit (wegeregelt, nicht kraftgeregelt). Gleichwohl wird eine konstante Rate $\dot{F} = \text{konst.}$ mit der Begründung angenommen, dass die Kraft-Verschiebungs-Kurven bis zum Erreichen von F_{max} linear verlaufen (das System aus Prüfeinrichtung und EMV hat offenbar eine hohe Nachgiebigkeit, die für diese Linearität sorgt).

In Abb. 2.13 sind die Verläufe von τ_{app} über $\lg \dot{\tau}$ für eine GF/EP- und eine CF/EP-Materialkombination aufgetragen. Die Ergebnisse zeigen einen näherungsweise linearen Verlauf. Gorbatkina et al. stellen dazu folgenden allgemeinen Zusammenhang her [7, 14]:

$$\tau_{app} = C_1 + C_2 \lg \dot{\tau}. \quad (2.14)$$

C_2 beziffert somit den mittleren Anstieg von τ_{app} bei einer Erhöhung von $\dot{\tau}$ um eine Größenordnung 10^1 . C_2 beschreibt auf diese Weise die Empfindlichkeit von τ_{app} bezüglich Änderungen von $\dot{\tau}$ (C_1 ist Ordinatenabschnitt). In [14] werden für die beiden in Abb. 2.13 dargestellten Materialkombinationen GF/EP und CF/EP Werte für C_2 von ca. 4,5 MPa bzw. 10,5 MPa angegeben. Laut der Quelle ist die Anwendbarkeit von Gl. 2.14 für duroplastische und thermoplastische Matrices ein Hinweis auf die Allgemeingültigkeit des Mechanismus. Gleichwohl unterscheiden sich die Konstanten für verschiedene Faser-Matrix-Systeme zum Teil deutlich.

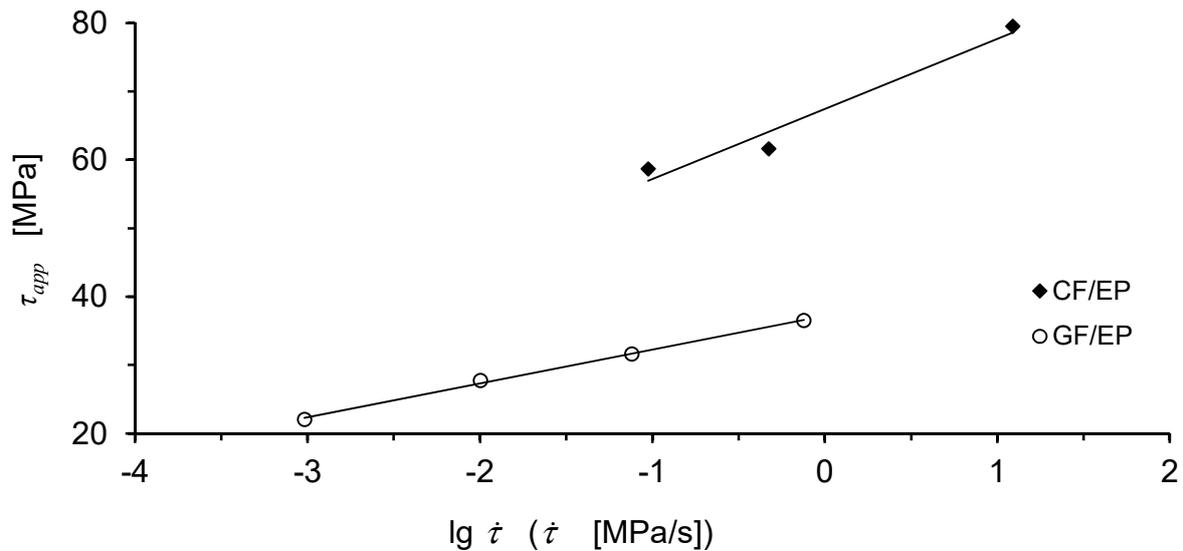


Abb. 2.13: Verlauf von τ_{app} über $\lg \dot{\tau}$ für eine GF/EP- und eine CF/EP-Materialkombination; EP-Matrix: heißhärtend; CF: $d_f = 6,8-7,1 \mu\text{m}$, $A = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{mm}^2$; GF: alkalifrei, $d_f = 13,5 \mu\text{m}$, $A = 7 \cdot 10^{-3} \text{mm}^2$; Daten entnommen aus [14] (zu Standardabweichungen werden dort keine Angaben gemacht).

Im Unterschied zu [7, 14] berichtet [154] von Tropfenabscherversuchen mit einem absteigenden Trend der scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeiten τ_{app} bei wachsenden Prüfgeschwindigkeiten v_{Abzug} . Abb. 2.14 zeigt dazu Untersuchungsergebnisse für die Materialkombination aus einer EP-Matrix und Aramidfasern (AF), deren Standardabweichungsbereiche jedoch überlappen (Prüftemperatur: 21 °C; der absteigende Trend wird ebenso für erhöhte Prüftemperaturen gezeigt). Die Autoren beschreiben diesen Trend mit einer Gleichung, die zwischen τ_{app} und der logarithmierten v_{Abzug} einen Zusammenhang herstellt. Die Gleichung entspricht damit prinzipiell Gl. 2.14 mit dem Unterschied, dass in Gl. 2.14 statt der Prüfgeschwindigkeit die damit zusammenhängende Änderungsrate der Grenzflächenscherspannung $\dot{\tau}$ logarithmiert wird. In [154] sind im Gegensatz zu [7, 14] keine Änderungsraten der Grenzflächenscherspannung angegeben. Mit Angaben zur Geschwindigkeit allein können die Ergebnisse nicht mit denen anderer Quellen (u.a. [7, 14], s.o.) in Beziehung gesetzt werden: Es ist möglich, dass zwei EMV in zwei verschiedenen Prüfeinrichtungen mit exakt der gleichen Abzugsgeschwindigkeit geprüft werden, die Grenzflächenscherspannungen jedoch in einem EMV um ein Vielfaches schneller ansteigen als in dem anderen. Entscheidend ist die Kombination aus Nachgiebigkeit des Gesamtsystems (Prüfeinrichtung, freie Faserlänge, EMV) und Abzugsgeschwindigkeit: Aus diesen beiden Größen ergibt sich die Änderungsrate der externen Prüfkraft und daraus die Änderungsrate der Grenzflächenscherspannung. Anhand der in der Quelle enthaltenen Daten sind Rückschlüsse auf die genannten Raten nicht möglich.

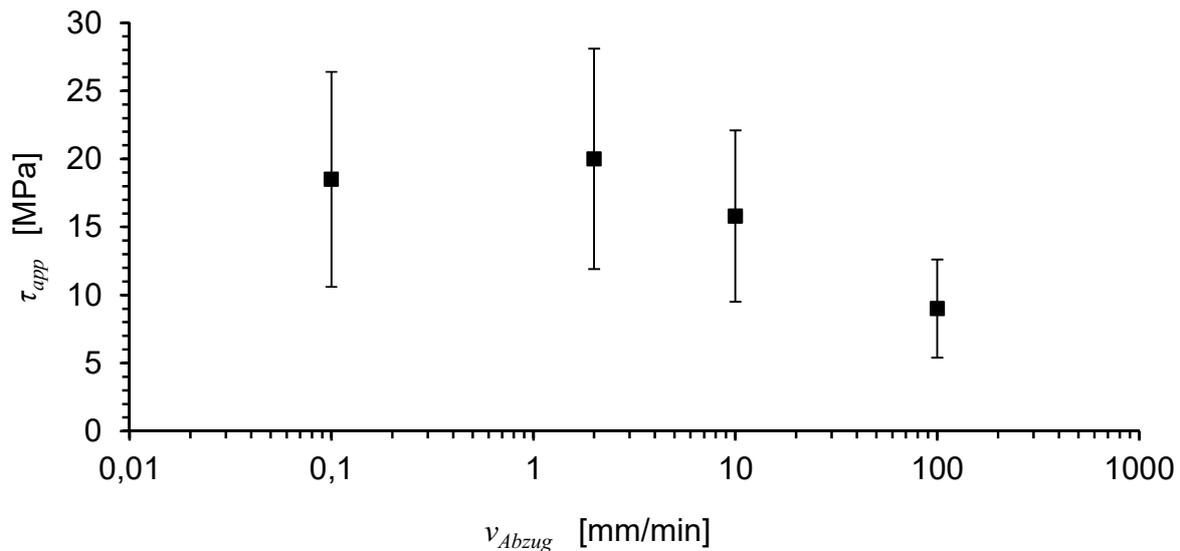


Abb. 2.14: Verlauf der scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeit über der Abzugsgeschwindigkeit von Untersuchungen an AF/EP-EMV (Fehlerbalken geben Standardabweichungen an); Daten entnommen aus [154].

Darüber hinaus ist bei der Änderungsrate der Grenzflächenscherspannung $\dot{\tau}$ grundsätzlich zu beachten, dass sich ein EMV bei der Belastung entlang der Einbettlänge l_e unterschiedlich stark deformiert. Folglich variiert $\dot{\tau}$ auch innerhalb eines EMV entlang l_e . Somit handelt es sich bei $\dot{\tau}$ nach Gl. 2.13 um eine Größe, die vor allem zur Einordnung dient: $\dot{\tau}$ ermöglicht einen Abgleich, inwiefern sich verschiedene Untersuchungen hinsichtlich der durchschnittlichen Rate der Spannungserhöhung in der Grenzfläche in vergleichbaren Größenordnungen befinden.

Absteigende Trends von τ_{app} über v_{Abzug} werden auch bei Tropfenabscherversuchen in [155] beobachtet (Materialkombinationen: GF/UP und AF/EP).

Eine mögliche Erklärung für i) den o.g. Anstieg der τ_{app} -Werte über $\dot{\tau}$ [7, 14] auf der einen Seite und ii) den o.g. absteigenden Trend von τ_{app} über v_{Abzug} [154, 155] auf der anderen Seite bietet [15]: In dieser Publikation wird der sogenannte *cylinder test* (eine Variante des Tropfenabscherversuchs) durchgeführt und der Einfluss der Abzugsgeschwindigkeit auf τ_{app} untersucht. Die Untersuchungen erfolgen an Glasfasern in zwei UP-Matrices (ein UP-System: einmal ohne und einmal mit Weichmacher). Abb. 2.15 zeigt die Ergebnisse für die unbehandelten GF in der UP-Matrix ohne Weichmacher. Mit steigender Abzugsgeschwindigkeit sinken die τ_{app} -Werte zunächst bis zu einem Minimum (bei ca. 0,2 mm/min). Dann beginnt τ_{app} zu steigen und erreicht schließlich ein Plateau (bei ca. 6 mm/min). Die Untersuchungen mit der UP-Matrix inkl. Weichmacher dienen lt. den Autoren dem Zweck, zu prüfen, inwiefern dieser Kurvenverlauf nur für diese eine Materialkombination beobachtbar oder möglicherweise grundsätzlicherer Natur ist. Die Ergebnisse der EMV mit UP-Matrix inkl. Weichmacher zeigen einen qualitativ

vergleichbaren Verlauf von τ_{app} über v_{Abzug} (Abstieg, Anstieg, Plateau) mit insgesamt niedrigeren τ_{app} -Werten.

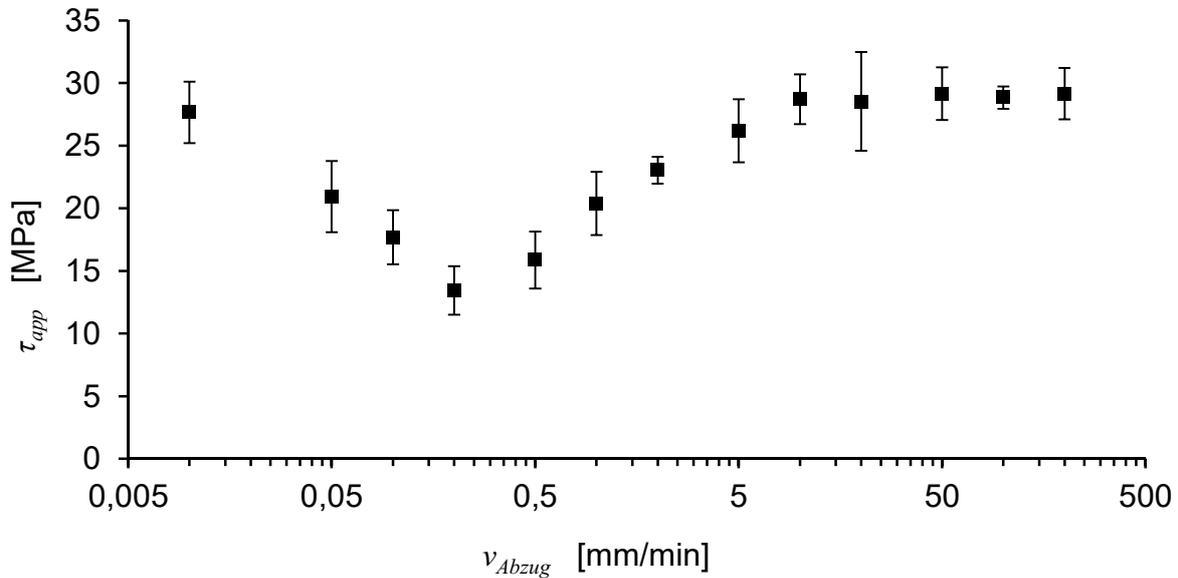


Abb. 2.15: Verlauf der scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeit über der Abzugsgeschwindigkeit von Untersuchungen an GF/UP-EMV (keine Angaben in Quelle, inwiefern Fehlerbalken Standardabweichungen oder -fehler anzeigen); Daten entnommen aus [15].

Der Kurvenverlauf in Abb. 2.15 wird in [15] mit zwei überlagerten Prozessen erklärt: Ein Prozess sorgt für ein monotonen Absinken von τ_{app} über v_{Abzug} (Prozess_1), der andere für einen monotonen Anstieg (Prozess_2). Dieser Erklärungsansatz konzentriert sich auf die Verbindungsmoleküle (engl. *tie molecules*) an der Grenzfläche zwischen Faser und Matrix. Im Prozess_1 kommt es lt. Quelle bei langsam fortschreitender Deformation des EMV an der Grenzfläche zur Ablösung einzelner Verbindungsmoleküle von der Faseroberfläche. Aufgrund der geringen Geschwindigkeit kann ein Teil der Verbindungsmoleküle an anderer Stelle erneut an die Faseroberfläche anbinden. Mit steigender Geschwindigkeit können weniger Verbindungsmoleküle nach dem Ablösen erneut eine Verbindung herstellen. Folglich sinkt die Anzahl aktiver Verbindungsmoleküle mit der Geschwindigkeit. Gleichzeitig kommt es mit der weiteren Erhöhung der Geschwindigkeit (Prozess_2) zu einer Versteifung der aktiven Verbindungsmoleküle. Das wiederum führt dazu, dass sich die Verformung auf den grenzflächennahen Bereich in der Matrix ausdehnt und daher weitere Moleküle mitverformt werden. Somit wird die grenzflächennahe aktive Zone vergrößert. Das erklärt nach Ansicht der Autoren den Anstieg von τ_{app} bis zum Plateau.

Auch in [15] ist anhand der Angaben kein Rückschluss auf die Änderungsrate der Grenzflächenscherspannung möglich. Ein direkter Vergleich der Ergebnisse in Abb. 2.15 mit denen in Abb. 2.13 ist somit nicht möglich (ebenso wenig mit denen in Abb. 2.14, die ihrerseits auch nur Geschwindigkeitsangaben enthält). Wenngleich genannter Vergleich nicht

möglich ist, so bieten die Ausführungen und Ergebnisse in [15] doch eine mögliche Erklärung dafür, dass in den diskutierten Quellen zum Teil über v_{Abzug} ansteigende und zum Teil absteigende τ_{app} -Werte (s. S. 42, Punkte i) und ii)) beobachtet werden. Demnach ist denkbar, dass in dem $\dot{\tau}$ -Wertebereich der Ergebnisse in [7, 14] Prozess_2 dominiert. Entsprechend ist für die Ergebnisse aus [154, 155] denkbar, dass die nicht dokumentierten Änderungsraten der Grenzflächenspannung in einem Bereich liegen, in dem Prozess_1 überwiegt.

2.6 Störung von Eingangsdaten

In dieser Arbeit werden zur Bewertung der FMH die Größen τ_{app} (nach Gl. 2.2 für den SFPO, nach Gl. 2.9 für den SFFT) und τ_d (nach Gl. 2.3 bis Gl. 2.7 für den SFPO) verwendet. In ihre Berechnung gehen verschiedene Eingangsdaten ein. Zu den Eingangsdaten können je nach Berechnungsmodell verschiedene Materialeigenschaften, EMV-Geometrien, Temperaturen und Kräfte gehören. Für die Anwendung mikromechanischer Methoden ist von Interesse, wie stark sich Bestimmungsfehler (Störungen) dieser Eingangsdaten (bspw. l_e , d_f , $E_m \dots$) auf das Endergebnis auswirken. In der Praxis haben Kenntnisse über das jeweilige Ausmaß dieser Auswirkungen folgenden Vorteil: Es lässt sich einschätzen,

- i) bei welchen Eingangsdaten ein erhöhter Aufwand für ihre präzisere Ermittlung ratsam ist, da er sich nennenswert auf das Endergebnis auswirkt, und
- ii) bei welchen Eingangsdaten dafür kein erhöhter Aufwand erforderlich ist, da ein präziser ermittelter Wert das Endergebnis nur marginal beeinflusst.

In der Numerik befasst sich die sogenannte Fehlerfortpflanzung mit den Auswirkungen von Störungen von Eingangsdaten. Als Maß für die genannten Auswirkungen dient die Konditionszahl K . Sie soll im Folgenden vorgestellt werden. Dazu sind im Vorfeld mehrere Definitionen einzuführen: x ist die Eingabe (Eingangsgröße), Δx ihr zugehöriger absoluter Fehler (Störung). Ferner ist y die Ausgabe (Endergebnis) mit dem zugehörigen absoluten Fehler Δy . Die entsprechenden relativen Fehler sind definiert als $\epsilon_x = \Delta x/x$ und $\epsilon_y = \Delta y/y$. Eingabe und Ausgabe stehen über die numerische Aufgabe A der allgemeinen Form $A : x \rightarrow y$ in Zusammenhang. Es gilt $y = A(x)$. Darauf aufbauend wird in [156] die Konditionszahl hergeleitet und ist wie folgt definiert:

$$K = \frac{\partial A(x)}{\partial x} \cdot \frac{x}{A(x)} = \frac{\partial y}{\partial x} \cdot \frac{x}{y}. \quad (2.15)$$

Gl. 2.15 enthält die erste Ableitung von y nach x . Wird die Ableitung näherungsweise in Differenzen beschrieben, lässt sich K daher wie folgt ausdrücken:

$$K \approx \frac{\Delta y}{\Delta x} \cdot \frac{x}{y} = \frac{\left(\frac{\Delta y}{y}\right)}{\left(\frac{\Delta x}{x}\right)} = \frac{\epsilon_y}{\epsilon_x}. \quad (2.16)$$

Deshalb kann K als Quotient aus dem relativen Ausgabefehler durch den relativen Eingabefehler aufgefasst werden. K ist damit ein Maß für die fehlerverstärkende Wirkung der numerischen Aufgabe A . Wenn $|K| \geq 1$ ist, wird dies als Fehlerverstärkung bezeichnet. $|K| < 1$ beschreibt eine fehlerdämpfende Wirkung [156]. Für K wird daher auch der Begriff Fehlerverstärkungsfaktor verwendet [157].

Dabei ist zu beachten, dass bei der Berechnung der Konditionszahlen bis auf die jeweils betrachtete gestörte Eingangsgröße alle anderen Eingangsgrößen konstant gehalten werden. Damit geht auch einher, dass eine Konditionszahl stets für einen konkreten Datensatz mit konkreten Werten für die Eingangsgrößen berechnet wird. Eine Konditionszahl ist somit nicht allgemeingültig für die Aufgabe A (sondern von dem jeweiligen zugrunde liegenden Datensatz abhängig).

Der Nutzen der Konditionszahl soll im Folgenden anhand eines Beispiels erläutert werden. Bei der o.g. Größe τ_d (lokale Grenzflächenscherfestigkeit) gehen in ihre Berechnung nach Gl. 2.3 bis Gl. 2.7 verschiedene Eingangsgrößen ein. Die Werte, die für die verschiedenen Eingangsgrößen ermittelt werden, sind jeweils mit (größeren oder kleineren) Bestimmungsfehlern behaftet. Für die Eingangsgröße d_f (Faserdurchmesser) bspw. resultiert aus einer mikroskopischen Bestimmung ein Bestimmungsfehler aufgrund der begrenzten Auflösung des Mikroskops und der Subjektivität des Bedieners.

Es sei für die Berechnung von τ_d nach Gl. 2.3 bis Gl. 2.7 ein Datensatz mit jeweils einem festen Wert für jede Eingangsgröße gegeben. Ferner seien bspw. für die Eingangsgrößen d_f und E_{fa} (axialer Zug-E-Modul der Faser) die relativen Eingabefehler bekannt/abschätzbar. Dann können für d_f und E_{fa} die jeweiligen Konditionszahlen für die Berechnung von τ_d ermittelt und miteinander verglichen werden.

Seien bspw. die Werte der Konditionszahlen für d_f und E_{fa} mit 1,3 bzw. 0,2 gegeben. Dann wird ein relativer Eingabefehler von d_f durch die Berechnung von τ_d verstärkt ($|K| = 1,3 > 1$), während ein relativer Eingabefehler von E_{fa} durch sie gedämpft wird ($|K| = 0,2 < 1$). Ein gleicher relativer Eingabefehler würde folglich bei der Eingangsgröße d_f zu deutlich größeren Fehlern im Endergebnis τ_d führen als bei der Eingangsgröße E_{fa} .

Auf Basis des Vergleichs der Konditionszahlen kann somit eingeschätzt werden, welche Eingangsgrößen bei einer Störung einen stärkeren und welche einen schwächeren Einfluss auf

das Endergebnis τ_d haben. Im gegebenen Zahlenbeispiel hat folglich die Eingangsgröße d_f einen deutlich stärkeren Einfluss auf das Endergebnis als E_{fa} .

Die Definitionen der Größen K , ϵ_x und ϵ_y werden in Kapitel 6 zur Auswertung von Ergebnissen verwendet.

2.7 Schlussfolgerung aus dem wissenschaftlichen Kenntnisstand für die experimentellen Untersuchungen

In den einleitenden Absätzen des Abschnitts 2.5 wird die Motivation zur genaueren Betrachtung der Einflussgrößen Härtungsdauer, Feuchtigkeit, freie Faserlänge (SFPO) und Abzugsgeschwindigkeit (SFPO) erläutert. Diese Betrachtung erfolgt in den Abschnitten 2.5.1 bis 2.5.4. Die aus ebendiesen Abschnitten gezogenen Schlussfolgerungen für die experimentellen Untersuchungen dieser Arbeit werden in den folgenden Absätzen erläutert.

In Abschnitt 2.5.1 wird ein Überblick über bisher publizierte Arbeiten zum Einfluss der Härtungsdauer auf Ergebnisse mikromechanischer Methoden gegeben. Es wird geschlussfolgert, dass bisher ausschließlich mit dem SFPO gewonnene nutzbare Ergebnisse vorliegen. Bei den publizierten Ergebnissen werden zwei prinzipiell verschiedene Verhaltensweisen der scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeit τ_{app} über der Härtungsdauer festgestellt. Bei einem Teil der publizierten Ergebnisse wird ein degressiver Anstieg der scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeit τ_{app} über der Härtungsdauer beobachtet, der mit zunehmender Härtungsdauer abflacht oder ein konstantes Niveau erreicht (Verlauf_1). Bei dem anderen Teil der Ergebnisse folgt auf den Anstieg von τ_{app} das Durchlaufen eines Maximums, ein anschließender Abfall und schließlich ein konstantes Niveau (Verlauf_2). Der Anstieg wird mit der fortschreitenden Härtung und einer Ausbildung chemischer Bindungen zwischen Fasern und Matrix erklärt. Der Abfall hingegen wird auf die Ausbildung herstellungsbedingter Eigenspannungen zurückgeführt, die sich ab dem Durchlaufen des Maximums zunehmend auf τ_{app} auswirken; in der Weise, dass sie sich konstruktiv mit den Prüfkraft-induzierten Spannungen überlagern und so die gemessenen τ_{app} -Werte senken. Nutzbare SFFT-Ergebnisse werden bei der Literaturrecherche zu diesem Thema nicht gefunden. Daher besteht das Interesse, die verfügbaren SFPO-Ergebnisse um Ergebnisse einer weiteren Methode – dem SFFT – zu ergänzen und dabei zu untersuchen, inwiefern die beim SFPO geschilderten Beobachtungen auch beim SFFT auftreten. Dabei wird das Auftreten von Verlauf_1 erwartet. Demgegenüber werden Ergebnisse mit Verlauf_2 beim SFFT aufgrund seines mechanisch anderen Prinzips nicht erwartet: Prüfkraft-induzierte Grenzflächenscherspannungen sollten beim SFFT etwaigen herstellungsbedingten Eigenspannungen entgegenwirken.

Wie in Abschnitt 2.5.2 zum Feuchtigkeitseinfluss dargelegt, kann es bei Glasfasern aufgrund von Feuchtigkeitseinfluss zu chemischem Abbau kommen. Um etwaige Effektüberlagerungen mit dem Feuchtigkeitseinfluss auf die Matrix (einschließlich Grenzschichtbereich) zu vermeiden, werden Untersuchungen mit Kohlenstofffasern anvisiert. In der Literaturübersicht wird gezeigt, dass der Großteil der zum Thema publizierten Arbeiten mit Kohlenstofffasern für die Feuchtigkeitsexposition intensive Bedingungen anwendet: relative Feuchtigkeiten von 100 %rF [9] oder Wasserbäder [11, 121, 142, 149, 158], häufig in Kombination mit erhöhten Temperaturen. Zu moderaten klimatischen Bedingungen (Kunststoffklima; weniger genau definierbares „Raum-/Laborklima“; 0 %rF bei 23 °C oder „Raumtemperatur“), die häufig bei mechanischen Prüfungen Anwendung finden, ist diesbezüglich wenig publiziert. In [10] wird von SFFT-Ergebnissen von Kohlenstofffaser/Epoxidharz-EMV bei klimatischen Bedingungen von 25 %rF und 55 %rF bei 25 °C berichtet. Zu SFPO-Tests oder Tropfenabscherversuchen unter moderaten klimatischen Bedingungen und Ergebnissen zu lokalen Grenzflächenscherfestigkeiten und Reibung werden in der Literaturrecherche keine Angaben gefunden. Daher besteht Interesse, mit SFPO-Tests zu untersuchen, in welcher Weise sich solche klimatischen Bedingungen auf lokale Grenzflächenscherfestigkeiten und die Reibung auswirken können.

Aus Abschnitt 2.5.3 kann gefolgert werden, dass die freie Faserlänge l_{frei} einen Einfluss auf den Verlauf der Kraft-Verschiebungs-Kurven hinsichtlich Steigungen und Restreibkräften hat. Letztere sind durch die erläuterte Kontraktion von l_{frei} erklärbar. Hinsichtlich der charakteristischen Kräfte F_d und F_{max} sprechen die zitierten Arbeiten eher gegen einen Einfluss von l_{frei} . Zu dieser Frage ist jedoch wenig publiziert. Eine Veränderung von l_{frei} ändert jedoch die Nachgiebigkeit des Gesamtsystems aus Prüfeinrichtung und Prüfkörper und somit die Dynamik des Versuchs. Daraus wird geschlussfolgert, dass ein Einfluss von l_{frei} auf F_d und F_{max} prinzipiell zu erwarten ist. Aus diesem Grunde sind SFPO-Untersuchungen mit variiertem freier Faserlänge Bestandteil dieser Arbeit.

Der Literaturüberblick zur Abzugsgeschwindigkeit (Abschnitt 2.5.4) enthält unterschiedliche Hinweise darauf, wie diese sich auf die Ergebnisse des SFPO bzw. des Tropfenabscherversuchs auswirken kann (dass Prüfgeschwindigkeiten mechanische Prüfungsergebnisse beeinflussen, ist generell bekannt [129-131]). Ein Teil der diskutierten Quellen berichtet von einem Anstieg von τ_{app} über v_{Abzug} bzw. $\dot{\tau}$. Andere Quellen zeigen absteigende Tendenzen von τ_{app} über v_{Abzug} bzw. $\dot{\tau}$. Eine Quelle zeigt sogar über mehrere Größenordnungen von v_{Abzug} hinweg sowohl einen Abstieg als auch einen Anstieg. Eine mögliche Erklärung für diese unterschiedlichen Ergebnisse ist (neben Materialunterschieden), dass es von der Größenordnung des $\dot{\tau}$ abhängt, ob τ_{app} über $\dot{\tau}$ ab- oder ansteigt; die erstgenannten Quellen zeigen ggf. jeweils Ergebnisse aus einem begrenzten $\dot{\tau}$ -Spektrum, das

lediglich einen dieser Zusammenhänge abbildet (Ab- oder Anstieg). Ferner berichtet keine der Quellen von einer Bestimmung der Debondingkraft F_d zur Ermittlung von τ_d . Deshalb werden in dieser Arbeit Tests mit variiertem v_{Abzug} durchgeführt, um das Verhalten von τ_d und τ_{app} über v_{Abzug} in einer besonders steifen Prüfeinrichtung zu untersuchen.

Des Weiteren wird mittels der in Abschnitt 2.6 erläuterten Grundlagen untersucht, wie sich Störungen von Eingangsdaten beim SFPO auf die Bestimmung der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit auswirken können.

3 Einfluss der Härtungsdauer

Der Einfluss der Härtungsdauer auf die Ergebnisse des SFFT ist Untersuchungsgegenstand dieses Kapitels. Grundlage dafür sind Untersuchungen an SFFT-EMV mit PZT-Fasern in EP-Matrices [159]. Die Motivation für die Durchführung der SFFTs sind die Untersuchung und der Vergleich der FMH zwischen den PZT-Fasern und einer Auswahl verschiedener niedrigviskoser, RT-verarbeitbarer Matrices mit langen Topfzeiten und in weiten Bereichen einstellbaren T_g . Bei diesen Untersuchungen ist verstärkt bei ausschließlicher RT-Härtung ein Einfluss unterschiedlicher RT-Härtungsdauern auf die FMH beobachtbar. Dieser Einfluss wird in diesem Kapitel anhand der entsprechenden Ergebnisse genauer analysiert und diskutiert.

Ergebnisse aus Vorversuchen zeigen, dass der SFPO für die vergleichsweise (gegenüber GF und CF) dicken und spröden PZT-Fasern schwer anwendbar ist. Insbesondere bei kurzen freien Faserlängen können schon geringe Abweichungen der Beanspruchung von der Faser-Achsrichtung frühzeitigen Faserbruch (vor vollständigem Auszug) bewirken. Daraufhin werden Vorversuche zur Überprüfung der Anwendbarkeit des SFFT im Falle von PZT-Fasern in EP-Matrix durchgeführt. Es wird gezeigt, dass der SFFT anwendbar ist.

3.1 Materialien

Es werden am Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS), Dresden, hergestellte Blei-Zirkonat-Titanat-Fasern (Polysulfonverfahren) mit einem mittleren Durchmesser von ca. 290 μm (Abb. 3.1) untersucht. Blei-Zirkonat-Titanat (PZT; mit *plumbum* lat. für Blei) ist ein keramisches Material. Es besitzt ausgeprägte piezoelektrische Eigenschaften. Daher eignet es sich für aktorische und sensorische Anwendungen. PZT-Fasern werden in elektromechanischen Wandlern eingesetzt. Ein Anwendungsbeispiel sind die sogenannten *Active Fibre Composites* (AFC), in denen die PZT-Fasern als aktive Komponente (im Verbund mit einer Polymermatrix) für eine elektromechanische Wandlungsfunktion sorgen. Die Polymermatrices sind in der Regel Epoxidharzsysteme. Die PZT-Fasern sind in den AFC üblicherweise parallel in einer Monolage angeordnet. Das Erzeugen oder Detektieren der elektrischen Felder erfolgt in den AFC mittels Oberflächenelektroden, die auf beiden Seiten der Verbunde aufgebracht sind [74, 160-163].

Faserbasierte AFC haben gegenüber elektromechanischen Wandlern mit monolithischem PZT unter anderem den Vorteil, dass sie einen stärkeren longitudinalen Effekt zeigen. Zudem sind mit dem Einsatz von PZT-Fasern anstelle von PZT-Wafern Gewichtseinsparungen möglich. PZT-Faser/Polymer-Verbunde sind aufgrund der polymeren Komponente flexibler und widerstandsfähiger als Wandler mit monolithischem PZT. Das ist günstig für den Einsatz in

gekrümmten Strukturen. Darüber hinaus ist PZT als sprödes keramisches Material in Faserform leichter handhabbar als in monolithischer Form [74, 161-164].

Einsatzmöglichkeiten für AFC sind Schadensfrüherkennung (engl. *structural health monitoring*), Lärmreduzierung und Kompensation thermischer Dehnungen. Voraussetzung dafür ist die elektromechanische Wandlungsfunktion: Für sensorische Anwendungen wird mechanische Energie in elektrische transformiert. Für aktorische Anwendungen gilt dies entsprechend in umgekehrter Weise [74, 160, 162, 163, 165]. Die Leistung der AFC hängt neben anderen Faktoren wesentlich von dem Spannungstransfer zwischen Faser und Matrix ab – und somit von der FMH: Diese kann sich erheblich darauf auswirken, wie wirkungsvoll Spannungen zwischen den Fasern und der Matrix übertragen werden.



Abb. 3.1: PZT-Fasern mit einem mittleren Durchmesser von 290 μm

In Tab. 3.1 sind die verwendeten Matrices aufgeführt. Alle Systeme sind RT-verarbeitbare EP-Systeme (bedingt durch verfahrenstechnische Vorgaben in [159]). Ziel der SFFT war der Vergleich der verschiedenen in Tab. 3.1 ausgewählten Matrices hinsichtlich der FMH. Infolgedessen sind die Grundlage für die Untersuchungen des Einflusses der Härtungsdauer in dieser Arbeit SFFT-Ergebnisse von PZT-Fasern in verschiedenen EP-Systemen.

Tab. 3.1: Übersicht verwendeter RT-verarbeitbarer EP-Matrices

Bezeichnung	Hersteller	Mischungsverhältnis Harz/Härter	Nachhärtungsbedingungen bei erhöhten Temperaturen
Araldite 2020/A + Araldite 2020/B	Huntsman, USA	100 : 30	16 h 40 °C; 3 h 60 °C
L + EPH 500	Momentive, USA	100 : 63	15 h 40 °C
L + L	Momentive, USA	100 : 40	15 h 40 °C
L 20 + EPH 161	Momentive, USA	100 : 25	15 h 100 °C
L 20 + EK 960	Momentive, USA	100 : 32	15 h 120 °C

3.2 Experimentelles

Neben den Untersuchungen zur FMH mittels SFFT werden zudem Charakterisierungen der PZT-Fasern hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften und Oberflächeneigenschaften durchgeführt. Darüber hinaus wird an ausgewählten EMV die Faser-Matrix-Anbindung rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Angaben zu technischer Ausstattung, Prüfkörperherstellung, Versuchsaufbau und Durchführung erfolgen in den folgenden Abschnitten.

3.2.1 Charakterisierung der PZT-Fasern

Die Einzelfaserzugprüfungen werden an einem Einzelfaserprüfgerät des Typs Favigraph von der Textechno H. Stein GmbH & Co. KG, Mönchengladbach, durchgeführt. Die Prüfbedingungen sind in Tab. 3.2 enthalten. Zwecks Abschätzung der Einzelfaserzugfestigkeit bei kritischer Länge $\sigma_{fmax}(l_c)$ für die Bestimmung von τ_{app} (vgl. Gl. 2.9) werden Messungen mit den drei angegebenen Einspannlängen durchgeführt. Die Einspannlängen sind bei logarithmischer Auftragung äquidistant. Je Einspannlänge werden 20 Fasern geprüft. Die Prüfgeschwindigkeit ist auf die verschiedenen Einspannlängen angepasst, um für alle Messreihen die gleiche Dehnrates zu gewährleisten. Die Faserdurchmesser werden begleitend lichtmikroskopisch gemessen (VHX 100, Keyence Corporation, Osaka, Japan).

Tab. 3.2: Prüfbedingungen der Einzelfaserzugprüfung der PZT-Fasern

Messreihe [-]	Einspannlänge [mm]	Geschwindigkeit [mm/min]	Probenumfang [-]
1	20	2	20
2	40	4	20
3	80	8	20

Die Oberflächenstruktur und Rauheit der PZT-Fasern werden rasterkraftmikroskopisch untersucht (Tapping Mode; Dimension 3100, Bruker Corporation, Billerica, USA).

3.2.2 Einzelfaserfragmentierungsversuche

Für die Durchführung der SFFT mit PZT-Fasern in duroplastischen Matrices wird im Vorfeld der Untersuchungen eine geeignete Herstellungsmethodik für die EMV entwickelt und eine neue Prüfeinrichtung aufgebaut.

Abb. 3.2 zeigt die zur Herstellung der EMV für den SFFT verwendeten Silikonformen. Zur mittigen Positionierung einer PZT-Faser bezüglich der Prüfkörperbreite und -höhe sind an beiden Enden einer Prüfkörperkavität Nuten vorgesehen. Vor der Verbundbildung werden die steifen Fasern in diese Nuten eingelegt. Die Silikonform wird mit einer Polyesterfolie abgedeckt, die mit einer Glasplatte gegen die Silikonform gedrückt wird, und rückseitig mit einer Stahlplatte unterstützt. Dieser Aufbau wird mit geringer Kraft geklemmt und senkrecht aufgestellt, sodass der Überlauf nach oben zeigt. Die reproduzierbare Herstellung des Matrix-Reaktionsgemisches erfolgt mit einer SpeedMixer™-Mischeinheit der Firma Hauschild & Co KG, Hamm, entsprechend der in Tab. 3.1 dargestellten Mischungsverhältnisse. Das Matrix-Reaktionsgemisch wird aus einer zuvor damit befüllten Spritze mit einer Kanüle in die Kavitäten injiziert, indem die Silikonform mit der Kanüle durchstochen wird. Durch die transparente Glasplatte sind der Füllvorgang, eine etwaige Blasenbildung und der Abtransport

von Blasen verfolgbar. Überschüssiges Reaktionsgemisch kann über den Überlauf austreten. Die Einstichstellen in der Silikonform sind nach dem Entfernen der Kanüle dicht [166].

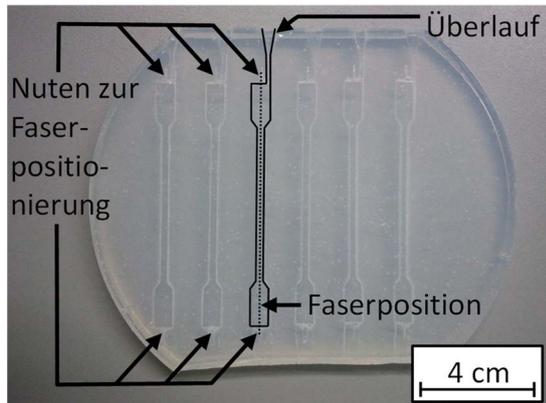


Abb. 3.2: Silikonform zur Herstellung von SFFT-EMV [166]

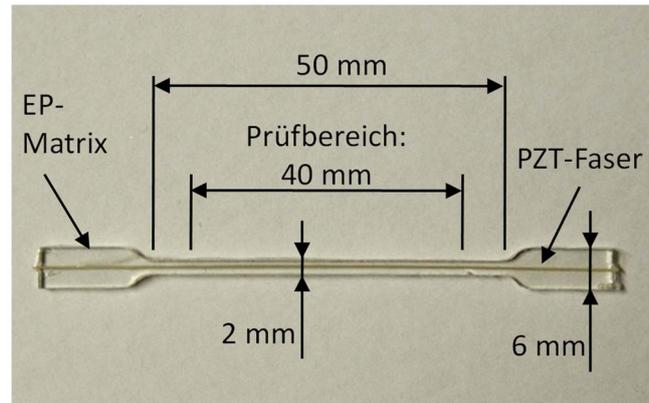


Abb. 3.3: SFFT-EMV aus einer PZT-Faser in EP-Matrix mit relevanten Prüfkörpermaßen (Prüfkörperdicke: 2 mm) [74, 159]

Nach der Formfüllung werden alle Prüfkörper bei Raumtemperatur (23 °C) für mindestens 24 h gehärtet. Daran schließen sich teilweise Nachhärtungen bei erhöhten Temperaturen an. Härtungstemperaturen und -dauern sind in Tab. 3.1 aufgeführt. Das Aufheizen erfolgt dabei mit einer Heizrate von 1 K/min [166]. Abb. 3.3 zeigt einen EMV mit Prüfkörpermaßen.

In Abb. 3.4 ist der Versuchsaufbau für die SFFTs dargestellt. Die Prüfeinrichtung setzt sich zusammen aus einem digitalen Mikroskop (VHX 100, Keyence Corporation, Osaka, Japan), einer Zugprüfmaschine (Z2.5, Zwick GmbH & Co. KG, Ulm) und Mikrostelltischen zur Bewegung des Objektivs in x-, y- und z-Richtung. Der Prüfbereich der Prüfkörper beträgt 40 mm (vgl. Abb. 3.3). Die Durchführung der SFFTs erfolgt mit einer konstanten Dehnrates von 0,08 %/min. Während des Versuchs wird in zeitlichen Abständen, die jeweils ca. 0,1 mm

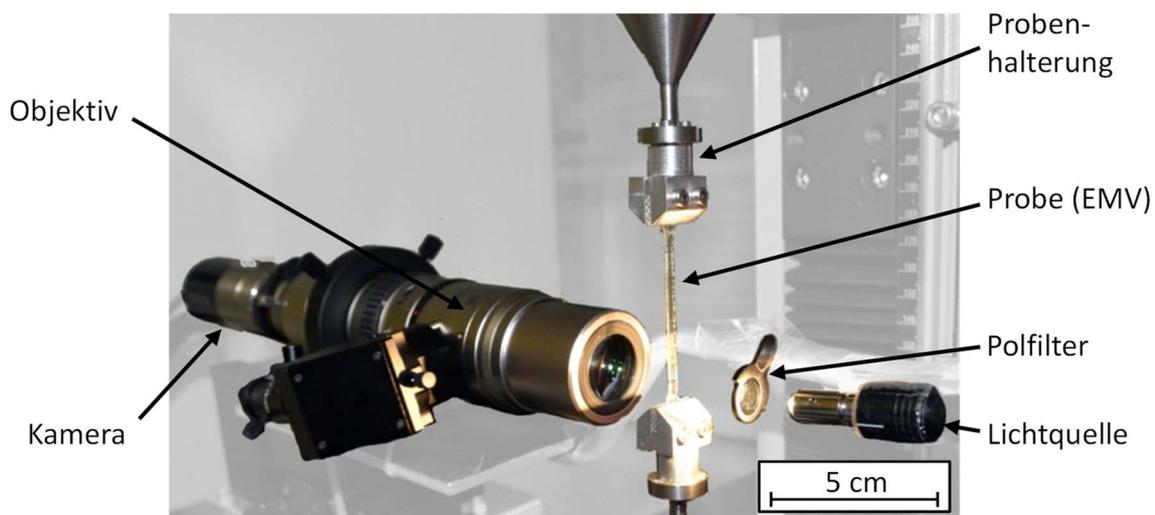


Abb. 3.4: Versuchsaufbau des Einzelfaserfragmentierungsversuchs [166]

EMV-Längenänderung entsprechen, die aktuelle Anzahl an Faserbrüchen n_B gezählt. Eine Messung ist dann beendet, wenn Sättigung erreicht wird oder der Prüfkörper bricht [74, 159].

Als Kriterium für die Sättigung wird angewendet: Sättigung ist dann erreicht, wenn die drei letzten Werte für n_B gleich sind.

3.2.3 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen der Grenzfläche

Untersuchungen von EMV-Querschnittsflächen erfolgen rasterelektronenmikroskopisch (Ultra Plus, Carl Zeiss NTS GmbH, Oberkochen). Zur Erzeugung der EMV-Querschnittsflächen werden drei Präparationsverfahren angewendet: i) Schleifen/Polieren, ii) Mikrotomie (Glasmesser), iii) Kryobruch. Für die Untersuchungen werden jeweils ungeprüfte EMV verwendet (d.h. ohne Vorschädigung durch einen Fragmentierungsprozess).

3.3 Ergebnisse

3.3.1 Charakterisierung der PZT-Fasern

Die Ergebnisse der Einzelfaserzugprüfung der PZT-Fasern für verschiedene Einspannlängen sind in Tab. 3.3 aufgeführt. Die Mittelwerte der Maximalzugkraft F_{fmax} und der Zugfestigkeit σ_{fmax} für 40 mm Einspannlänge sind jeweils größer als die korrespondierenden Werte für 80 mm Einspannlänge. Dies ist entsprechend dem Größeneffekt (engl. *size effect*) zu erwarten: Mit diesem Begriff wird die mit steigender Einspannlänge (steigendem Materialvolumen) ansteigende Wahrscheinlichkeit für das Auftreten kritischer Defekte im Material beschrieben [77, 167]. Da sich die Bereiche der SD überlagern, ist die Veränderung nicht signifikant. Die Mittelwerte von F_{fmax} und σ_{fmax} für 20 mm Einspannlänge gleichen jeweils den entsprechenden Mittelwerten für 40 mm Einspannlänge (auch hier wären nach dem Größeneffekt größere Werte zu erwarten).

Tab. 3.3: Ergebnisse der Einzelfaserzugprüfung von PZT-Fasern

Messreihe [-]	Einspann- länge [mm]	Geschwin- digkeit [mm/min]	Proben- umfang [-]	ε_{fmax} [%]	F_{fmax} [cN]	ϕ [μ m]	σ_{fmax} [MPa]
1	20	2	20	1,48 ± 0,21	458 ± 56	289 ± 3,2	69,9 ± 9,3
2	40	4	20	0,96 ± 0,16	464 ± 66	290 ± 5,6	70,3 ± 10,5
3	80	8	20	0,59 ± 0,11	428 ± 63	293 ± 3,7	63,7 ± 10,0

(Werte nach dem „±“-Zeichen sind die jeweiligen SD)

In Abb. 3.5 ist σ_{fmax} über der Einspannlänge aufgetragen. Es wird deutlich, dass aufgrund der großen SD keine realistischen Abschätzungen für die Einzelfaserzugfestigkeit bei kritischer Länge $\sigma_{fmax}(l_c)$ möglich sind. Realistische Werte für l_c sind im Bereich < 1 mm zu erwarten. Ein Wert für $\sigma_{fmax}(l_c)$ ist jedoch für eine Bestimmung der scheinbaren Scherfestigkeit τ_{app} erforderlich.

Die rasterkraftmikroskopische Aufnahme in Abb. 3.6 zeigt beispielhaft die Topographie einer PZT-Faseroberfläche mit der für diese Fasern charakteristischen grobkörnigen Struktur. Rauheitsuntersuchungen an 6 PZT-Fasern unterschiedlicher Chargen ergeben übereinstimmend für die mittlere und maximale Rauheit Werte zwischen 0,2 und 0,3 μm bzw. 2 und 3 μm .

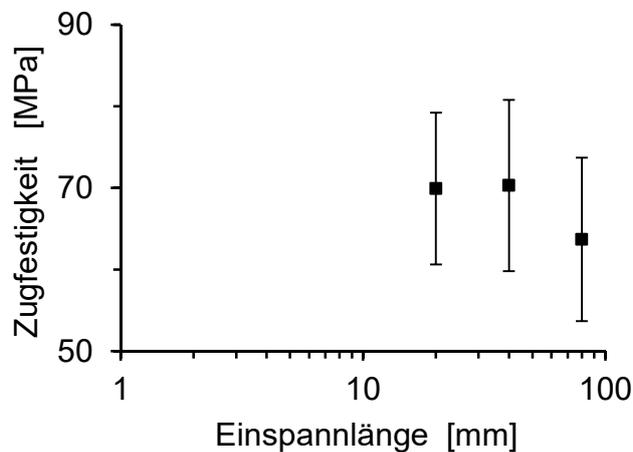


Abb. 3.5: Auftragung der Zugfestigkeiten der PZT-Fasern über der Einspannlänge (SD als Balken dargestellt)

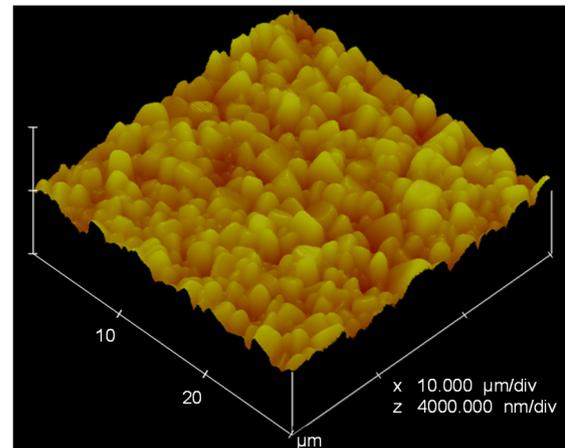


Abb. 3.6: AFM-Aufnahme der Topographie einer PZT-Faser

3.3.2 Einzelfaserfragmentierungsversuche

Vorbemerkungen

In Abb. 3.7 bis Abb. 3.11 und Tab. 3.4 sind SFFT-Ergebnisse von EMV mit den Matrices aus Tab. 3.1 für verschiedene Härtungsbedingungen dargestellt bzw. aufgeführt. Die Bezeichnungen der einzelnen EMV bestehen aus a) einer Angabe zu den Härtungsbedingungen sowie b) einer römischen Zahl zur Durchnummerierung der EMV. Bei a) steht die Angabe „RT“ für eine ausschließliche RT-Härtung des jeweiligen EMV. Eine Angabe nach dem Schema „xx h yy °C“ bedeutet, dass der EMV zusätzlich zur RT-Härtung für xx h bei der erhöhten Temperatur yy °C nachgehärtet wird [159]. Für die Gesamtheit aller EMV, die abgesehen von der römischen Durchnummerierung dieselbe Bezeichnung besitzen, wird im Folgenden der Begriff Messreihe verwendet.

In Abb. 3.7 bis Abb. 3.11 sind die Verläufe der kumulativen Bruchanzahl n_B über der EMV-Längenänderung Δx aufgetragen. Wie zuvor erläutert beschreiben n_B - Δx -Kurven, wie die Anzahl an Brüchen in der Faser während des Versuchsverlaufs zunimmt. Anhand dieser Kurven können bereits qualitative Abschätzungen der Höhe der FMH vorgenommen werden.

Zu Abb. 3.7 ist anzumerken, dass sich bei den n_B - Δx -Kurven der EMV I, II und V der Messreihe "16 h 40 °C" Unregelmäßigkeiten beobachten lassen (siehe Insert). Die Kurve des

EMV I unterscheidet sich deutlich von den übrigen Kurven der Messreihe: Sie weist nur 3 Stützstellen auf. Grund dafür sind subjektive Beeinflussungen des Bedieners während der Durchführung des Versuches. Die Kurve des EMV V weist kurz vor EMV-Bruch eine höhere kumulative Bruchanzahl (84) auf als bei EMV-Bruch (81). Eine sinkende Bruchanzahl ist offenkundig nicht möglich. Das "Absinken" von n_B ist darauf zurückzuführen, dass während der Messung und dem begleitenden zügigen Durchzählen der temporären Bruchanzahl vereinzelt Uneindeutigkeiten auftreten können: Es gibt Fälle, bei denen nicht unmittelbar klar ist, inwiefern ein Bruch vorliegt oder nicht. Nach Abschluss der Messung bleibt ausreichend Zeit zur Klärung, inwiefern es sich um einen Bruch handelt. Daher wird die abschließende Bruchanzahl nach Versuchsende als korrektes n_B verwendet. Diese Erklärung gilt analog für die Kurve des EMV II, die deutlicher von der typischen S-Form abweicht.

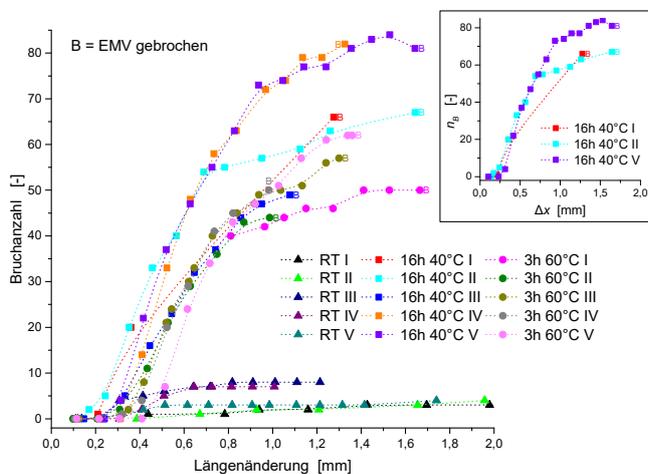


Abb. 3.7: n_B über Δx der SFFT-EMV mit Matrix Araldite 2020 für verschiedene Härtungsbedingungen (Insert: separate Darstellung der EMV I, II und V der MR „16 h 40 °C“)

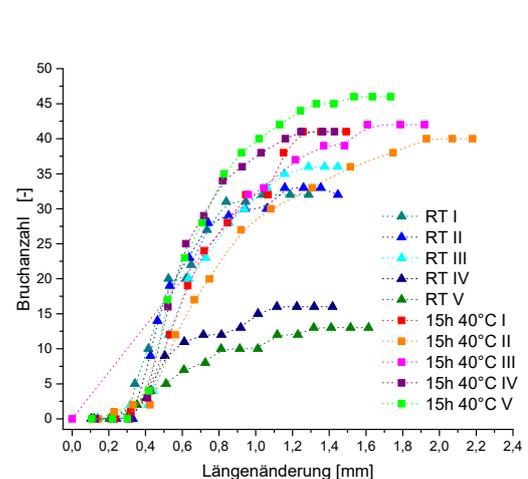


Abb. 3.8: n_B über Δx der SFFT-EMV mit Matrix L + EPH 500 für verschiedene Härtungsbedingungen

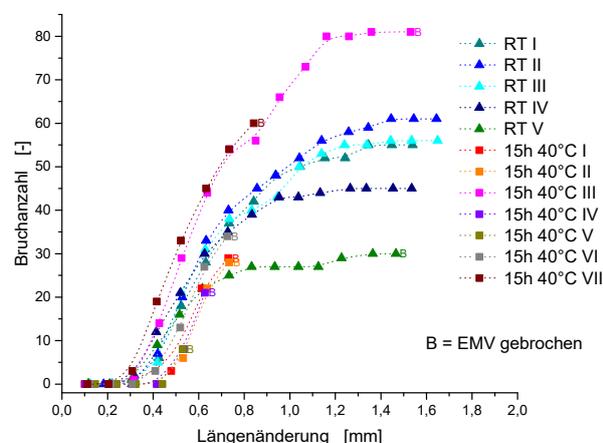


Abb. 3.9: n_B über Δx der SFFT-EMV mit Matrix L + L für verschiedene Härtungsbedingungen

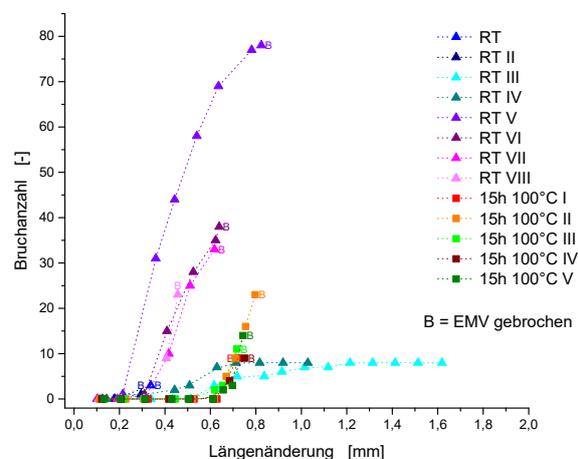


Abb. 3.10: n_B über Δx der SFFT-EMV mit Matrix L 20 + EPH 161 für verschiedene Härtungsbedingungen

Für die Bestimmung von τ_{app} nach Gl. 2.9 ist ein Wert für $\sigma_{fmax}(l_c)$ erforderlich. In Abschnitt 3.3.1 wird deutlich, dass bei l_c -Werten im Bereich < 1 mm keine belastbaren Werte für σ_{fmax} bestimmbar sind. Alternativ zu τ_{app} kann für quantitative Vergleiche verschiedener SFFT-EMV hinsichtlich der Höhe der FMH das kritische Aspektverhältnis l_c/d_f verwendet werden [104]. l_c/d_f und $\sigma_{fmax}(l_c)$ stehen über Gl. 2.9 in direktem mathematischen Zusammenhang. Aus der Gleichung ergibt sich des Weiteren, dass l_c/d_f und τ_{app} entgegengesetzt orientiert sind: Eine starke FMH äußert sich in einem hohen Wert für τ_{app} , jedoch in einem niedrigen Wert für l_c/d_f . Folglich wird in dieser Arbeit der Kehrwert des kritischen Aspektverhältnisses d_f/l_c gebildet und bevorzugt verwendet, da d_f/l_c und τ_{app} entsprechend Gl. 2.9 gleich gerichtet sind [159].

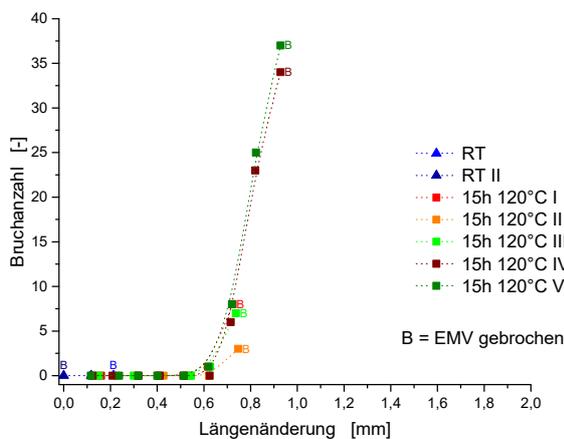


Abb. 3.11: n_B über Δx der SFFT-EMV mit Matrix L 20 + EK 960 für verschiedene Härtungsbedingungen

ein direkter Zusammenhang zwischen l_c und n_B ($l_{Prüf} = 40$ mm ist Prüflänge der SFFT-EMV). Folglich gilt: Je größer n_B , desto kleiner l_c , desto größer τ_{app} . Das heißt: Je höher eine n_B - Δx -Kurve steigt, desto größer ist die FMH. Somit lassen sich mit den n_B - Δx -Kurven bereits qualitative Vergleiche hinsichtlich der FMH verschiedener SFFT-EMV anstellen [159].

Die Sättigung ist eine Voraussetzung dafür, einen Wert für l_c ermitteln zu können und somit ein τ_{app} oder ein d_f/l_c -Verhältnis für quantitative Vergleiche der FMH bestimmen zu können. Es können jedoch auch aus Messungen ohne Sättigung mittels der Bestimmung von l_c^* (Definition in Abschnitt 2.4.1.3) Informationen gezogen werden. Das lässt sich zum Beispiel anhand der EMV mit Araldite 2020-Matrix zeigen (Abb. 3.7 und Tab. 3.4). Bei den ausschließlich RT-gehärteten EMV sind 3 von 5 gesättigt. Der n_B - Δx -Kurvenverlauf der übrigen beiden EMV deutet auf eine annähernde Sättigung hin. Die d_f/l_c -Werte liegen zwischen 0,015 und 0,042, die d_f/l_c^* -Werte der ungesättigten EMV II und V betragen 0,021 und 0,026. Die Kurvenverläufe in Abb. 3.7 lassen für die EMV II und V auch für eine hypothetisch erreichte Sättigung ein Verlassen des d_f/l_c -Wertebereichs nicht vermuten.

Das Vergleichen verschiedener d_f/l_c -Verhältnisse ist genauer als das verschiedener l_c -Werte, weil in den genannten Quotienten jeweils der Durchmesser der individuellen Faser eingeht. Da die relative Standardabweichung (engl. *relative standard deviation*, RSD) der d_f aller in Tab. 3.4 gelisteten EMV insgesamt 3,6 % beträgt (MW \pm SD: $280,3 \pm 10,1$ μ m), sind auch die l_c -Werte eine nützliche Orientierung. Über die Gleichungen $l_c = (4/3) l_a$ und $l_a = l_{Prüf}/n_B$ besteht wiederum

Demgegenüber liegt bei der Messreihe "3h 60°C" bis auf einen EMV keine Sättigung vor. Dennoch sind in Abb. 3.7 und Tab. 3.4 offenkundige Unterschiede zwischen den beiden Messreihen sichtbar: Wenngleich sich kein fester Wertebereich für die d_f/l_c -Verhältnisse für die Messreihe "3h 60°C" bestimmen lässt, sind alle d_f/l_c^* - und d_f/l_c -Werte $\geq 0,258$ und somit mindestens um den Faktor 6 größer als der maximale Wert 0,042 der RT-gehärteten EMV. Folglich geben die d_f/l_c - und d_f/l_c^* -Verhältnisse Auskunft über das Level der FMH bei gesättigten EMV bzw. über das >Mindest<-Level bei ungesättigten EMV [159].

Tab. 3.4: Ergebnis-Übersicht zu den SFFT's an EMV mit verschiedenen Matrices und Härtungsbedingungen

Matrix	EMV- Bezeichnung	n_B [-]	l_c oder $(l_c^*)^{(1)}$ [μm]	d_f [μm]	d_f/l_c oder $(d_f/l_c^*)^{(1)}$ [-]	$\Delta t_{H_RT}^{(2)}$ [d]	$E^{(3)}$ [MPa]	Sätti- gung [-]
Maximaler Bestimmungsfehler (zur sicheren Seite abgeschätzt)								
		-	-	$< \pm 2$	errechnet aus d_f - Fehlerangaben und individ. l_c -Werten	$< \pm 0,5$	$< \pm 50$	-
Araldite 2020	RT I	3	17778	273,2	0,015	2	-	Ja
Araldite 2020	RT II	4	(13333)	277,5	(0,021)	2	237	Nein
Araldite 2020	RT III	8	6667	277,2	0,042	2	338	Ja
Araldite 2020	RT IV	7	7619	274,0	0,036	2	338	Ja
Araldite 2020	RT V	5	(10667)	281,8	(0,026)	2	173	Nein
Araldite 2020	16h 40°C I	67	(796)	314,3	(0,395)	8	2789	Nein
Araldite 2020	16h 40°C II	67	(796)	308,8	(0,388)	8	2616	Nein
Araldite 2020	16h 40°C III	50	(1067)	311,8	(0,292)	11	2690	Nein
Araldite 2020	16h 40°C IV	82	(650)	281,1	(0,432)	44	3004	Nein
Araldite 2020	16h 40°C V	81	(658)	282,4	(0,429)	44	2933	Nein
Araldite 2020	3h 60°C I	51	1046	283,5	0,271	8	-	Ja
Araldite 2020	3h 60°C II	44	(1212)	313,1	(0,258)	8	-	Nein
Araldite 2020	3h 60°C III	56	(952)	293,5	(0,308)	11	-	Nein
Araldite 2020	3h 60°C IV	50	(1067)	277,4	(0,260)	44	-	Nein
Araldite 2020	3h 60°C V	62	(860)	274,9	(0,320)	44	-	Nein
L + EPH 500	RT I	32	1667	275,7	0,165	5	1881	Ja
L + EPH 500	RT II	32	1667	277,4	0,166	5	1860	Ja
L + EPH 500	RT III	37	1441	285,4	0,198	8	2208	Ja
L + EPH 500	RT IV	16	3333	282,9	0,085	2	772	Ja
L + EPH 500	RT V	13	4103	287,2	0,070	2	660	Ja
L + EPH 500	15h 40°C I	41	1301	273,8	0,210	8	2349	Ja
L + EPH 500	15h 40°C II	45	1185	280,5	0,237	8	2208	Ja
L + EPH 500	15h 40°C III	42	1270	276,2	0,217	8	2302	Ja
L + EPH 500	15h 40°C IV	42	1270	282,3	0,222	5	2097	Ja
L + EPH 500	15h 40°C V	48	1111	276,2	0,249	5	2232	Ja

L + L	RT I	56	952	282,3	0,296	7	2725	Ja
L + L	RT II	61	874	278,2	0,318	7	2600	Ja
L + L	RT III	59	904	277,5	0,307	7	2804	Ja
L + L	RT IV	44	1212	279,2	0,230	2	2253	Ja
L + L	RT V	30	(1778)	334,6	(0,188)	2	2381	Nein
L + L	15h 40°C I	31	(1720)	273,7	(0,159)	-	-	Nein
L + L	15h 40°C II	30	(1778)	280,5	(0,158)	-	-	Nein
L + L	15h 40°C III	81	(658)	287,9	(0,437)	-	-	Nein
L + L	15h 40°C IV	21	(2540)	275,6	(0,109)	-	-	Nein
L + L	15h 40°C V	8	(6667)	275,0	(0,041)	-	-	Nein
L + L	15h 40°C VI	38	(1404)	276,8	(0,197)	-	-	Nein
L + L	15h 40°C VII	60	(889)	276,3	(0,311)	-	-	Nein
L 20 + EPH 161	RT I	3	(17778)	273,8	(0,015)	3	2423	Nein
L 20 + EPH 161	RT II	1	(-)	281,0	(-)	3	2455	Nein
L 20 + EPH 161	RT III	8	6667	274,1	0,041	2	660	Ja
L 20 + EPH 161	RT IV	8	6667	273,0	0,041	2	627	Ja
L 20 + EPH 161	RT V	78	(684)	285,4	(0,417)	41	3624	Nein
L 20 + EPH 161	RT VI	38	(1404)	279,3	(0,199)	41	3370	Nein
L 20 + EPH 161	RT VII	33	(1616)	281,7	(0,174)	41	3610	Nein
L 20 + EPH 161	RT VIII	23	(2319)	279,9	(0,121)	41	3215	Nein
L 20 + EPH 161	15h 100°C I	9	(5926)	276,2	(0,047)	9	-	Nein
L 20 + EPH 161	15h 100°C II	24	(2222)	277,0	(0,125)	9	-	Nein
L 20 + EPH 161	15h 100°C III	11	(4848)	281,1	(0,058)	9	-	Nein
L 20 + EPH 161	15h 100°C IV	9	(5926)	275,5	(0,046)	15	-	Nein
L 20 + EPH 161	15h 100°C V	14	(3810)	272,6	(0,072)	15	-	Nein
L 20 + EK 960	RT I	1	(-)	270,8	(-)	5	-	Nein
L 20 + EK 960	RT II	1	(-)	279,4	(-)	5	-	Nein
L 20 + EK 960	15h 120°C I	8	(6667)	266,9	(0,040)	2	3290	Nein
L 20 + EK 960	15h 120°C II	3	(17778)	285,5	(0,016)	2	3803	Nein
L 20 + EK 960	15h 120°C III	7	(7619)	283,6	(0,037)	2	3254	Nein
L 20 + EK 960	15h 120°C IV	34	(1569)	280,2	(0,179)	9	3313	Nein
L 20 + EK 960	15h 120°C V	37	(1441)	277,8	(0,193)	9	3446	Nein

⁽¹⁾ In den betroffenen Spalten sind bei EMV mit Sättigung die l_c - bzw. d/l_c -Werte angegeben und bei EMV ohne Sättigung >in Klammern< die l_c^* - bzw. d/l_c^* -Werte, da letztere im Sinne der „ \geq “-Abschätzung nützliche Orientierungswerte darstellen (nähere Erläuterungen s. Text).

⁽²⁾ Δt_{H_RT} = Härtungsdauer der EMV bei RT. Bei ausschließlicher RT-Härtung entspricht dies der Zeit zwischen abgeschlossenem Füllvorgang der EMV-Kavitäten und dem SFFT. Bei zusätzlich unter erhöhten Temperaturen nachgehärteten EMV ist damit die Verweildauer der EMV unter RT nach Abschluss dieser Nachhärtung bis zum SFFT gemeint.

⁽³⁾ Zug-E-Modul, ermittelt in Anlehnung an DIN EN ISO 527-1 als Sekantensteigung im Dehnungsbereich zwischen 0,05 % und 0,25 % der SFFT-EMV.

Zur Härtungsdauer

Zuerst werden Messreihen mit ausschließlicher RT-Härtung diskutiert und im Anschluss solche mit zusätzlicher warmer Nachhärtung.

Bei der Betrachtung von Abb. 3.7 bis Abb. 3.11 fällt auf, dass zum Teil bereits innerhalb einer Messreihe deutliche Streuungen vorliegen. Dies sind Streuungen bezüglich der erreichten Höhe der n_B - Δx -Kurven bei Versuchsende, bezüglich des Erreichens oder Nicht-Erreichens eines Sättigungsplateaus, bezüglich der Steigung während des Fragmentierungsprozesses oder bezüglich der EMV-Längenänderung, bei der der Fragmentierungsprozess einsetzt.

Bei den EMV mit Matrix L + EPH 500 beispielsweise liegt innerhalb der „RT“-Messreihe für alle EMV Sättigung vor. Gleichwohl ist bei den d_f/l_c -Werten eine deutliche Streuung zu beobachten: Sie liegen in einem Bereich von 0,07 und 0,198 (vgl. Tab. 3.4). Der obere Wert ist knapp das Dreifache des unteren. Diese Streuung ist ebenfalls in den n_B - Δx -Kurven in Abb. 3.8 zu sehen: Dort liegen die Sättigungsplateaus der EMV I bis III zwischen 30 und 40 Faserbrüchen, die der EMV IV und V hingegen deutlich abgesetzt zwischen 10 und 20. Der Grund für die starke Streuung ist aus den n_B - Δx -Kurven und d_f/l_c -Werten allein nicht ersichtlich.

In Tab. 3.4 ist neben den bereits angesprochenen Informationen und Größen auch die Härtungsdauer der EMV bei RT Δt_{H_RT} aufgeführt. Bei den ausschließlich RT-gehärteten EMV steht Δt_{H_RT} für die gesamte Zeit zwischen abgeschlossenem Füllvorgang der EMV-Kavitäten und dem SFFT. Bei den zusätzlich warm (d.h. bei erhöhten Temperaturen) nachgehärteten EMV steht Δt_{H_RT} für die Verweildauer bei RT nach der Nachhärtung bis zum SFFT. Betrachtet man für die „RT“-Messreihe mit Matrix L + EPH 500 die d_f/l_c -Werte in Verbindung mit den korrespondierenden Δt_{H_RT} -Werten, lässt sich ein Trend beobachten. Dieser ist in Abb. 3.12 ersichtlich, in der d_f/l_c über Δt_{H_RT} aufgetragen ist: d_f/l_c steigt über Δt_{H_RT} an und beschreibt dabei einen degressiven Verlauf. Abb. 3.14 zeigt für die „RT“-Messreihe mit Matrix L + L einen prinzipiell vergleichbaren degressiven Verlauf (4 von 5 EMV gesättigt). Aus der Anschauung sowie aus Gl. 3.1 folgt, dass die d_f/l_c - Δt_{H_RT} -Verläufe aller „RT“-Messreihen (somit konkret auch Abb. 3.12 und Abb. 3.14) im Koordinatenursprung beginnen müssen: Der Zeitpunkt 0 d ist der Abschluss des Füllvorganges der EMV-Kavitäten. Zu diesem Zeitpunkt ist die Matrix noch viskos; das ist gleichbedeutend mit $n_B = 0$ und daher (unter Berücksichtigung von $l_c = (4/3) l_a$ und $l_a = l_{Prüf}/n_B$) mit

$$\frac{d_f}{l_c} = \frac{3}{4} \frac{d_f n_B}{l_{Prüf}} = 0 \quad (\text{für } n_B = 0). \quad (3.1)$$

Eine Abschätzung dieses ansteigenden Trends der FMH über der Härtungsdauer lässt sich auch für die "RT"-Messreihe mit Matrix L + EPH 161 machen (vgl. Abb. 3.10 und Tab. 3.4): Während die EMV I bis IV mit 2 bzw. 3 Tagen Härtungsdauer flache n_B - Δx -Kurven mit maximal 8 Faserbrüchen aufweisen, steigen die n_B - Δx -Kurven der EMV V bis VIII mit 41 Tagen Härtungsdauer früher und steiler an und erreichen trotz unerreichter Sättigung 23 bis 78 Faserbrüche. Im Gegensatz zu den bisherigen Beispielen dieses Absatzes gilt für die gesamte „RT“-Messreihe mit Araldite 2020-Matrix die gleiche Härtungsdauer von $\Delta t_{H_RT} = 2$ d. Dennoch liegt zwischen kleinstem und größtem d_f/l_c -Wert ein Faktor von knapp 3. Ein Grund dafür kann sein, dass die EMV aus drei unabhängig voneinander hergestellten Chargen stammen (I und II; III und IV; V): Die Ähnlichkeit der n_B - Δx -Kurven von EMV I und II zum einen und III und IV zum anderen ist erkennbar. Es ist denkbar, dass die RT-Härtungsdauer für eine der Chargen de facto 1,6 d beträgt und für eine andere 2,4 d. Dazwischen liegt der Faktor 1,5, der eine Erklärung für die Streuung sein kann.

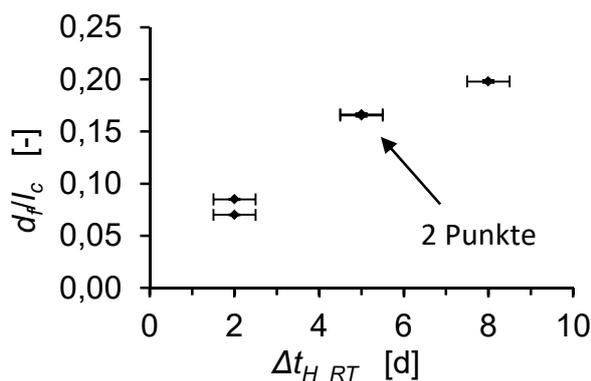


Abb. 3.12: d_f/l_c -Verhältnisse über Δt_{H_RT} von den EMV der „RT“-Messreihe mit Matrix L + EPH 500 (maximale Bestimmungsfehler als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

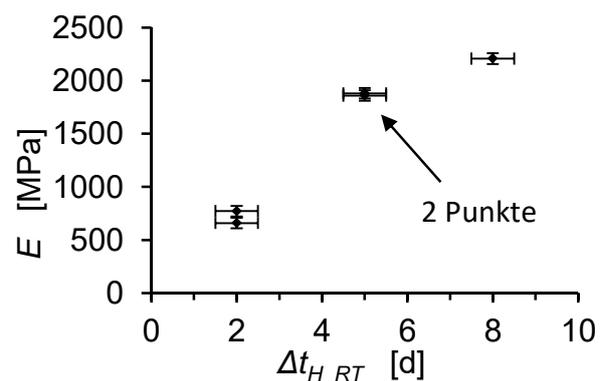


Abb. 3.13: Zug-E-Modul über Δt_{H_RT} von den EMV der „RT“-Messreihe mit Matrix L + EPH 500 (maximale Bestimmungsfehler als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

Der im vorherigen Absatz mehrfach beobachtete Anstieg der FMH über der RT-Härtungsdauer muss mit dem Fortschreiten der Härtungsreaktion in der Matrix in Zusammenhang stehen. Folglich ist zu erwarten, dass sich mit diesem Reaktionsfortschritt auch die Steifigkeit der Matrix in den EMV ändert. Daher wird nachträglich der Zug-E-Modul der EMV ermittelt, welcher maßgeblich durch die Matrixsteifigkeit beeinflusst wird. Die Ermittlung erfolgt anhand der während der SFFT aufzeichneten Kraft-Dehnungskurven der einzelnen EMV. Die für einen Teil der Messreihen bestimmten Zug-E-Moduln der EMV sind in Tab. 3.4 enthalten. In Abb. 3.13, Abb. 3.15 und Abb. 3.16 sind die E-Werte für die „RT“-Messreihen mit den Matrices L + EPH 500, L + L und L + EPH 161 über Δt_{H_RT} aufgetragen. Diese E - Δt_{H_RT} -Verläufe sind ebenfalls degressiv ansteigend (zum Zeitpunkt 0 d

müssen analog zu den d_f/l_c -Verhältnissen auch die Zug-E-Modul-Werte der EMV nahe 0 MPa liegen (unter Berücksichtigung der Einzelfasersteifigkeit); degressiver Verlauf am deutlichsten in Abb. 3.16). Abb. 3.13 und Abb. 3.15 weisen starke Ähnlichkeiten zu den korrespondierenden d_f/l_c - Δt_{H_RT} -Verläufen in Abb. 3.12 bzw. Abb. 3.14 auf. Darüber hinaus stimmt Abb. 3.16 mit dem auf S. 60 geschilderten qualitativen Trend der n_B - Δx -Kurven der größtenteils ungesättigten EMV dieser Messreihe überein. Folglich ist ein ähnliches Verhalten von d_f/l_c und E über Δt_{H_RT} mehrfach zu beobachten.

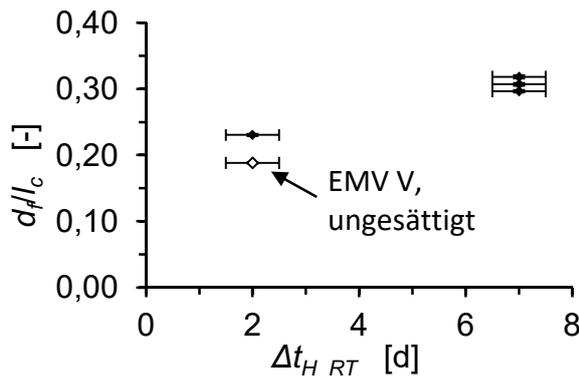


Abb. 3.14: d_f/l_c -Verhältnisse über Δt_{H_RT} von den EMV der „RT“-Messreihe mit Matrix L + L (maximale Bestimmungsfelder als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

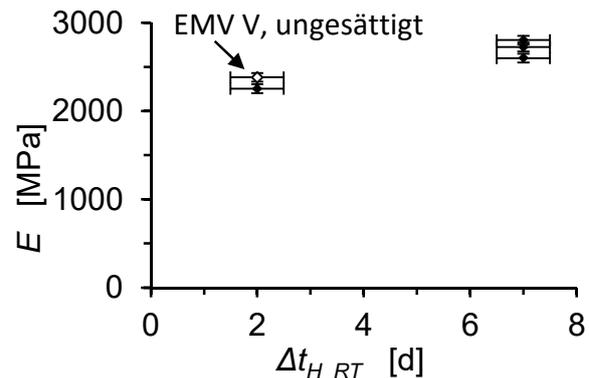


Abb. 3.15: Zug-E-Modul über Δt_{H_RT} von den EMV der „RT“-Messreihe mit Matrix L + L (maximale Bestimmungsfelder als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

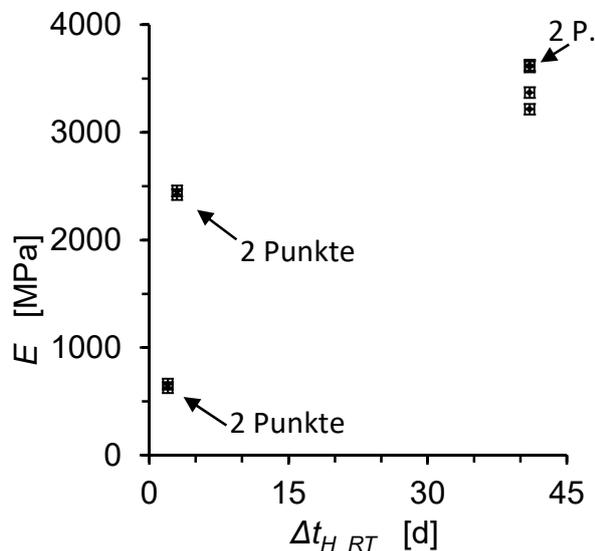


Abb. 3.16: Zug-E-Modul über Δt_{H_RT} von den EMV der „RT“-Messreihe mit Matrix L + EPH 161 (maximale Bestimmungsfelder als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

Insbesondere Abb. 3.12 bis Abb. 3.15 zeigen deutliche Parallelen zwischen dem Zug-E-Modul der Matrix und den d_f/l_c -Verhältnissen. Daher sind für die entsprechenden Messreihen in Abb. 3.17 und Abb. 3.18 die d_f/l_c -Verhältnisse über den E -Werten aufgetragen. Beide Abbildungen zeigen einen Anstieg der d_f/l_c -Verhältnisse über E . Dazu ist in beide Abbildungen eine Ausgleichsgerade eingezeichnet. Insbesondere der Korrelationskoeffizient $r = 0,9983$ in Abb. 3.17 spricht für einen linearen Zusammenhang zwischen d_f/l_c und E .

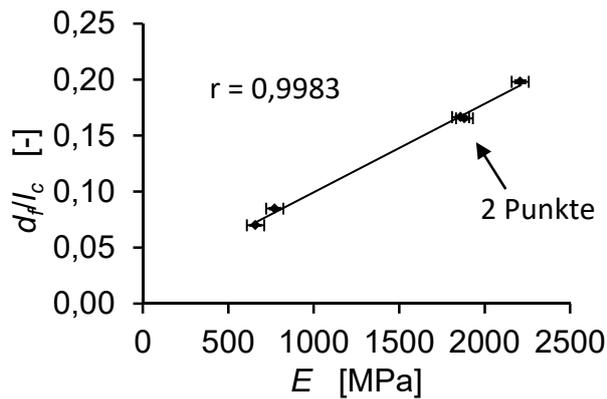


Abb. 3.17: d_f/l_c -Verhältnisse über E von den EMV der „RT“-Messreihe mit Matrix L + EPH 500 einschließlich Ausgleichsgerade (r : Korrelationskoeffizient; maximale Bestimmungsgrenze als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

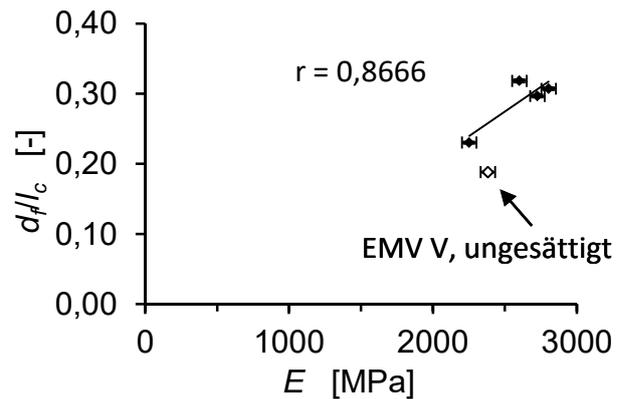


Abb. 3.18: d_f/l_c -Verhältnisse über E von den EMV der „RT“-Messreihe mit Matrix L + L (EMV V für Ausgleichsgerade und Korrelationskoeffizient nicht berücksichtigt; maximale Bestimmungsgrenze als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

In den vorherigen Absätzen wird der Einfluss von Δt_{H_RT} bei Messreihen mit ausschließlicher RT-Härtung diskutiert. Im Folgenden werden nun Ergebnisse von Messreihen besprochen, deren EMV einen Härtungsprozess bei erhöhten Temperaturen durchlaufen und anschließend bis zu ihrer Prüfung für unterschiedliche Verweildauern Δt_{H_RT} bei RT verwahrt werden. Dabei ist von Interesse, inwiefern auch nach erfolgter Warmhärtung ein Einfluss der Dauer der anschließenden Verwahrung bei RT Δt_{H_RT} beobachtbar ist.

Bei den EMV mit Matrix Araldite 2020 der Messreihe „16 h 40 °C“ liegt keine Sättigung vor. Daher erfolgt eine Abschätzung der Höhe der FMH anhand der n_B - Δx -Kurven (s. Abb. 3.7): Dort heben sich Kurven der EMV IV und V deutlich von denen der EMV I, II und III ab. Diese Beobachtung passt zu den Δt_{H_RT} -Werten der EMV: Für die EMV IV und V ist Δt_{H_RT} mit 44 d deutlich größer als für die EMV I, II und III mit 8-11 d (vgl. Tab. 3.4). Auch bei dem Zug-E-Modul lässt sich ein Anstieg über Δt_{H_RT} beobachten (Abb. 3.19): Während für die EMV I, II und III $2610 \text{ MPa} < E < 2790 \text{ MPa}$ gilt, liegen die Werte für EMV IV und V zwischen 2930 und 3010 MPa.

Der Anstieg des Zug-E-Moduls sowie der qualitativ anhand der n_B - Δx -Kurven abgeschätzte Anstieg der FMH über Δt_{H_RT} sind Hinweise auf einen Fortschritt der Vernetzungsreaktion in der Matrix. Insbesondere für den ansteigenden Zug-E-Modul gibt es nach Auffassung des Autors keine andere plausible Erklärung. Das spricht dafür, dass es bei den EMV dieser Messreihe, die bei erhöhter Temperatur nachgehärtet sind, durch anschließende RT-Härtung weiterhin zu Veränderungen kommt.

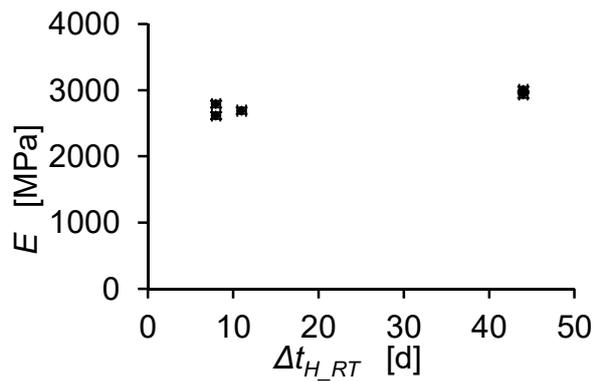


Abb. 3.19: Zug-E-Modul über $\Delta t_{H,RT}$ von den EMV der „16 h 40 °C“-Messreihe mit Matrix Araldite 2020 (maximale Bestimmungsfehler als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

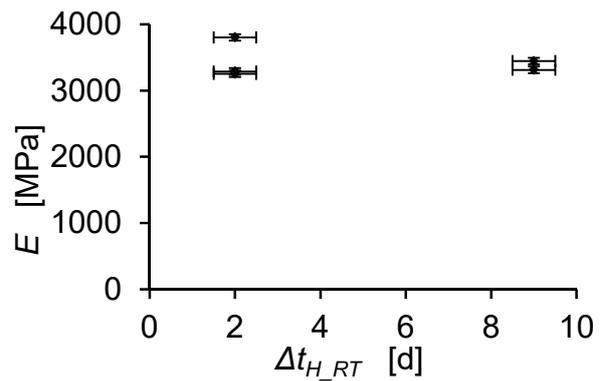


Abb. 3.20: Zug-E-Modul über $\Delta t_{H,RT}$ von den EMV der „15 h 120 °C“-Messreihe mit Matrix L 20 + EK 960 (maximale Bestimmungsfehler als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

Auch die Ergebnisse der Messreihe „15 h 120 °C“ der EMV mit Matrix L 20 + EK 960 enthalten Hinweise darauf, dass sich die RT-Härtungsdauer nach einer warmen Nachhärtung auf die EMV-Eigenschaften auswirken kann. Bei den EMV liegt keine Sättigung vor. Daher werden wie bei der vorher diskutierten Araldite 2020-Messreihe die n_B - Δx -Kurven der EMV verglichen. Es fällt auf, dass die EMV IV und V ($\Delta t_{H,RT} = 9$ d) ca. 0,15 - 0,2 mm später brechen als die EMV I bis III ($\Delta t_{H,RT} = 2$ d). Als Konsequenz steigen die n_B - Δx -Kurven der EMV IV und V deutlich höher. Die EMV IV und V brechen mitten im Fragmentierungsprozess, während die EMV I bis III zu dessen Beginn brechen. Diese Unterschiede deuten auf Veränderungen der mechanischen Eigenschaften der Matrix nach ihrer Warmhärtung über $\Delta t_{H,RT}$ hin. Solche Veränderungen lassen sich anhand des Zug-E-Moduls über $\Delta t_{H,RT}$ allerdings nicht belegen (s. Abb. 3.20): Die E -Werte für die EMV I bis III liegen in einem Bereich von 3250 bis 3810 MPa, die Werte für EMV IV und V mit ca. 3310 - 3450 MPa ebenso. Inwiefern die in den n_B - Δx -Kurven sichtbaren Unterschiede über $\Delta t_{H,RT}$ somit auch ein Hinweis auf eine veränderte FMH in den EMV sein kann, ist anhand dieser Daten unklar.

Die Messreihe „15 h 40 °C“ der EMV mit Matrix L + EPH 500 ist die einzige Messreihe mit warmer Nachhärtung, bei der alle EMV Sättigung aufweisen. Abb. 3.21 zeigt die zugehörigen d_f/l_c -Verhältnisse. Für die EMV I bis III ($\Delta t_{H,RT} = 8$ d) ist $0,210 \leq d_f/l_c \leq 0,237$, für die EMV IV und V ($\Delta t_{H,RT} = 5$ d) liegt d_f/l_c bei 0,222 bzw. 0,249. Die beiden d_f/l_c -Wertebereiche für $\Delta t_{H,RT} = 5$ d bzw. $\Delta t_{H,RT} = 8$ d überlagern sich zum großen Teil. Dabei ist d_f/l_c -Wertebereich für $\Delta t_{H,RT} = 8$ d gegenüber dem Wertebereich für $\Delta t_{H,RT} = 5$ d leicht nach unten versetzt (analog zu den Beobachtungen bei der Messreihe „16 h 40 °C“, Araldite 2020, wäre eher ein Anstieg zu erwarten). Aufgrund der genannten Überlagerung wird der Verlauf von d_f/l_c über $\Delta t_{H,RT}$ als konstant gewertet. Beim Zug-E-Modul (s. Abb. 3.22) bietet sich ein ähnliches Bild: Die Werte der EMV I bis III ($\Delta t_{H,RT} = 8$ d) liegen zwischen $2208 \text{ MPa} \leq E \leq 2349 \text{ MPa}$ und

die Werte für EMV IV und V ($\Delta t_{H_RT} = 5$ d) bei 2097 bzw. 2232 MPa. Die Wertebereiche überlagern sich. Hierbei ist im Gegensatz zu Abb. 3.21 der E -Wertebereich für $\Delta t_{H_RT} = 8$ d gegenüber demjenigen für $\Delta t_{H_RT} = 5$ d nach oben versetzt. Eine Zunahme von E über Δt_{H_RT} ist (analog zu Abb. 3.19) eher zu erwarten als eine Abnahme. Schlussendlich lässt sich anhand dieser Messreihe für warm nachgehärtete EMV keine Veränderung der FMH über Δt_{H_RT} belegen. Bei den Ergebnissen dieser Messreihe ist zu bedenken, dass hier lediglich zwei Stützstellen von 5 bzw. 8 d vorliegen, die relativ nahe beieinander liegen.

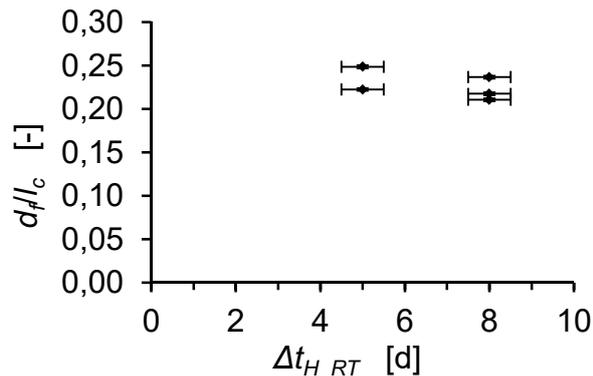


Abb. 3.21: d_f/l_c -Verhältnisse über Δt_{H_RT} von den EMV der Messreihe „15 h 40 °C“ mit Matrix L + EPH 500 (maximale Bestimmungsfelder als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

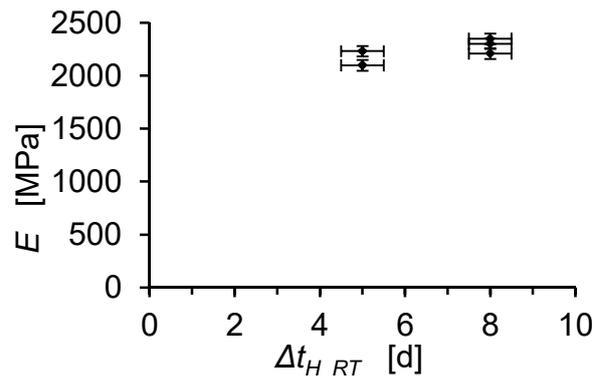


Abb. 3.22: Zug-E-Modul über Δt_{H_RT} von den EMV der Messreihe „15 h 40 °C“ mit Matrix L + EPH 500 (maximale Bestimmungsfelder als Balken dargestellt (zur sicheren Seite abgeschätzt))

Bei der Matrix L 20 + EPH 161 ist für die Messreihe „15 h 100 °C“ zu beobachten (s. Abb. 3.10), dass der Fragmentierungsprozess aller EMV erst bei etwa 0,6 mm Längenänderung einsetzt. Alle EMV der RT-Messreihe beginnen bei niedrigeren Δx -Werten zu fragmentieren – auch die EMV „RT III“ und „RT IV“, die lediglich 2 d bei RT gehärtet sind. Dieses „späte“ Einsetzen des Fragmentierungsprozesses bei der Messreihe „15 h 100 °C“ ist mit dem Auftreten thermisch induzierter Eigenspannungen zu erklären: Durch die Abkühlung der EMV nach der warmen Nachhärtung von 100 °C zurück auf RT bauen sich Eigenspannungen in den EMV auf. Dabei sind aufgrund der Differenz der Wärmeausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix die Fasern auf Druck und die Matrix auf Zug belastet: Diese Eigenspannungen wirken sich im Grenzbereich zwischen Faser und Matrix als Grenzflächenspannungen aus. Diese Grenzflächenspannungen sind somit bereits vor Beginn eines SFFT in dem zu prüfenden EMV vorhanden und wirken gleichsam wie eine Vorspannung.

Die Prüfkraft-induzierte Grenzflächenspannung des SFFT wirkt in der Anfangsphase des Versuchs kompensierend, da sie der genannten Vorspannung entgegen gerichtet ist: Somit sinkt in der Anfangsphase des SFFT die insgesamt wirkende Grenzflächenspannung (im Falle vorhandener Eigenspannungen), bevor sie danach mit weiter zunehmender EMV-Dehnung wieder ansteigt und zur Fragmentierung führt (vgl. [168]).

Durch Reaktionsschwindung bedingte (reaktionsbedingte) Eigenspannungen sind in den Ergebnissen der Messreihen mit der Matrix L 20 + EPH 161 hingegen nicht erkennbar. Solche Eigenspannungen können bei den warmgehärteten wie den ausschließlich RT-gehärteten EMV auftreten. Es ist beobachtbar, dass bei den ausschließlich RT-gehärteten EMV mit höheren Δt_{H_RT} -Werten und somit längeren Reaktionszeiten nach kürzer Längenänderung der Fragmentierungsprozess einsetzt (also EMV V bis VIII). Ein grundsätzlich denkbarer Effekt etwaiger reaktionsbedingter Eigenspannungen, der sich in Form einer Verschiebung des Fragmentierungsbeginns zu höheren Längenänderungen hin äußert, ist somit nicht beobachtbar (sondern das Gegenteil).

Abgleich der Ergebnisse zum Einfluss der Härtungsdauer mit publizierten Ergebnissen

In den vorliegenden SFFT-Ergebnissen ist entweder

- i) ein degressiver Anstieg der d/l_c -Verhältnisse (und somit der FMH) über Δt_{H_RT} zu beobachten (vor allem bei ausschließlich RT-gehärteten EMV) oder
- ii) ein gleichbleibendes Niveau der d/l_c -Verhältnisse über Δt_{H_RT} (bei den warm nachgehärteten EMV mit Matrix L + EPH 500).

Eine Abnahme der d/l_c -Verhältnisse über Δt_{H_RT} wird weder mit noch ohne Warmhärtung beobachtet. In [7] hingegen wird von SFPO-Ergebnissen von Stahldraht in EP-Matrices (und weiteren) berichtet (vgl. detaillierte Erläuterungen im wissenschaftlichen Kenntnisstand). Bei diesen Ergebnissen steigen die experimentell bestimmten τ_{app} -Werte (und somit die FMH) über der Härtungsdauer zunächst bis zu einem Maximum an und fallen dann wieder ab (vgl. Abb. 2.10). Danach nähert sich τ_{app} einem konstanten Wert. Es sind in [7] jedoch auch SFPO-Ergebnisse enthalten, bei denen ansteigende τ_{app} -Werte in ein Plateau münden und ein Abfall ausbleibt (vgl. Abb. 2.11). Das beschriebene Muster (Anstieg, Abnahme, Konstanz) ist bei 3 verschiedenen Härtungsbedingungen beobachtbar: a) bei ausschließlicher RT-Härtung, b) bei ausschließlicher Härtung mit erhöhter Temperatur und c) auch bei warmgehärteten EMV mit anschließender RT-Härtung.

Ein Grund für das Ausbleiben dieses in [7] beobachteten Abfalls der τ_{app} -Werte bei den SFFT-Ergebnissen dieser Arbeit kann das Folgende sein:

In den EMV können sich thermisch induzierte oder schwindungsinduzierte Eigenspannungen aufbauen (wie bereits auf S. 64 erläutert). Diese Eigenspannungen wirken wie Vorspannungen in Form von Grenzflächenscherspannungen zwischen Faser und Matrix und beim >SFPO< in die >gleiche< Richtung wie die Prüfkraft-induzierten Scherspannungen. Letztere und die Eigenspannungen überlagern sich gleichsam konstruktiv und führen somit zu einem scheinbar verfrühten Haftversagen [169]. Die Autorin von [7] erklärt das beschriebene Muster (Anstieg,

Abnahme, Konstanz) des τ_{app} -Verlaufs mit der Überlagerung zweier Prozesse: Ein Prozess ist für den Anstieg von τ_{app} über der Härtungsdauer verantwortlich, ein anderer Prozess für den Abfall von τ_{app} . Aus der Überlagerung beider Prozess resultiert das sichtbare Maximum. Dabei steht der erstgenannte Prozess für den Fortschritt der chemischen Reaktion der Matrix (einschließlich Anbindung an die Faseroberfläche) und der zweitgenannte Prozess für den Aufbau von Eigenspannungen. Im Gegensatz dazu wirkt beim SFFT, wie zuvor erläutert, die Prüfkraft den Eigenspannungen entgegen und führt somit zu einer Kompensation der Eigenspannungen (destruktive Überlagerung). Diese Kompensation kann dazu führen, dass der Beginn des Fragmentierungsprozess zu höheren EMV-Längenänderungen verschoben wird (vgl. Erläuterungen zu Matrix L 20 + EPH 161, Messreihe „15 h 100 °C“ sowie [168]). Sinkende d_f/l_c -Verhältnisse (und somit auch τ_{app} -Werte) sind mit den vorliegenden Ergebnissen nicht zu belegen und nach Ansicht des Autors dieser Arbeit keine zu erwartende Konsequenz der Eigenspannungen (aufgrund der genannten Kompensation).

Dennoch ist ein Absinken der d_f/l_c -Verhältnisse denkbar. Aus den präsentierten Ergebnissen und der Anschauung wird deutlich, dass ein steigender E-Modul kürzere l_c und somit höhere d_f/l_c -Verhältnisse zur Folge hat. Der E-Modul einer duroplastischen Matrix muss jedoch nicht monoton über der Härtungsdauer ansteigen. Während in einigen Fällen von einem monotonen Zuwachs des E-Moduls duroplastischer Matrices mit zunehmender Härtungsdauer berichtet wird (s. bspw. [170, 171]), zeigt [172] einen E-Modul-Verlauf, der beim Erreichen eines kritischen Umsatzgrades einer EP-Matrix ein Maximum durchläuft und anschließend wieder absinkt. Somit wäre denkbar, dass bei „zu langer“ Härtung auch der E-Modul der SFFT-EMV wieder absinken kann und folglich auch die d_f/l_c -Verhältnisse wieder sinken müssten.

3.3.3 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen der Grenzfläche

An EMV mit Matrix Araldite 2020 werden exemplarisch rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen (REM-Untersuchungen) zur Untersuchung des Grenzflächenkontaktes zwischen Faser und Matrix durchgeführt. Abb. 3.23 bis Abb. 3.25 zeigen Aufnahmen von Querschnitten ungeprüfter (d.h.: nicht im SFFT geprüfter) EMV der drei Messreihen „RT“, „16 h 40 °C“ und „3 h 60 °C“ (Nomenklatur s. Abschnitt 3.3.2). Die EMV-Querschnitte sind als Schliffproben präpariert.

Als Erstes ist festzuhalten, dass in Abb. 3.23 bis Abb. 3.25 keine Auffälligkeiten auf härtingsbedingte Unterschiede zwischen den drei Messreihen hinweisen. Grundsätzlich lässt sich feststellen, dass bei allen (geschliffenen) EMV-Querschnitten ein offener Spalt zwischen Faser und Matrix vorliegt. Es besteht der Verdacht, dass dieser Spalt durch das Präparationsverfahren (Schleifen) verursacht wird. Ferner sind im Grenzbereich zwischen Faser und Matrix konturgenaue Abformungen der PZT-Kristalle in der Matrix zu beobachten.

Das deutet darauf hin, dass vor der Schliiffpräparation ein Kontakt zwischen Faser und Matrix besteht, der dann getrennt wird. Dieser Zusammenhang impliziert, dass die Haftung zwischen

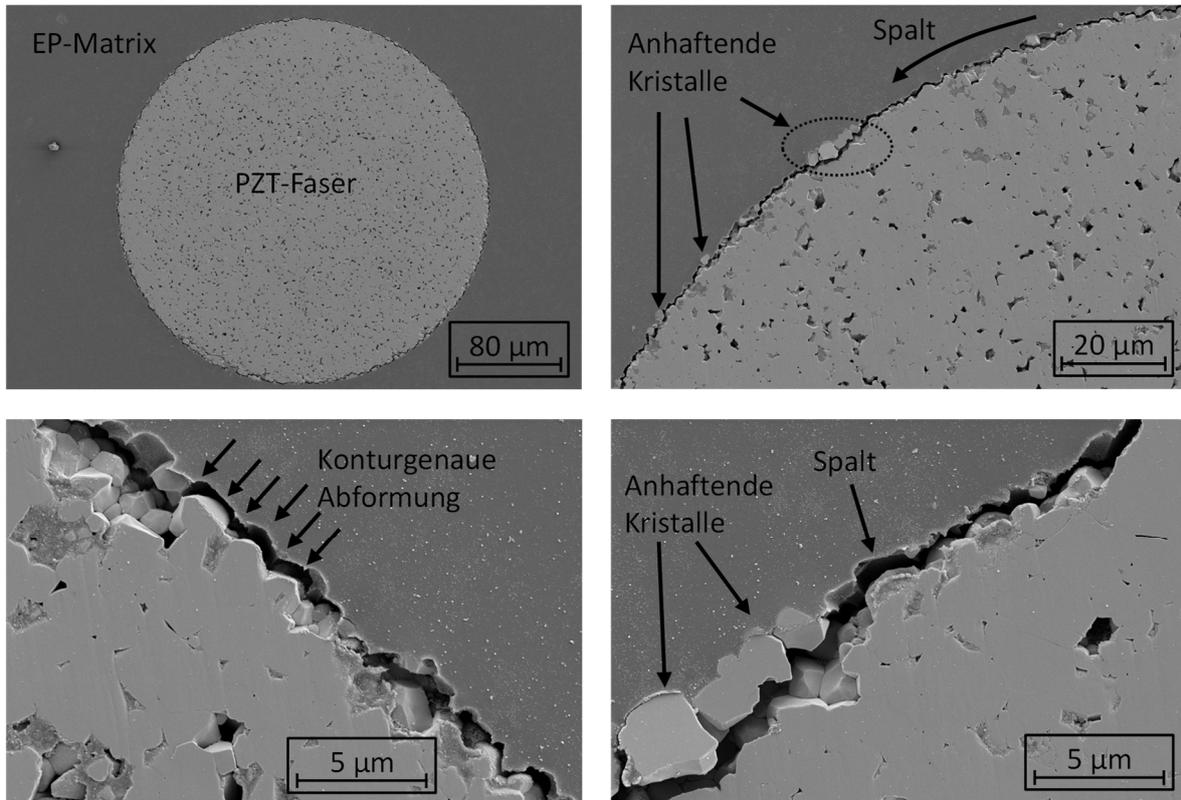


Abb. 3.23: REM-Aufnahmen verschiedener Querschnittsflächen (geschliffen) von ungeprüften EMV mit Araldite 2020-Matrix aus der „RT“-Messreihe

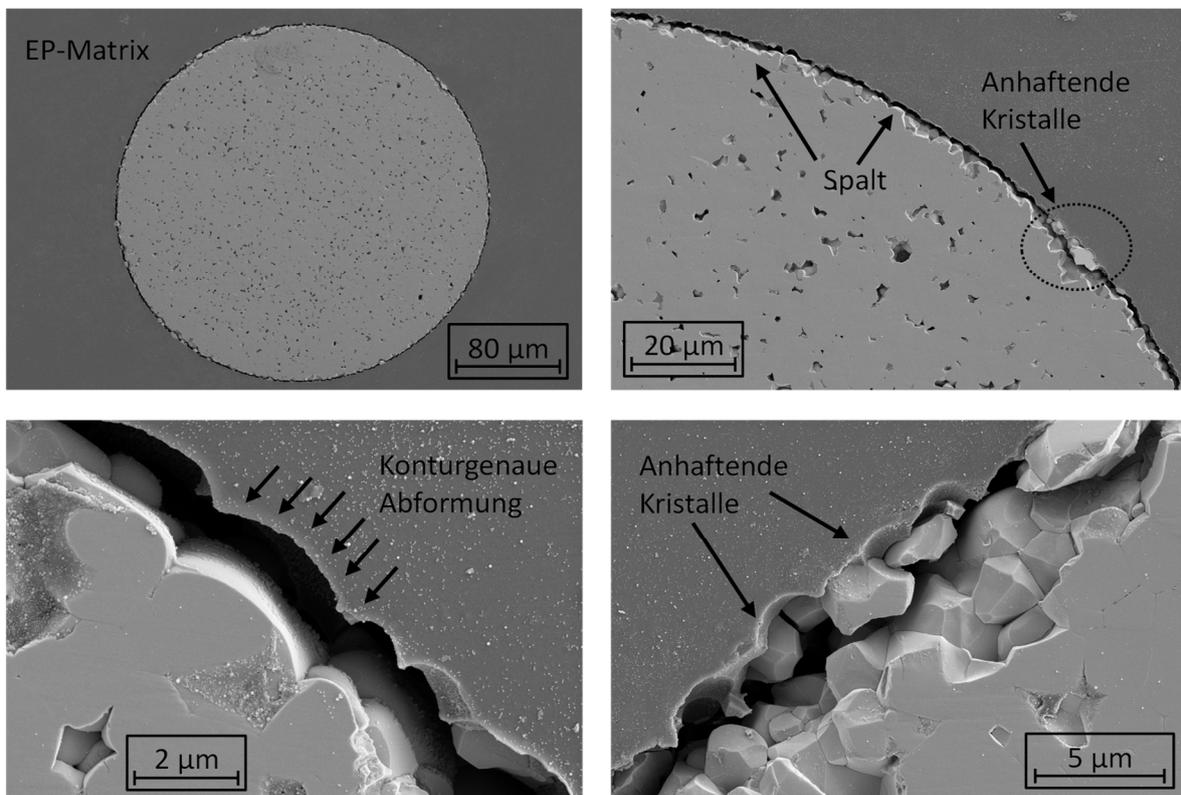


Abb. 3.24: REM-Aufnahmen verschiedener Querschnittsflächen (geschliffen) von ungeprüften EMV mit Araldite 2020-Matrix aus der „16 h 40 °C“-Messreihe

den PZT-Kristallen und der Matrix „schwach genug“ ist, um durch die präparationsbedingten Einwirkungen überwunden zu werden. Des Weiteren sind in Abb. 3.23 bis Abb. 3.25 vereinzelt PZT-Kristalle sichtbar, die an der Matrix haften. An diesen Stellen ist offenbar die Haftung der PZT-Kristalle zur Matrix größer als die Haftung zu den angrenzenden PZT-Kristallen.

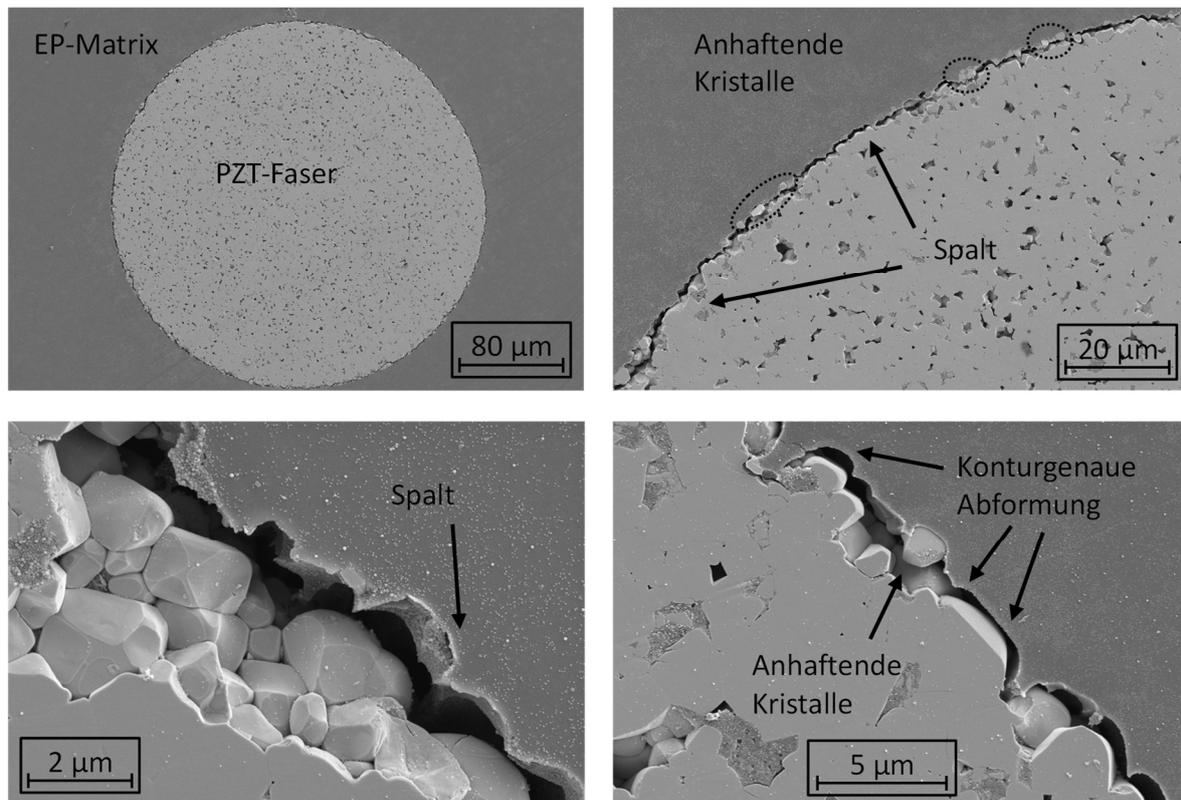


Abb. 3.25: REM-Aufnahmen verschiedener Querschnittsflächen (geschliffen) von ungeprüften EMV mit Araldite 2020-Matrix aus der „3 h 60 °C“-Messreihe

Die genannten konturgenauen Abformungen und die augenscheinlich saubere Trennung zwischen PZT-Kristallen und Matrix an den Grenzflächen deuten auf adhäsives Versagen des Kontaktes und physikalische Wechselwirkungen zwischen PZT und Matrix hin. Die raue PZT-Faseroberfläche (vgl. auch Abschnitt 3.3.1) und die konturgenaue Abformung in der Matrix sprechen dafür, dass der Formschluss für den Spannungstransfer zwischen den PZT-Fasern und der Matrix eine bedeutende Rolle spielt.

Aufgrund der möglicherweise präparationsbedingten Spalte werden alternativ Mikrotomschnitte mit einem Glasmesser angefertigt. Abb. 3.26 zeigt REM-Aufnahmen von einem Mikrotomschnitt eines EMV-Querschnitts. Es wird deutlich, dass sich die Präparation auf die Morphologie der Probenoberfläche auswirkt und zu einer verschmierten Querschnittsfläche führt. Daraus folgt, dass sich diese Präparationsmethode für diesen Typ EMV nicht eignet.

Wegen der mangelnden Eignung der Mikrotomie werden mittels Kryobrush weitere Querschnitte erzeugt und rasterelektronenmikroskopisch untersucht, s. Abb. 3.27 und Abb.

3.28. In Abb. 3.27 ist zu sehen, dass ein geringer Teil der Faser aus der Matrix gezogen ist. Ein Spalt zwischen Faseroberfläche und Matrix ist nicht erkennbar. Die bei den Schliiffproben angesprochenen konturgenauen Abformungen (Abdrücke der herausgebrochenen Kristalle) sind in diesen Aufnahmen noch deutlicher sichtbar: nicht nur in der Bruchebene, sondern auch in Normalenrichtung dazu entlang der Grenzfläche, die durch das teilweise Herausbrechen der PZT-Faser nun freigelegt ist.

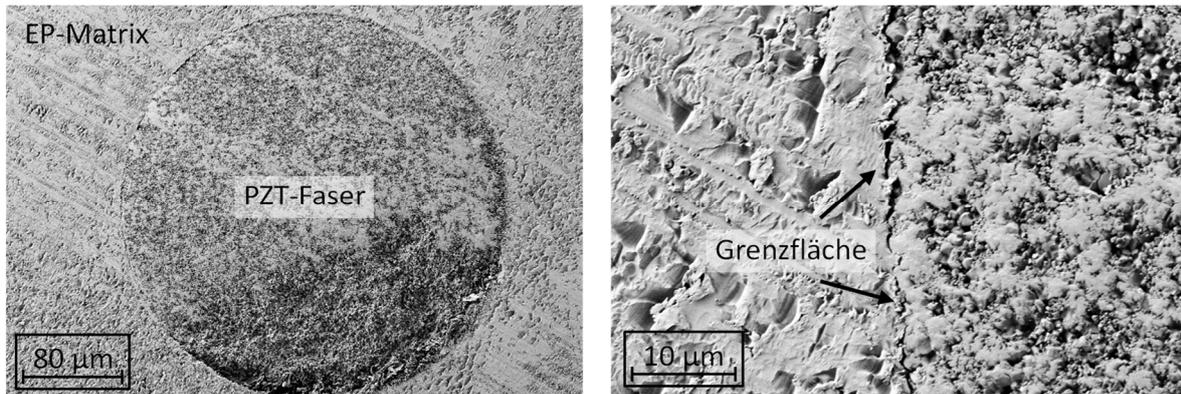


Abb. 3.26: REM-Aufnahmen einer Querschnittsfläche (Mikrotomschnitt) eines ungeprüften EMV mit Araldite 2020-Matrix aus der „15 h 40 °C“-Messreihe

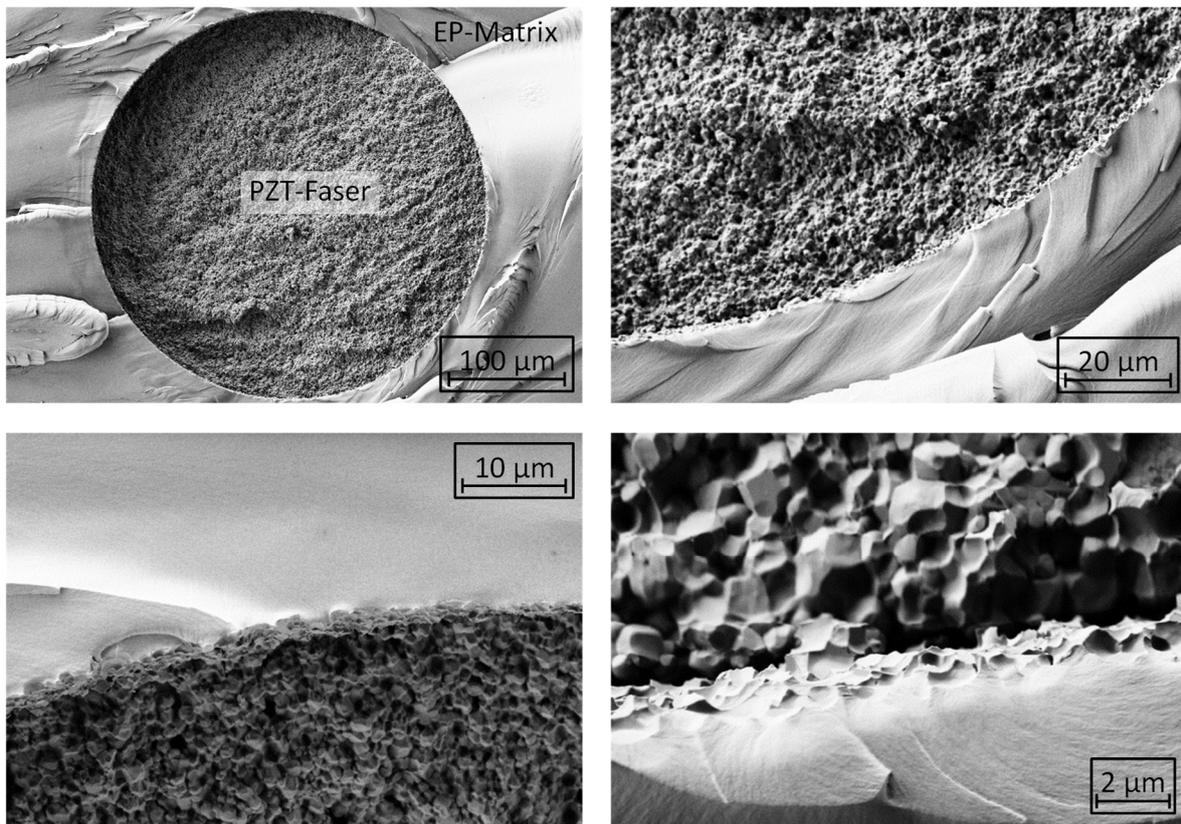


Abb. 3.27: REM-Aufnahmen einer Querschnittsfläche (Kryobruch 1) eines ungeprüften EMV mit Araldite 2020-Matrix aus der „15 h 40 °C“-Messreihe

In Abb. 3.28 hingegen ist deutlich ein Spalt zwischen Faser und Matrix auf der rechten Seite des Querschnitts zu sehen. Auf der linken Seite nicht, wohl aber mehrere vereinzelte kleine Leerräume zwischen Faser und Matrix. Diese Beobachtungen deuten darauf hin, dass auch

hier der Spalt präparationsbedingt ist: Es ist denkbar, dass sich die Faser durch den Kryobruch an der konvex gekrümmten Seite des EMV von der Matrix ablöst, an der konkav gekrümmten jedoch nicht. Die konvex gekrümmte Seite ist demnach die rechte und die konkav gekrümmte die linke Seite. Die kleinen Leerräume können Positionen sein, an denen durch den Kryobruch einzelne PZT-Kristalle herausgebrochen sind. Insbesondere die Darstellung in Abb. 3.28 mit der größten Vergrößerung (rechts unten) zeigt einen Leerraum, der vermutlich die Kontur zweier nebeneinander befindlicher PZT-Kristalle abbildet.

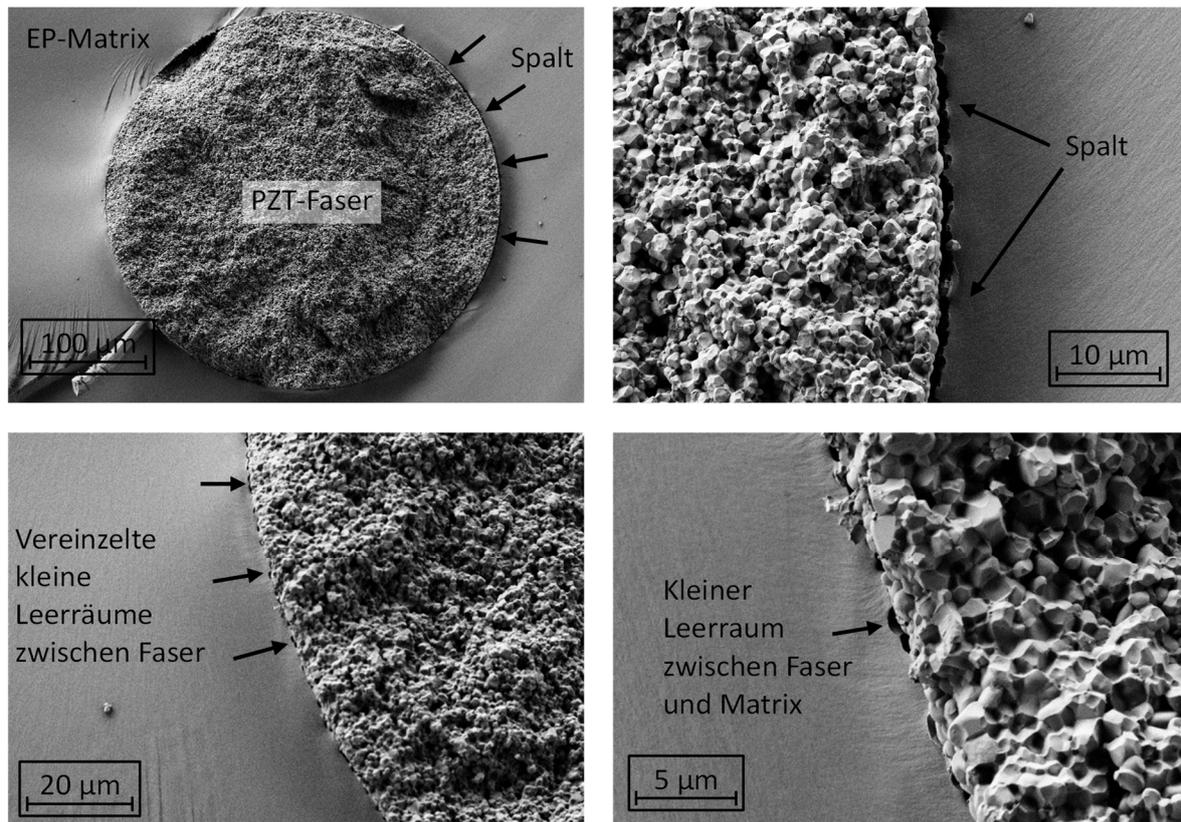


Abb. 3.28: REM-Aufnahmen einer weiteren Querschnittsfläche (Kryobruch 2) eines ungeprüften EMV mit Araldite 2020-Matrix aus der „15 h 40 °C“-Messreihe

Dass die diskutierten Spalte in einem EMV dieses Typs nach seiner Herstellung vorliegen, ist nicht zu erwarten, da

- i) die Wärmeausdehnung der polymeren Matrix gegenüber dem PZT größer ist, bei etwaiger Abkühlung von erhöhten Nachhärtungstemperaturen für eine Kontraktion der Matrix und somit für einen Druck in der Grenzfläche (der der Entstehung eines Spaltes entgegen stehen würde) sorgt und
- ii) etwaige Reaktionsschwindungen auftreten können, die ebenfalls eine Matrixkontraktion zur Folge haben.

3.4 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Die SFFT-Ergebnisse zeigen, dass sich neben den Messreihen mit Sättigung auch aus einigen Messreihen ohne Sättigung Informationen ziehen lassen.

Insbesondere bei den „RT“-Messreihen sind deutliche Streuungen innerhalb einzelner Messreihen beobachtbar. Als ein wesentlicher Grund dafür stellt sich der Einfluss unterschiedlicher Härtungsdauern heraus. Die d_f/l_c -Verhältnisse als definiertes quantitatives Maß für die FMH zeigen einen degressiven Anstieg über der Härtungsdauer bei Raumtemperatur Δt_{H_RT} . Qualitativ ist dieser Anstieg auch bei Ergebnissen ohne Sättigung erkennbar.

Es ist davon auszugehen, dass eine Erhöhung der Härtungsdauer mit einem Fortschritt der Härtungsreaktion verbunden ist. Dafür sprechen auch die Zug-E-Moduln der EMV. Analog zu dem Verhalten der d_f/l_c -Verhältnisse über Δt_{H_RT} zeigen auch die E -Werte einen degressiven Anstieg.

Somit liegen Parallelen zwischen d_f/l_c und E bezüglich Δt_{H_RT} vor. Sie belegen eine stark ausgeprägte Abhängigkeit der d_f/l_c -Verhältnisse von E (s. Abb. 3.17): Durch eine Erhöhung der Steifigkeit ist eine Matrix im Stande, die versagenskritische Spannung $\sigma_{f\ max}$ einer PZT-Faser entlang einer kürzeren Fragmentlänge in der Faser aufzubauen. Daraus resultieren kürzere kritische Fragmentlängen l_c und somit höhere d_f/l_c -Verhältnisse. Die Steifigkeit der Matrix wiederum wird zum Teil wesentlich von der RT-Härtungsdauer (und somit dem Reaktionsfortschritt) beeinflusst. Daher sind die d_f/l_c -Verhältnisse mittelbar – über E – von Δt_{H_RT} abhängig.

Auch bei den Messreihen mit zusätzlicher warmer Nachhärtung gibt es Hinweise darauf, dass im Anschluss an eine warme Nachhärtung eine RT-Härtung noch Veränderungen der mechanischen EMV-Eigenschaften bewirken kann: Veränderungen von i) FMH und Zug-E-Modul (Matrix Araldite 2020, Messreihe „16 h 40 °C“) und ii) Bruchdehnung/Fragmentierungsfortschritt (Matrix L 20 + EPH 161, Messreihe „15 h 100 °C“). An letzterer Messreihe ist zudem nachvollziehbar, wie sich thermisch induzierte Eigenspannungen auf den Versuchsablauf des SFFT auswirken können: Die Eigenspannungen bewirken ein gegenüber der RT-Messreihe wegverzögertes Einsetzen des Fragmentierungsprozesses (destruktive Überlagerung von Eigenspannung und Prüfkraft-induzierter Spannung).

Im Abgleich mit publizierten Ergebnissen aus der Literatur zeigt sich: Auf der einen Seite weisen publizierte SFPO-Ergebnisse (Stahldraht in EP-Matrix) für τ_{app} über der Härtungsdauer nach dem Erreichen eines Maximums einen Abfall auf (vgl. Erläuterungen in Abschnitt 2.5.1 zu [7]). Auf der anderen Seite ist in den SFFT-Ergebnissen dieses Kapitels

kein Abfall von d_f/l_c über der Härtungsdauer beobachtbar. Dies wird auf einen grundsätzlichen Unterschied zwischen dem SFPO und dem SFFT zurückgeführt: Herstellungsbedingte Eigenspannungen in EMV werden beim SFPO durch die Prüfkraft-induzierten Scherspannungen konstruktiv überlagert. Das kann zu scheinbar verfrühtem Haftversagen bei niedrigeren Prüfkraften führen. Beim SFFT ist diese Spannungsüberlagerung destruktiv. Die Eigenspannungen können hier zum wegverzögerten Einsetzen des Fragmentierungsprozesses führen (wie im vorherigen Absatz erläutert). Sinkende d_f/l_c -Verhältnisse als Konsequenz der Eigenspannungen sind beim SFFT nicht zu erwarten.

REM-Untersuchungen erfolgen anhand von Querschnittsflächen ungeprüfter EMV, die aus den drei Araldite 2020-Messreihen mit jeweils unterschiedlichen Härtungsbedingungen entnommen sind (vgl. Tab. 3.4).

Schliffproben zeigen in REM-Aufnahmen keine Auffälligkeiten, die auf härtungsbedingte Unterschiede zwischen den drei Messreihen hinweisen. Bei allen EMV-Querschnitten wird ein Spalt zwischen Faser und Matrix beobachtet, der wahrscheinlich präparationsbedingt (Schleifen) ist. Konturgenaue Abformungen sind Hinweise darauf, dass vor der Präparation ein Kontakt zwischen Faser und Matrix besteht, der durch das Schleifen getrennt wird. Vereinzelt sind an der Matrix haftende PZT-Kristalle beobachtbar: Dort ist die Haftung der Kristalle zur Matrix offenbar größer als zu angrenzenden Kristallen. Das spricht dafür, dass ein Mindestmaß an Kraftschluss zum Spannungstransfer und somit der FMH beiträgt.

Die konturgenaue Abformung und augenscheinliche saubere Trennung zwischen PZT-Kristallen und Matrix an den Grenzflächen deutet auf adhäsives Versagen des Kontaktes und physikalische Wechselwirkungen zwischen PZT und Matrix hin. Die raue PZT-Faseroberfläche und die konturgenaue Abformung in der Matrix sprechen dafür, dass der Formschluss für den Spannungstransfer zwischen den PZT-Fasern und der Matrix eine bedeutende Rolle spielt.

REM-Aufnahmen mittels Kryobruch erzeugter EMV-Querschnitte zeigen ebenfalls einen Spalt, der jedoch nur teilweise auftritt. Die Aufnahmen geben Hinweise darauf, dass auch dieser Spalt präparationsbedingt ist. Folgender Verdacht liegt nahe: Durch das Kryobrechen kommt es an der konvex gekrümmten Seite des EMV zur Trennung des Grenzflächenkontaktes (nicht an der konkav gekrümmten). Das passt zu dem nur halbseitig beobachteten Spalt.

Aus den REM-Untersuchungen resultiert insgesamt:

- i) Vor der Prüfung der EMV besteht ein Grenzflächenkontakt (kein Spalt).

- ii) Es liegt nahe, dass keine chemischen Bindungen, sondern physikalische Wechselwirkungen für Kraftschluss sorgen.
- iii) Die grobkörnige, raue Struktur der PZT-Oberflächen sorgt für einen stark ausgeprägten Formschluss.

Die Punkte i) – iii) stehen in Einklang mit der Beobachtung, dass die d_f/l_c -Verhältnisse und der Zug-E-Modul einen teilweise besonders ausgeprägten Zusammenhang zeigen. Der ausgeprägte Zusammenhang erzeugt den Eindruck, dass die d_f/l_c -Verhältnisse hauptsächlich vom Zug-E-Modul abhängen und andere Faktoren (chemische Bindungen, plastische Verformungen) keinen merklichen Einfluss ausüben.

4 Einfluss von Feuchtigkeit

In diesem Kapitel wird der Einfluss von Luftfeuchtigkeit auf das mechanische Verhalten von SFPO-EMV untersucht. Es werden EMV für zwei Messreihen hergestellt. Eine Hälfte wird bei Kunststoffklima (50 %rF, 23 °C) und die zweite bei trockenem Klima im Exsikkator (0 % rF, 23 °C) gelagert (der Exsikkator befindet sich in dem Labor mit genanntem Kunststoffklima). Alle EMV werden im Anschluss unter trockenem Klima geprüft (< 5 %rF, 23 °C).

Für die Realisierung der SFPO-Versuche unter trockener Atmosphäre wird die Prüfeinrichtung des SFPO in Vorarbeiten modifiziert.

4.1 Materialien

Als Faser/Matrix-Kombination wird ein kommerzielles Kohlenstofffaser/Epoxidharz-System für Luftfahrtanwendungen mit typischerweise wechselnden Umgebungsfeuchtigkeiten (und Temperaturen) ausgewählt. Die Kohlenstofffasern sind vom Typ HexTow IM7 des Herstellers Hexcel Corporation, Stamford, USA. Als Matrix wird das Produkt HexFlow RTM 6 (Einkomponentensystem) desselben Herstellers verwendet. Tab. 4.1 enthält eine Auswahl an Materialeigenschaften für die Fasern und die Matrix, mit denen die Ergebnisse für Abschnitt 4.3 berechnet werden.

4.2 Experimentelles

In den nachfolgenden Abschnitten wird für die zwei genannten Messreihen (MR) folgende Nomenklatur verwendet:

- MR „feucht“ für MR, deren EMV bei Kunststoffklima (50 %rF, 23 °C) gelagert werden
- MR „trocken“ für MR, deren EMV bei trockenem Klima (0 %rF, 23 °C) gelagert werden

4.2.1 Herstellung der Einzelfaser-Modellverbunde

Die Herstellung der EMV erfolgt analog zu Abschnitt 5.2.1 mit der dort vorgestellten Präparationseinheit. Abweichend von den dortigen Ausführungen wird in diesem Kapitel mit der Matrix RTM 6 gearbeitet, deren Handhabung im Folgenden erläutert wird.

Vor der Herstellung der EMV wird die Matrix in Portionen von jeweils 5-10 g aufgeteilt und eingefroren. Eine Portion wird jeweils 24 h vor der Verwendung zum Auftauen aus der

Tiefkühlung entnommen. Im Anschluss wird diese Portion 1 Tag zur Entnahme kleiner Mengen RTM 6 für die Herstellung von EMV verwendet.

Die Einbettung der Faser in die Matrix erfolgt bei einer Matrixtemperatur von 120 °C (vorgegebene Einbetttiefe 70 µm). Die Härtung der EMV wird 45 min bei 180 °C in der Präparationseinheit durchgeführt (Heizrate 5 K/min) und weitere 75 min bei 180 °C im Trockenschrank (Heizrate 5 K/min). Die EMV sind bei der Entnahme aus der Präparationseinheit formstabil.

4.2.2 Lagerung der Einzelfaser-Modellverbunde

Die EMV für die MR „feucht“ werden in einem Labor mit Kunststoffklima (50 %rF, 23 °C) gelagert. Die EMV für die MR „trocken“ werden in demselben Labor gelagert (Temperatur somit gleich), jedoch unter trockenen Bedingungen (0 %rF, 23 °C): Dazu wird jeder einzelne EMV mit Silicagel in einem separaten Wägegglas mit Normschliff trocken gelagert (zur Unterstützung der Dichtigkeit des Normschliffs wird Silikonfett verwendet). Diese Lagerung hat gegenüber einer Lagerung aller EMV in einem Exsikkator folgenden Vorteil: Auf diese Weise kann etwaige beim wiederholten Öffnen des Exsikkators eindringende Feuchte als potentielle Einflussgröße auf die Messergebnisse ausgeschlossen werden.

Die für die Messreihen „feucht“ und „trocken“ hergestellten EMV werden in der Zeit zwischen Herstellung und Prüfung ununterbrochen in dem jeweils vorgesehenen Klima gelagert. Die Lagerdauer der EMV in ihrem jeweiligen Klima beträgt ca. 30 Tage. Aus arbeitsorganisatorischen Gründen kann nicht für alle EMV eine Lagerdauer von exakt 30 Tagen gewährleistet werden: In mehreren Fällen weicht diese etwas ab, beträgt jedoch minimal 27 Tage und maximal 34 Tage.

4.2.3 Versuchsaufbau und Versuchsdurchführung

Der Versuchsaufbau des SFPO sowie Erläuterungen zur Durchführung unter Standardbedingungen ($l_{frei} \approx 50 \mu\text{m}$, $v_{Abzug} = 0,01 \mu\text{m/s}$, Kunststoffklima) sind Abschnitt 5.2.2 zu entnehmen. Die Prüfung der MR „feucht“ und „trocken“ erfolgt in beiden Fällen unter trockenem Klima ($< 5 \text{ %rF}$, 23 °C). Mit dem trockenen Prüfklima wird die Absicht verfolgt, bei den trockenen EMV etwaige beschleunigte Diffusion von Feuchtigkeit entlang der Faser/Matrix-Grenzfläche möglichst als potentielle Einflussgröße auszuschließen. Bei dieser Form der Diffusion entlang von Grenzflächen mit imperfektem Grenzflächenkontakt handelt es sich um den sogenannten Kapillarttransport (engl. *capillary transport* oder auch *wicking*) [173-175]. Die Prüfung erfolgt unabhängig von der Konditionierung in demselben Klima, um einen möglichen Störeinfluss bei den Ergebnissen auszuschließen: Es soll so vermieden

werden, dass sich etwaige klimabedingte Unterschiede in der Klebstoffaushärtung (Krafteinleitung erfolgt über eine Klebung) auf die Messungen auswirken.

Für die SFPO-Versuche in trockenem Klima wird eine Prüfeinrichtung modifiziert (s. Abb. 4.1). Zur Realisierung einer relativen Feuchte $< 5\%rF$ wird ein Teil der Prüfeinrichtung mit Polypropylenfolie eingehaust. Dieser Teil umfasst die nähere Umgebung des Bereichs, in dem sich während einer Prüfung der EMV befindet. Die Polypropylenfolie umhüllt somit den Kraftaufnehmer und einen Teil des Linearaktors. Auf der Seite des Bedieners ist eine Öffnung vorgesehen, die mit einem Draht verschlossen werden kann (für das Einsetzen und Entnehmen von EMV).

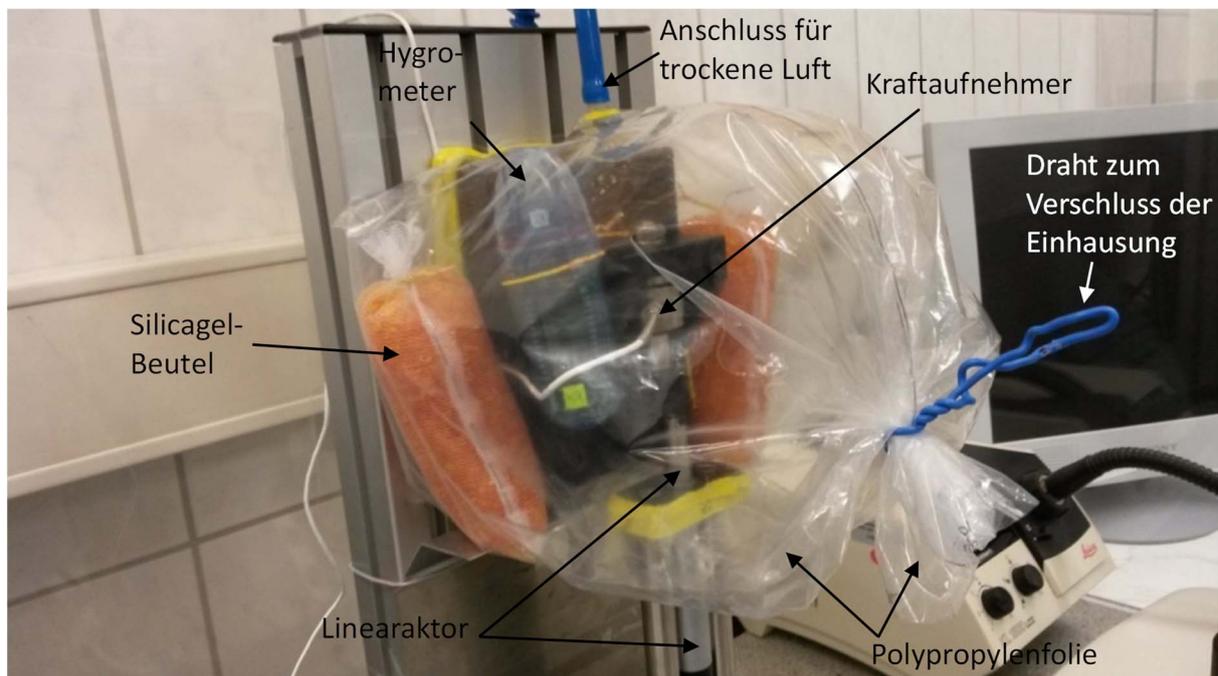


Abb. 4.1: Modifizierte SFPO-Prüfeinrichtung für Versuche unter trockenem Klima ($< 5\%rF$, $23\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Über einen Druckluft-Anschluss kann der Innenraum der Einhausung mit trockener Druckluft ($\ll 5\%rF$) gespült werden. Für eine über mehrere Stunden trockene Atmosphäre ($< 5\%rF$) ist zusätzlich der Einsatz von Trockenmittel (hier: Silicagel) erforderlich. Die Feuchte im Inneren der Einhausung wird mit einem Hygrometer überwacht.

Aufgrund der vergleichsweise hohen relativen Feuchte des Kunststoffklimas, in dem sich die Prüfeinrichtung befindet, ist die Einhausung in der Regel dauerhaft verschlossen. Für das Einsetzen eines zu prüfenden EMV, das Ankleben und seine Entnahme nach der Prüfung wird die Einhausung geöffnet. Nach dem Einsetzen eines EMV und vor dem Ankleben seines Filaments an den metallischen Steg ist ein weiterer Trocknungsschritt mit geschlossener Einhausung zwischengeschaltet. Das anschließende Ankleben des Filaments an den metallischen Steg, das Verschließen der Einhausung und das Spülen mit trockener Druckluft

erfolgen nach einer zeitlich vordefinierten 10-minütigen Routine. Danach läuft der SFPO-Versuch wie in Abschnitt 5.2.2 beschrieben ab: Nach 30-minütiger Härtung des Klebstoffs setzt die automatische Prüfroutine ein. Bezüglich der Prüfparameter freie Faserlänge und Abzugsgeschwindigkeit wird die Prüfung unter Standardbedingungen durchgeführt ($l_{frei} \approx 50 \mu\text{m}$, $v_{Abzug} = 0,01 \mu\text{m/s}$).

Tab. 4.1: Materialeigenschaften von Fasern und Matrix und Geometrieangaben

Eigenschaft	Wert
Axialer Zug-E-Modul der Faser E_{fa} [MPa]	276000
Zug-E-Modul der Matrix E_m [MPa]	2890*
Axialer Wärmeausdehnungskoeffizient der Faser α_{fa} [$10^{-6}/\text{K}$]	-0,5
Wärmeausdehnungskoeffizient der Matrix α_m [$10^{-6}/\text{K}$]	52,7*
Axialer Schermodul der Faser G_{fa} [MPa]	50000
Poisson-Verhältnis der Matrix ν_m [-]	0,35*
Spannungsfreie Temperatur der Matrix [°C]	180*
Radius R des Matrixtropfens eines EMV [mm]	1,95**
Mittlerer Faserdurchmesser d_f der Fasern [μm]	4,97 ± 0,25***

* (Annahme: Matriceigenschaften für beide Messreihen gleich)

** (Annahme: Tropfen ist halbkugelförmig, vgl. Anmerkungen zu Gl. 2.6)

*** (MW ± SD; Durchmesser von 300 Filamenten lichtmikroskopisch mittels Schliff gemessen; Minimum bei 4,21 μm , Maximum bei 5,70 μm)

Die Auswertung der Messergebnisse erfolgt anhand der Gleichungen in Abschnitt 2.4.1.1. Für die Berechnung von τ_d werden die Materialeigenschaften und Geometrieangaben in Tab. 4.1 verwendet.

4.3 Ergebnisse

Abb. 4.2 zeigt in einer Übersicht die Kraft-Verschiebungs-Kurven der beiden Messreihen „feucht“ (mit EMV-Lagerung in Kunststoffklima) und „trocken“ (mit EMV-Lagerung in trockenem Klima). Die beiden Diagramme enthalten die Kraft-Verschiebungs-Kurven jeweils einer Messreihe. Die Übersicht ermöglicht qualitative Vergleiche der beiden Messreihen hinsichtlich der Ausprägung des stabilen Risswachstums (bzgl. Anstieg und Länge), der Höhe der Maximalkräfte und der Höhe der Restreibkräfte während des reibbehafteten Auszugs. Tab. 4.2 enthält die Mittelwerte und Standardabweichungen und -fehler der Mess- und Berechnungsergebnisse zu den beiden Messreihen.

In Abb. 4.2 und Tab. 4.2 ist zu beobachten, dass in der MR „trocken“ größere Debondingkräfte F_d , Maximalkräfte F_{max} und Restreibkräfte F_b erreicht werden als in der MR „feucht“. Die auf diesen Kräften basierenden Größen τ_d , τ_{app} und τ_f sind ebenfalls bei der MR „trocken“ im Mittel größer. Eine nicht ausschließbare Erklärung für diese unterschiedlich hohen Kräfte sind ungleiche Faserdurchmesserverteilungen, bei denen die Faserdurchmesser der MR „trocken“ insgesamt größer sind als bei der MR „feucht“. Größere Faserdurchmesser

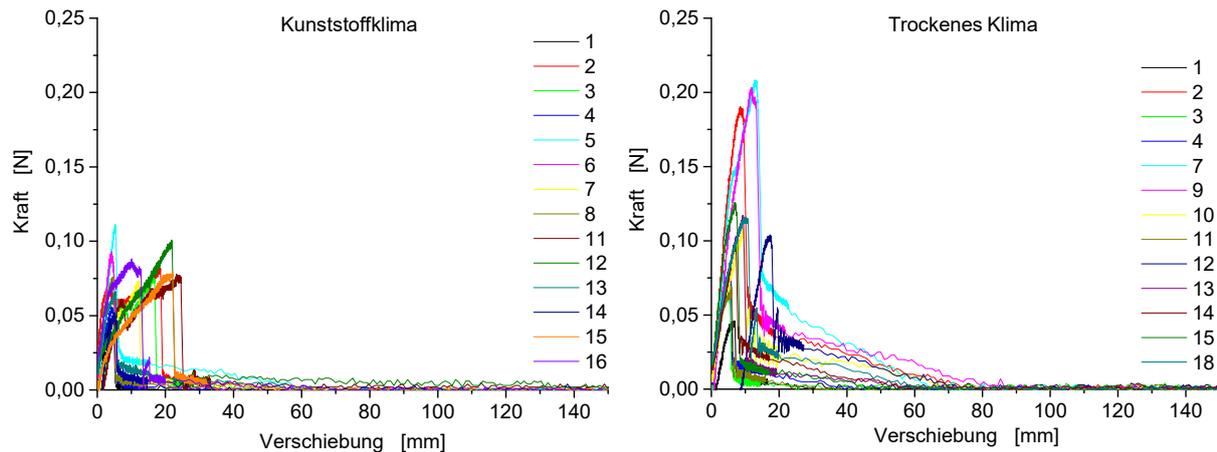


Abb. 4.2: Kraft-Verschiebungs-Kurven der MR „feucht“ und „trocken“ (Materialkombination: CF (HexTow IM7) in EP (HexFlow RTM 6))

haben bei sonst unveränderten Bedingungen größere Debonding-, Maximal- und Restreibkräfte zur Folge. Ungleiche Durchmesserverteilungen lassen sich für die beiden Messreihen nicht ausschließen, da individuell gemessene Faserdurchmesser für die einzelnen EMV nicht vorliegen. Für die Faserdurchmesser wird der im Vorfeld (an 300 Filamenten) ermittelte Mittelwert von $4,97 \mu\text{m}$ bei der Berechnung angenommen, s. Tab. 4.2 (Standardabweichung beträgt $0,25 \mu\text{m}$, Minimum $4,21 \mu\text{m}$, Maximum $5,70 \mu\text{m}$). Innerhalb dieser Grenzen ist eine Verlagerung der mittleren Durchmesser möglich: So ist denkbar, dass der tatsächliche MW der MR „trocken“ größer als $4,97 \mu\text{m}$ und der MW der MR „feucht“ entsprechend kleiner ist.

Tab. 4.2: Ergebnisse der MR „feucht“ (Kunststoffklima) und „trocken“ (trockenes Klima); aus Übersichtlichkeitsgründen sind maximal 3 Nachkommastellen dargestellt (das führt teilweise dazu, dass der Quotient SD^2/SE^2 stärker von der Anzahl der Einzelmessungen n abweicht (exakt gilt: $SD^2/SE^2 = n$))

Messreihe		l_e [μm]	$d_f^{(1)}$ [μm]	F_d [N]	F_{max} [N]	F_b [N]	τ_{app} [MPa]	τ_d [MPa]	τ_f [MPa]	Einzel- messungen
Kunststoffklima (50 %rF, 23 °C)	MW	65,4	4,97	0,056	0,077	0,011	82,4	105,0	12,5	14
	SD	30,0	0,25	0,017	0,018	0,005	19,9	22,8	6,3	
	SE ⁽²⁾	-	-	0,005	0,005	0,001	5,3	6,1	1,7	
Trockenes Klima (0 %rF, 23 °C)	MW	69,7	4,97	0,091	0,123	0,035	113,9	145,3	31,3	12
	SD	20,1	0,25	0,027	0,050	0,020	31,1	27,3	14,3	
	SE ⁽²⁾	-	-	0,008	0,014	0,006	9,0	7,9	4,1	

⁽¹⁾ Durchmesserverteilung im Vorfeld lichtmikroskopisch mittels Schliff an 300 Filamenten ermittelt

⁽²⁾ Standardfehler (engl. *standard error*, SE)

Dem Erklärungsansatz ungleicher Durchmesserverteilungen ist entgegenzuhalten, dass in einem solchen Falle die Kraft-Verschiebungs-Kurven der beiden MR prinzipiell ähnliche Verläufe aufweisen sollten – mit dem Unterschied, dass die EMV der MR „feucht“ niedrigere Werte für F_d , F_{max} und F_b erreichen. In Abb. 4.2 ist jedoch festzustellen, dass bei den beiden MR prinzipiell unterschiedliche Kurvenverläufe beobachtbar sind, und zwar (am deutlichsten)

bezüglich des stabilen Risswachstums (Kurvenabschnitt zwischen F_d und F_{max}): Bei der MR „feucht“ weisen mehrere EMV (EMV 2, EMV 3, EMV 11, EMV 12 und EMV 15) in diesem Kurvenabschnitt eine geringere Kurvensteigung auf (gegenüber MR „trocken“). Die Phase des stabilen Risswachstums erstreckt sich bei den genannten EMV bis zu Abszissenwerten zwischen $15\ \mu\text{m}$ und $25\ \mu\text{m}$. Dabei liegen die zugehörigen F_{max} -Werte zwischen $0,075\ \text{N}$ und $0,1\ \text{N}$. Bei der MR „trocken“ sind die Kurvensteigungen in diesem Kurvenabschnitt ohne Ausnahme höher: Das Risswachstum aller EMV ist bei Verschiebungswerten $< 20\ \mu\text{m}$ abgeschlossen – dabei werden gleichzeitig höhere Maximalkräfte erreicht. Die beschriebenen Unterschiede im Risswachstum sind ein Hinweis auf unterschiedliches Materialverhalten der beiden MR.

Im dem Zusammenhang ist charakteristisch, dass in den Kraft-Verschiebungs-Kurven der MR „trocken“ deutlich höhere Restreibkräfte festzustellen sind (s. Abb. 4.2): Der Mittelwert von τ_f beträgt bei der MR „trocken“ mit $31,3\ \text{MPa}$ das 2,5-fache des entsprechenden Wertes der MR „feucht“ mit $12,5\ \text{MPa}$. Um gleiche τ_f -Mittelwerte aufzuweisen, müssten sich die beiden MR hinsichtlich ihrer angenommenen mittleren Faserdurchmesser somit um den Faktor 2,5 unterscheiden (bei unveränderten l_e): Bei einem hypothetisch angenommenen mittleren Durchmesser von $5,70\ \mu\text{m}$ für MR „trocken“ müsste der Durchmesser für MR „feucht“ folglich $2,28\ \mu\text{m}$ betragen (vgl. Gl. 2.8; der Wert $5,70\ \mu\text{m}$ entspricht dem max. gemessenen Durchmesserwert aus 300 Filamenten, s. Tab. 4.1). Diese Unterschiede in den τ_f -Mittelwerten werden somit als weiterer Hinweis auf unterschiedliches Materialverhalten gewertet, das nicht (allein) durch abweichende Faserdurchmesserverteilungen zu erklären ist.

Die Beobachtungen zum stabilen Risswachstum sowie zum reibbehafteten Auszug werden als Hinweise gewertet, dass bei den MR „trocken“ und „feucht“ prinzipiell unterschiedliches mechanisches Verhalten vorliegt. Das wiederum spricht dagegen, dass die Unterschiede in τ_d , τ_{app} und τ_f (bzw. F_d , F_{max} und F_b) aus verschiedenen Durchmesserverteilungen in den MR „trocken“ und „feucht“ resultieren.

Darüber hinaus legt die Analyse der Standardfehlerbereiche der Ergebnisse nahe, dass für die beiden MR jeweils unterschiedliche statistische Prozesse vorliegen. Für die Bereiche der Standardfehler (engl. *standard error*, SE) der τ_d -Ergebnisse (MW \pm SE) der MR „trocken“ ($145,3 \pm 7,9\ \text{MPa}$) und „feucht“ ($105,0 \pm 6,1\ \text{MPa}$) wird festgestellt: Die Bereiche tangieren sich, wenn die SE-Werte mit einem Faktor von ca. 2,89 multipliziert werden. Daraus folgt: Beide MW liegen zu jeweils hohen Wahrscheinlichkeiten in Intervallen, die sich nicht berühren (zur Orientierung: bei einer Normalverteilung der Ergebnisse, die bei den geringen Stichprobenumfängen nicht vorausgesetzt werden kann, lägen die Wahrscheinlichkeiten bei $> 99\ \%$). Analog zeigt die Analyse der τ_f -Ergebnisse der MR „trocken“ ($31,1 \pm 4,1\ \text{MPa}$) und „feucht“ ($12,5 \pm 1,7\ \text{MPa}$), dass sich ihre Standardfehlerbereiche bei einem entsprechenden

Faktor von ca. 3,23 tangieren. Die zugehörigen MW liegen daher ebenfalls zu hohen Wahrscheinlichkeiten in sich nicht berührenden Intervallen (zur Orientierung: bei einer Normalverteilung der Ergebnisse lägen die Wahrscheinlichkeiten bei $> 99,7\%$).

Aus den Anhaltspunkten zum mechanisch unterschiedlichen Verhalten sowie der Analyse der Standardfehlerbereiche wird gefolgert:

- i) Die τ_d -Ergebnisse der MR „trocken“ weisen auf eine höhere FMH (im Vergleich zur MR „feucht“) hin und
- ii) die τ_f -Ergebnisse der MR „trocken“ auf eine höhere Reibung zwischen Faser und Matrix (im Vergleich zur MR „feucht“).

Da bei der MR „trocken“ die τ_d - und τ_f -Ergebnisse jeweils höher sind und τ_{app} als Größe sowohl Haftung als auch Reibung beinhaltet, sind bei der MR auch die höheren τ_{app} -Ergebnisse zu erwarten. Die diskutierten Steigungsunterschiede während des stabilen Risswachstums sind ebenfalls auf eine höhere Reibung zwischen Faser und Matrix bei der MR „trocken“ zurückzuführen und unterstützen so Punkt ii); wobei eine höhere Nachgiebigkeit des Gesamtsystems aus EMV und Prüfeinrichtung bei der MR „feucht“ anzunehmen ist.

Es liegt nahe, dass die Punkte i) und ii) sowie die Anmerkungen zum stabilen Risswachstum mit dem Einfluss der Feuchtigkeit zu erklären sind. Durch die in die Matrix und den Grenzschichtbereich eindringende Feuchtigkeit treten eine Quellung des Polymers sowie eine Abnahme von T_g auf, welche bei beiden MR jedoch oberhalb der RT liegt. Diese im Literaturüberblick vorgestellte Erweichung/Plastifizierung senkt die Steifigkeit der Matrix und die lokale Grenzflächenscherfestigkeit bei der MR „feucht“. Sie ist damit eine Ursache für die höhere Nachgiebigkeit des Gesamtsystems bei der MR „feucht“.

Darüber hinaus ist die Plastifizierung eine nahe liegende Erklärung dafür, dass sich das stabile Risswachstum bei der MR „feucht“ im Vergleich zur MR „trocken“ tendenziell zu höheren Abszissenwerten zwischen $15\ \mu\text{m}$ und $25\ \mu\text{m}$ erstreckt.

Weiterhin kann durch Kapillarttransport oder Diffusion in der Grenzfläche vorhandene Feuchtigkeit zu einer Absenkung der Grenzflächenreibung führen. Das würde einerseits Punkt ii) erklären und andererseits den beobachteten flacheren Anstieg der Kraft-Verschiebungs-Kurven bei der MR „feucht“.

Folglich kann eine mögliche Erklärung für die beobachteten Steigungsunterschiede während des Risswachstums eine Kombination aus Plastifizierungseffekt und durch Grenzflächenfeuchtigkeit bedingter Reibungsabsenkung sein.

Im Abgleich mit den Literaturangaben lässt sich feststellen, dass eine qualitative Übereinstimmung mit nahezu allen aufgeführten Quellen außer zu PE-Matrix vorliegt: Der Einfluss von Feuchtigkeit bewirkt ein sinkendes Spannungsübertragungsvermögen zwischen Faser und Matrix sowie eine Plastifizierung der Matrix. Für eine Gegenüberstellung von Zahlenwerten kommt die diskutierte Arbeit von Cauch-Cupul et al. [10] in Frage: Dort werden teilweise CF/EP-EMV bei klimatisch dem Kunststoffklima ähnelnden Bedingungen (u.a. 55 %rF bei 25 °C) mittels SFFT untersucht. Bei feuchtegesättigten EMV aus einer kommerziellen IM7-Faser in EP-Matrix (Epon 828, Shell Chemicals, Den Haag, Niederlande) führt das zu einem Anstieg der l_c -Mittelwerte von ca. 40 %.

Von den Ergebnissen dieses Abschnitts kommen die τ_{app} -Werte (aufgrund ihrer Definition, vgl. Gl. 2.9) den genannten l_c -Werten aus dem SFFT am nächsten. Die τ_{app} -Mittelwerte der MR „trocken“ und „feucht“ unterschieden sich in ähnlichem Umfang: ebenfalls um knapp 40 %. Die zufällige Übereinstimmung dieser beiden 40 %-Werte darf an dieser Stelle nur als qualitativer Zusammenhang interpretiert werden, da i) zwischen τ_{app} und l_c^{-1} keine Proportionalität gegeben ist, ii) in dieser Arbeit mit einem anderen EP-System gearbeitet wird und iii) zwei verschiedene mikromechanische Methoden miteinander verglichen werden.

4.4 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Die Untersuchungen zum Feuchteinfluss bei 1-monatiger Lagerung der Kohlenstoffaser/Epoxidharz-EMV in Kunststoffklima bzw. trockenem Klima (0 %rF, 23 °C) lassen den Schluss auf unterschiedliches mechanisches Verhalten zu. Konkret sprechen die Ergebnisse der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit τ_d (MW \pm SE) für eine abnehmende FMH bei „feucht“ gelagerten EMV ($105,0 \pm 6,1$ MPa) gegenüber „trocken“ gelagerten EMV ($145,3 \pm 7,9$ MPa). Damit sind die Ergebnisse qualitativ in Übereinstimmung mit Literaturangaben. Diese Beobachtungen für τ_d können auf die diskutierte feuchtebedingte Plastifizierung der Matrix zurückgeführt werden.

Die Ergebnisse zur mittleren Reibungsspannung τ_f sind Grund zur Annahme, dass bei der „feuchten“ Messreihe ($12,5 \pm 1,7$ MPa) eine abgeschwächte Reibung zwischen Faser und Matrix während des reibbehafteten Auszugs im Vergleich zur „trockenen“ Messreihe ($31,3 \pm 4,1$ MPa) vorliegt. Eine Erklärung dafür ist eine Erhöhung der Grenzflächenfeuchtigkeit durch Kapillartransport.

Die bei der „feuchten“ Messreihe auftretende niedrigere Steigung während des stabilen Risswachstums kann auf die Überlagerung des Effekts der Plastifizierung mit dem der Grenzflächenfeuchtigkeit zurückgeführt werden.

Die Ergebnisse belegen somit, dass auch bei moderaten klimatischen Bedingungen wie dem Kunststoffklima die Luftfeuchtigkeit eine ernstzunehmende Einflussgröße darstellt. Daraus resultiert, dass – wie i.A. bei mechanischen Prüfungen – so insbesondere auch beim SFPO eine schwankende Luftfeuchtigkeit in nicht klimatisierten Laboren als wichtiger potentieller Störfaktor zu beachten ist. Diesbezüglich ist der SFPO potentiell empfindlicher als bspw. der SFFT, bei welchem die Einzelfaser vollständig von Matrix umschlossen ist. Beim SFPO hat Luftfeuchtigkeit im Eintrittsbereich der Faser in die Matrix einen vergleichsweise leichteren Zugang zum Grenzschichtbereich. Auf diese Weise kann Feuchtigkeit via Kapillartransport schneller in Zwischenräume zwischen Faser und Matrix eindringen.

In der Literaturrecherche wurden keine SFPO-Tests gefunden, die

- a) bei moderaten klimatischen Bedingungen ähnlich dem Kunststoffklima den Einfluss von Feuchtigkeit auf Kohlenstofffaser/Polymer-EMV untersuchen oder
- b) den Feuchtigkeitseinfluss auf Kohlenstofffaser/Polymer-EMV mit einer besonders steifen Prüfeinrichtung anhand der Größen τ_d und τ_f zu untersuchen (weder für moderate klimatische Bedingungen, noch für erhöhte relative Luftfeuchtigkeiten oder Wasserbäder und etwaige höhere Temperaturen).

5 Einfluss von freier Faserlänge und Abzugsgeschwindigkeit

In diesem Kapitel werden anhand des SFPO die Einflüsse von freier Faserlänge l_{frei} und Abzugsgeschwindigkeit v_{Abzug} auf die Prüfungsergebnisse untersucht.

5.1 Materialien

Ein Ziel der Versuche ist, den Einfluss der Prüfparameter auf das Ablösungsverhalten zwischen Faser und Matrix (Detektierbarkeit der Debondingkraft F_d) zu untersuchen. Daher werden alle Versuche in Kapitel 5 an einer Materialkombination aus E-Glasfasern (E-GF) in EP-Matrix mit einer ausgeprägten Detektierbarkeit des Einsetzens des Ablösungsvorgangs in den Kraft-Verschiebungs-Kurven durchgeführt. Die E-GF werden am IPF hergestellt (Schlichtebestandteile: γ -Aminopropyltriethoxysilan, EP-Filmbildner). Als EP-Matrix wird das System RIMR 135 + RIMH 137 des Herstellers Momentive Performance Materials Inc., Albany, USA, gewählt. Tab. 5.1 enthält für die Fasern und die Matrix eine Auswahl an (z.T. verarbeitungsabhängigen) Materialeigenschaften, die für die Berechnung von Ergebnissen für Abschnitt 5.3 verwendet werden.

Tab. 5.1: Materialeigenschaften von Fasern und Matrix sowie Radius des Matrixtropfens

Eigenschaft	Wert
Axialer Zug-E-Modul der Faser E_{fa} [MPa]	75000
Zug-E-Modul der Matrix E_m [MPa]	2900
Axialer Wärmeausdehnungskoeffizient der Faser α_{fa} [$10^{-6}/K$]	5
Wärmeausdehnungskoeffizient der Matrix α_m [$10^{-6}/K$]	50
Axiales Poisson-Verhältnis der Faser ν_{fa} [-]	0,17
Poisson-Verhältnis der Matrix ν_m [-]	0,35
Spannungsfreie Temperatur der Matrix (mathematisch enthalten in der Größe ΔT^*) [$^{\circ}C$]	80
Radius R des Matrixtropfens eines EMV [mm]	1,95**

* (für Gl. 2.4)
 ** (Annahme: Tropfen ist halbkugelförmig, vgl. Anmerkungen zu Gl. 2.6)

5.2 Experimentelles

5.2.1 Herstellung der Einzelfaser-Modellverbunde

Die EMV werden mit einer am IPF entwickelten [58, 176] Präparationseinheit hergestellt. Eine Übersicht und Detaildarstellungen zeigt Abb. 5.1. Die Präparationseinheit verfügt über vier separate Stationen. Jede Station ist mit einer Präparationskammer ausgestattet (u.a. für eine optional hinzuschaltbare Inertgasatmosphäre). In den Präparationskammern erfolgt die Verbundbildung der EMV. Dafür wird im Vorfeld die Faser in die Faserhalterung eingebracht, in der die Faser mittels Unterdruck in Position gehalten wird. Ein Matrixbehälter (Tiegel, s. auch Abb. 5.2 und Abb. 5.3) wird mit der zu verarbeitenden Matrix befüllt und in

die Halterung in der Präparationskammer (vgl. Abb. 5.1) eingesetzt. Dort wird die Matrix mit der unter dem Probenträger befindlichen Heizung auf Verarbeitungstemperatur gebracht. Im Anschluss wird die Faser mit definierter Geschwindigkeit und vorgegebener Einbetttiefe zentriert in die Matrix eingetaucht und danach die Matrix ausgehärtet. Die kontrollierte Einbettung der Faser in die Matrix sowie die Temperaturführung zum Aushärten der Matrix erfolgen Computer-gesteuert. Zur genauen Positionierung von Faser und Matrix während der Einbettung wird der Einbettvorgang mit hochauflösenden Kameras überwacht (xy-Positionierung mittels xy-Mikrostelltischen, z-Bewegung mittels Linearaktor).

Das verwendete Mischungsverhältnis für die Matrix ist 100 : 30 (Harz : Härter, Massenverhältnis). Das Mischen der Komponenten wird mit einer Mischeinheit des Typs SpeedMixer DAC 150 SP vom Hersteller Hauschild & Co KG, Hamm, durchgeführt. Die Faser wird bei einer Matrixtemperatur von 40 °C in die Matrix eingebettet (vorgegebene Einbetttiefe 100 µm). Die Härtung der EMV bei 80 °C erfolgt 1 h in der Präparationseinheit und weitere 6 h im Trockenschrank. Die EMV sind bei der Entnahme aus der Präparationseinheit formstabil.

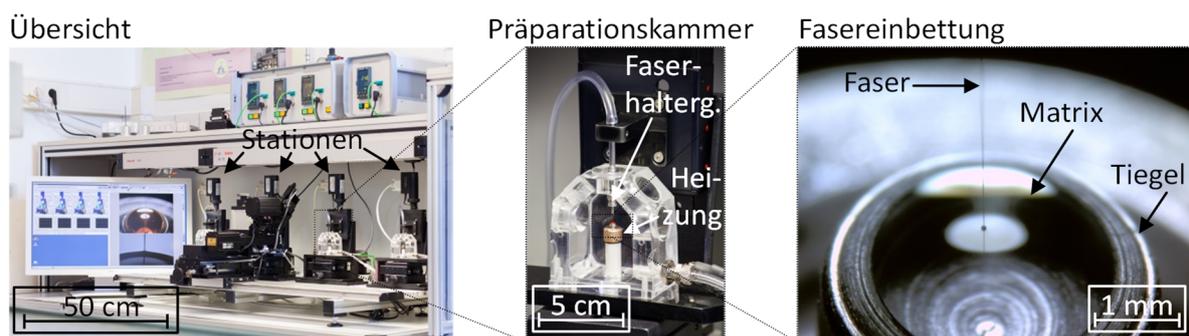


Abb. 5.1: Präparationseinheit am IPF zur Herstellung von EMV für den SFPO. Fotos von [176].

5.2.2 Versuchsaufbau und Versuchsdurchführung

Die Einzelfaserauszugversuche werden an der am IPF entwickelten [58, 176] Prüfeinrichtung durchgeführt. Abb. 5.2 zeigt eine Übersichtsdarstellung der Prüfeinrichtung sowie eine Vergrößerung eines eingesetzten EMV vor seiner Prüfung. Die Faser wird mit Cyanacrylat-Klebstoff an den metallischen Steg geklebt, der mit dem Kraftaufnehmer verbunden ist. In Abb. 5.3 ist das Prinzip der Prüfsituation skizziert. Vor der Durchführung eines SFPO wird der zu prüfende EMV in die Prüfeinrichtung an der oberen Seite des Linearaktors eingesetzt (s. Abb. 5.2, rechte Seite). Dabei wird vorher ein lateraler Mindestabstand zwischen vertikaler Stegachse und vertikaler Linearaktorachse sichergestellt. So wird vermieden, dass die Faser des EMV beim Einsetzen mit dem Steg in Kontakt kommt und ggf. abbricht. Im Anschluss wird der EMV mit den xy-Mikrostelltischen dem Steg angenähert, bis zu dem Moment, in dem die Faser und der Steg gerade in Kontakt treten (eine Querbelastung der Faser durch den

Steg wird dabei ausdrücklich vermieden). Dann wird üblicherweise der vertikale Abstand zwischen Steg und Eintrittspunkt der Faser in die Matrix vom Bediener minimiert. Dieser Abstand ist die freie Faserlänge l_{frei} (s. Abb. 5.3). Die minimierten freien Faserlängen liegen bei etwa 50 μm .

Danach wird ein dünner Film des Cyanacrylat-Klebstoffs auf Faser und Steg großflächig aufgetragen. Der Klebstoff wird 30 min ausgehärtet. Danach setzt automatisch die vom Bediener vordefinierte Prüfroutine ein (Klebstoffaushärtung und Prüfung Computer-gesteuert). Eine übliche Abzugsgeschwindigkeit ist 0,01 $\mu\text{m/s}$ (vgl. Abschnitt 2.4.1.1). Die Abzugsgeschwindigkeit ist in dieser Prüfeinrichtung die Geschwindigkeit des Linearaktors, mit der der Tiegel des EMV relativ zum Steg nach unten abgezogen wird (vgl. Abb. 5.2 und Abb. 5.3). Während der Prüfung erfolgt nach Durchlaufen der Maximalkraft und einem definierten Nachlaufweg von 10 μm eine Umschaltung auf eine schnellere Abzugsgeschwindigkeit (i.d.R. 1 $\mu\text{m/s}$) bis zum Versuchsende. Dies macht sich in der Kraft-Verschiebungs-Kurve dadurch bemerkbar, dass nach der Umschaltung weniger Kraft-Messwerte relativ zur Verschiebung vorliegen als vor der Umschaltung (s. Abb. 2.4, Umschaltung bei einer Verschiebung von ca. 20 μm). Die Einzelfaserauszugversuche werden unter Kunststoffklima (23 °C, 50 % rF) durchgeführt.

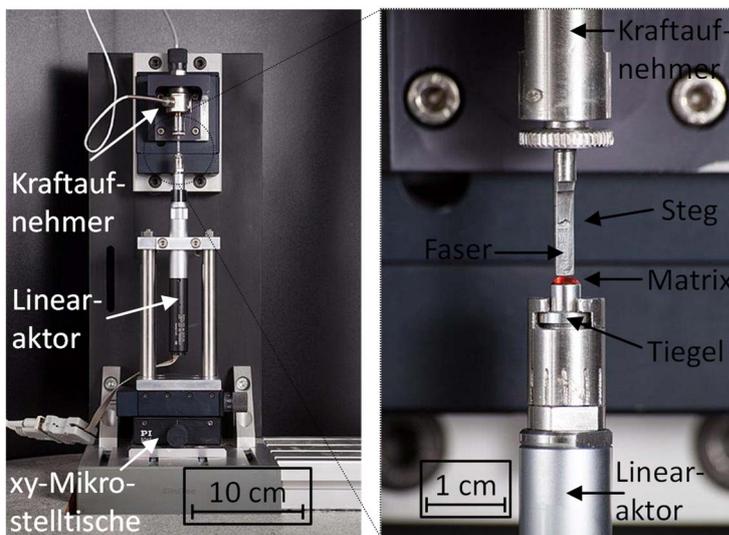


Abb. 5.2: SFPO-Prüfeinrichtung am IPF mit Vergrößerungsdarstellung eines eingesetzten EMV mit angeklebter Faser. Fotos von [176].

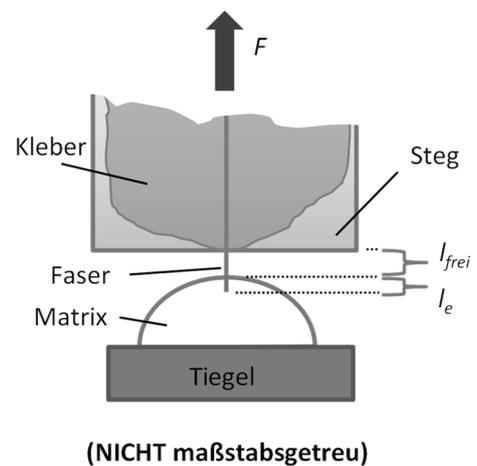


Abb. 5.3: Prinzipskizze der Prüfsituation

Für die Untersuchungen zum Einfluss der freien Faserlänge auf die Ergebnisse des SFPO werden drei Messreihen (MR) durchgeführt (Abzugsgeschwindigkeit jeweils 0,01 $\mu\text{m/s}$):

- i) MR „50 μm “ mit $l_{frei} \approx 50 \mu\text{m}$ (Anordnung mit geringer Nachgiebigkeit)
- ii) MR „2 mm“ mit $l_{frei} = 2 \text{ mm}$
- iii) MR „6 mm“ mit $l_{frei} = 6 \text{ mm}$

Entsprechend den Literaturangaben wird davon ausgegangen, dass etwaige Effekte variiert freier Faserlängen moderat ausfallen. Um einer vollständigen Verdeckung denkbarer moderater Effekte durch die Methoden-typisch große Streuung vorzubeugen, wird l_{frei} in einem möglichst großen Bereich mehrerer mm variiert. Als größte freie Faserlänge wird aus Effizienzgründen $l_{frei} = 6$ mm gewählt: Die durchschnittliche Versuchsdauer für $l_{frei} = 6$ mm beträgt etwas weniger als einen halben Arbeitstag. Das ermöglicht die Prüfung eines weiteren EMV pro Tag. Ferner wird keine (quasi-)äquidistante Stützstellenverteilung von 0,05 mm – 3 mm – 6 mm gewählt, da ein asymptotisches Verhalten von τ_{app} über l_{frei} erwartet wird. Das hat folgenden Grund: Für die Änderungsrate der Grenzflächenspannung $\dot{\tau}$ des SFPO wird mit steigenden l_{frei} -Werten ein prinzipiell asymptotisches Abfallen von $\dot{\tau}$ über l_{frei} erwartet. Wird des Weiteren ein logarithmischer τ_{app} - $\dot{\tau}$ -Zusammenhang entsprechend Gl. 2.14 (S. 40) bzw. Abb. 2.13 (S. 41) angenommen (für positive oder negative Steigungen), sollte dies zu unterschiedlichen Abständen zwischen den τ_{app} -Wertebereichen der Messreihen i) - iii) führen (zu bedenken: Gl. 2.14 und Abb. 2.13 setzen voraus, dass $\dot{\tau}$ zwischen Versuchsbeginn und Erreichen von F_{max} als konstant angenommen werden kann – bei großen l_{frei} gegeben [12, 13], bei kleinen l_{frei} ggf. in erster Näherung). Daher wird zwischen den τ_{app} -Ergebnissen der MR „6 mm“ und einer hypothetischen MR „3 mm“ ein geringerer Unterschied erwartet als zwischen den Ergebnissen der MR „50 μ m“ und MR „3 mm“. Um die Wahrscheinlichkeit möglicher Überlagerungen der Standardfehlerbereiche von τ_{app} zu verringern, wird daher anstelle des l_{frei} -Wertes der l_{frei} -Zuwachs verdoppelt: Für die MR „2 mm“ wächst l_{frei} von ca. 50 μ m um 1,95 mm \approx 2 mm auf $l_{frei} = 2$ mm. Für die MR „6 mm“ wächst l_{frei} von 2 mm um $2 \cdot 2$ mm = 4 mm auf $l_{frei} = 6$ mm.

Zur Einstellung der freien Faserlängen 2 mm und 6 mm wird zuerst die übliche minimierte freie Faserlänge angefahren und anschließend der Linearaktor um 2 mm bzw. 6 mm verfahren.

Für die Untersuchungen zum Einfluss der Abzugsgeschwindigkeit v_{Abzug} auf die Ergebnisse des SFPO werden drei Messreihen verglichen, wobei die freie Faserlänge mit $l_{frei} \approx 50$ μ m konstant gehalten wird:

- iv) MR „0,01 μ m/s“ mit $v_{Abzug} = 0,01$ μ m/s (vgl. i))
- v) MR „0,1 μ m/s“ mit $v_{Abzug} = 0,1$ μ m/s
- vi) MR „1 μ m/s“ mit $v_{Abzug} = 1$ μ m/s

Für diese Vergleiche werden zwei weitere Messreihen (v) und vi)) durchgeführt (nicht Messreihe iv)). Die Bedingungen l_{frei} und v_{Abzug} sind bei den Messreihen iv) und i) identisch (Standardbedingungen). Die Abzugsgeschwindigkeiten sind so gewählt, dass sie logarithmisch äquidistant sind.

Die Auswertung der Messergebnisse erfolgt anhand der Gleichungen in Abschnitt 2.4.1.1. Für die Berechnung von τ_d werden die Materialeigenschaften und Geometrieangaben in Tab. 5.1 verwendet.

5.3 Ergebnisse

5.3.1 Einfluss der freien Faserlänge

Tab. 5.2 und Abb. 5.4 geben eine Übersicht über die Ergebnisse der drei Messreihen mit den freien Faserlängen 50 μm , 2 mm und 6 mm.

In Abb. 5.4 sind drei Diagramme mit jeweils Kraft-Verschiebungs-Kurven einer der drei Messreihen dargestellt. Damit wird ein qualitativer Eindruck bezüglich Merkmalen und Unterschieden der Messreihen gewonnen. Tab. 5.2 spiegelt Mittelwerte und Standardabweichungen und -fehler der relevanten Größen für die drei Messreihen wieder.

Bei der vergleichenden Betrachtung der Diagramme in Abb. 5.4 fällt auf, dass für die Messreihe „50 μm “ die Rissinitiierung (Einsetzen des Ablösungsvorgangs zwischen Faser und Matrix) in Form eines Knicks erkennbar ist. Für die anderen beiden Messreihen zeichnen sich in den Kraft-Verschiebungs-Kurven keine deutlichen Knicke mehr ab. Das ist beispielhaft in Abb. 5.5 bis Abb. 5.7 an Einzelkurven der drei Messreihen gezeigt. In Abb. 5.5 (Messreihe „50 μm “) ist zu beobachten, wie sich der EMV bis zu einer Kraft von ca. 0,22 N elastisch dehnt. Das äußert sich in einem annähernd linearen Anstieg. Bei den 0,22 N (= F_d) beginnt der Kurvenverlauf, deutlich von der bisherigen Steigung abzuweichen. Mit der Rissinitiierung beginnt das stabile Risswachstum.

Tab. 5.2: Ergebnisse für die drei Messreihen mit variierteter freier Faserlänge; aus Übersichtlichkeitsgründen sind maximal 3 Nachkommastellen dargestellt (das führt teilweise dazu, dass der Quotient SD^2/SE^2 stärker von n abweicht (exakt gilt: $SD^2/SE^2 = n$))

l_{frei}		l_e [μm]	d_f [μm]	F_d [N]	F_{max} [N]	F_b [N]	τ_{app} [MPa]	τ_d [MPa]	Einzel- Messungen
~50 μm	MW	104,3 ¹⁾	17,6	0,204	0,253	0,025	43,8	52,7	20
	SD	10,4 ¹⁾	1,1	0,032	0,035	0,006	3,9	5,1	
	SE	2,3	-	0,007	0,008	0,001	0,9	1,1	
2 mm	MW	102,2 ¹⁾	16,9	-	0,227	0,044	41,6	-	15
	SD	9,2 ¹⁾	2,7	-	0,053	0,013	2,9	-	
	SE	2,4 ¹⁾	-	-	0,014	0,003	0,8	-	
6 mm	MW	121,7 ²⁾	17,0	-	0,251	-	38,1	-	11
	SD	25,3 ²⁾	2,1	-	0,077	-	6,8	-	
	SE	7,6 ²⁾	-	-	0,023	-	2,0	-	

¹⁾ Einbettlängen aus Kraft-Verschiebungs-Kurven entnommen

²⁾ Einbettlängen lichtmikroskopisch bestimmt (aus Kraft-Verschiebungs-Kurven nicht entnehmbar)

Ein deutliches Abknicken ist weder in Abb. 5.6 noch in Abb. 5.7 erkennbar. Die Kraft bei Rissinitiierung F_d ist aus den Kraft-Verschiebungs-Kurven der Messreihen „2 mm“ und

„6 mm“ folglich nicht oder nur mit sehr großem Fehler ermittelbar. Ein Grund dafür ist die Federwirkung der freien Faserlänge. Wegen der Nachgiebigkeit der langen freien Faserlängen

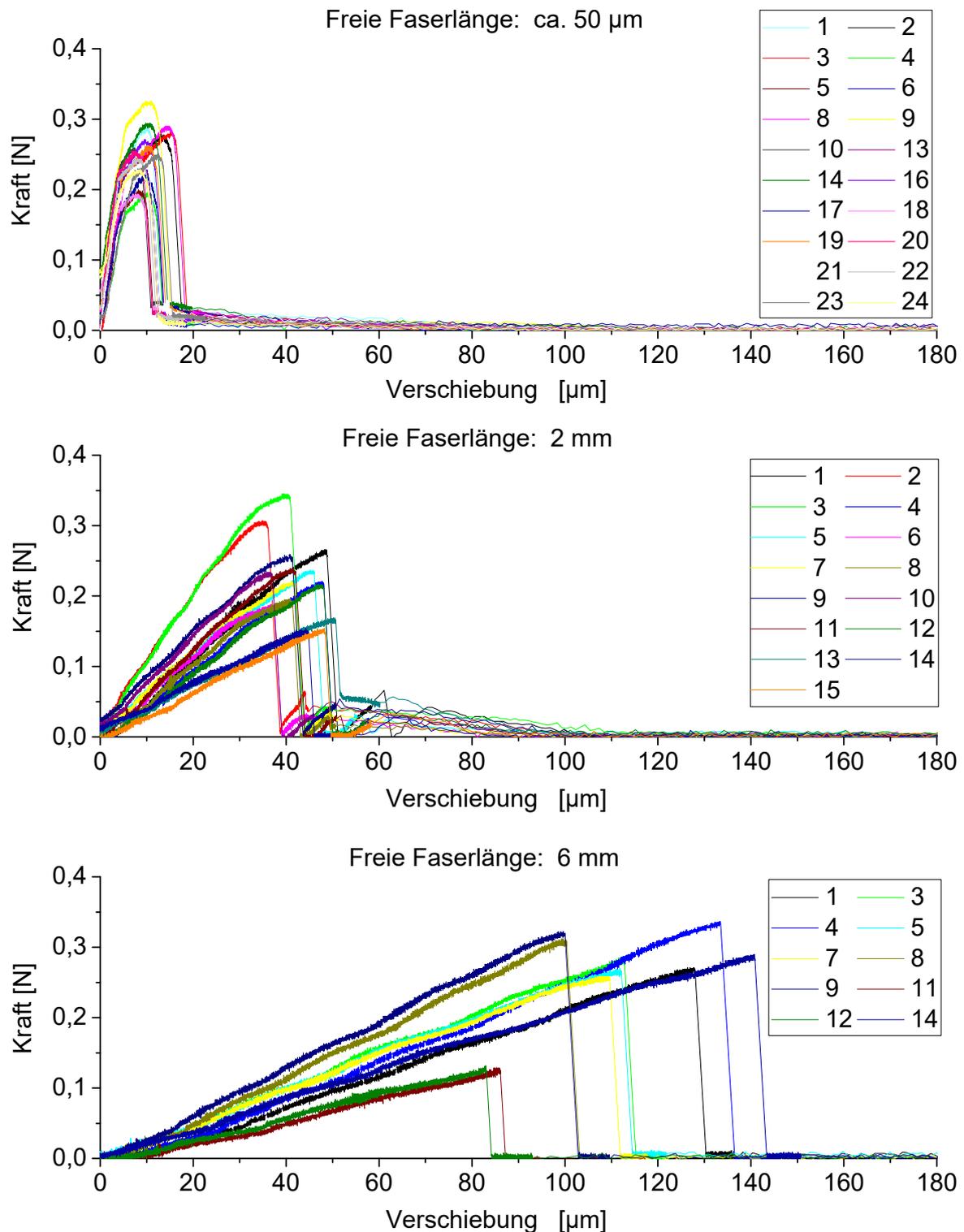


Abb. 5.4: Übersichtsdarstellung der Kraft-Verschiebungs-Kurven der drei SFPO-Messreihen mit variierteter freier Faserlänge (Materialkombination: E-GF in RIMR 135 + RIMH 137)

2 mm und 6 mm führt die Rissinitiierung de facto zu keiner klaren Steigungsänderung in der Kraft-Verschiebungs-Kurve mehr (lt. [72] ist das ab $l_{\text{frei}} = 1 \text{ mm}$ der Fall). Darüber hinaus ist die Erkennung einer derartigen Steigungsänderung dadurch erschwert, dass die Kraft-

Verschiebungs-Kurven der Messreihen „2 mm“ und „6 mm“ zwischen dem Koordinatenursprung und dem Erreichen von F_{max} einen geringfügig wellenförmigen Verlauf aufweisen (Pfeile in Abb. 5.6 und Abb. 5.7 zeigen Positionen von Wellentälern an). Diese wellenförmigen Verläufe überlagern etwaige Steigungsänderungen.

Durch die größeren Werte für l_{frei} von 2 mm und 6 mm sind die Steigungen der zugehörigen Kraft-Verschiebungs-Kurven im elastischen Bereich geringer als bei der Messreihe „50 μm “. Dies äußert sich bspw. in den Einzelmessungen in Abb. 5.5 bis Abb. 5.7: Während die Messung in Abb. 5.5 ($l_{frei} \approx 50 \mu\text{m}$) bei etwa 2 μm Verschiebung eine Kraft von 0,1 N erreicht, sind für dieselbe Kraft in Abb. 5.6 ($l_{frei} = 2 \text{ mm}$) ca. 20 μm erforderlich und in Abb. 5.7 ($l_{frei} = 6 \text{ mm}$) ca. 40 μm .

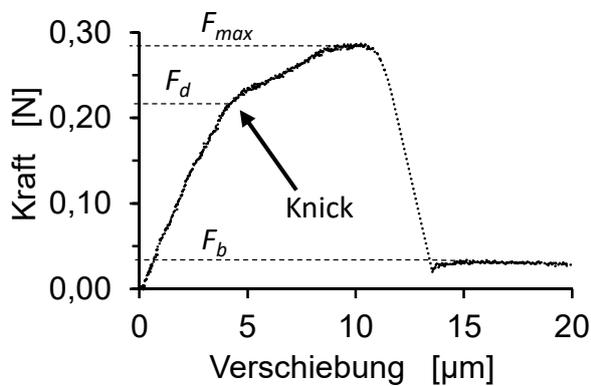


Abb. 5.5: Vergrößerte Darstellung eines Ausschnitts der Kraft-Verschiebungs-Kurve eines EMV der Messreihe „50 μm “

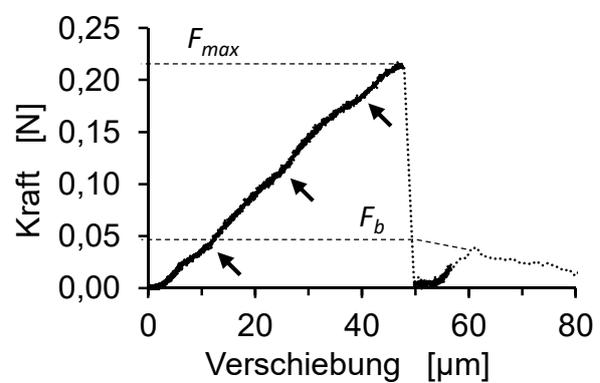


Abb. 5.6: Vergrößerte Darstellung eines Ausschnitts der Kraft-Verschiebungs-Kurve eines EMV der Messreihe „2 mm“

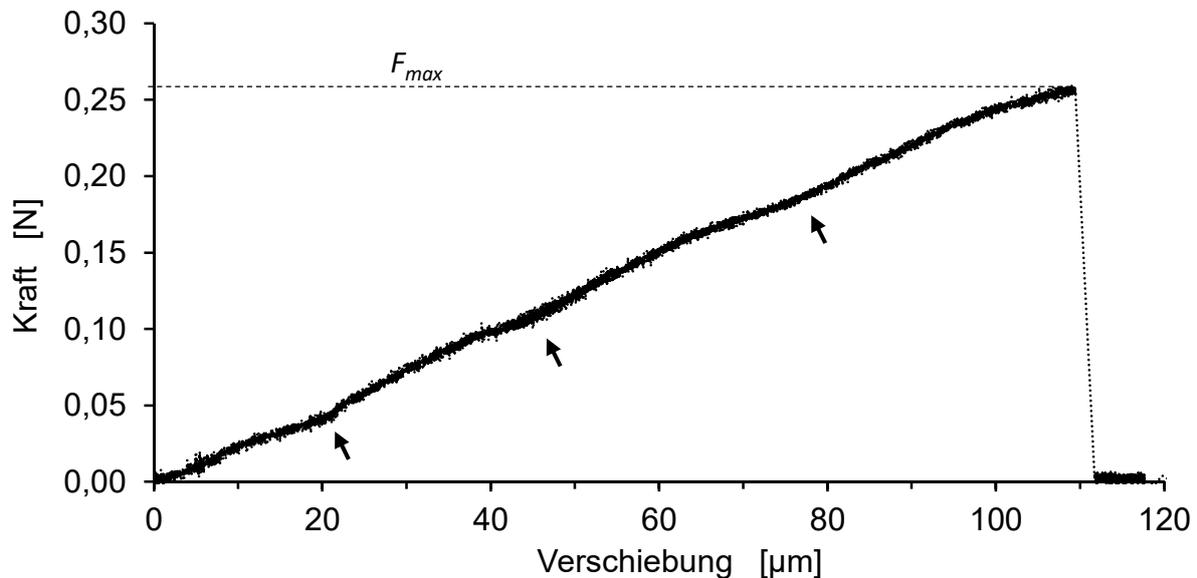


Abb. 5.7: Vergrößerte Darstellung eines Ausschnitts der Kraft-Verschiebungs-Kurve eines EMV der Messreihe „6 mm“

Die im vorherigen Absatz für die drei Messreihen erläuterten Steigungsunterschiede führen folglich auch zu unterschiedlichen Verschiebungswerten beim Erreichen der Maximalkraft: In Abb. 5.4 ist zu beobachten, dass in der Messreihe „50 μm “ F_{max} bei Verschiebungswerten

s (F_{max}) zwischen 5 und 20 μm liegt, in der Messreihe „2 mm“ etwa zwischen 35 und 50 μm und in der Messreihe „6 mm“ zwischen 80 und 140 μm .

Nach der vollständigen Ablösung von Faser und Matrix kommt es zur Kontraktion der gedehnten Faser, begleitet von einem drastischen Abfall der gemessenen Kraft auf etwa den Wert F_b (bei Standardbedingungen in der Regel; bei hohen l_{frei} oft anders, wie im Folgenden deutlich wird). Es folgt der reibungsbehaftete Auszug. Die Kontraktion läuft derart ab, dass sich die Kraft zur Überwindung der Reibung teilweise nicht unmittelbar einstellt: In einigen Fällen sinkt die Kraft kurzzeitig auf einen noch niedrigeren Wert (in Abb. 5.6 sehr deutlich sichtbar, in Abb. 5.5 dezent). Aufgrund der weiterhin fortschreitenden Abzugsbewegung und der Reibung in der Grenzfläche steigt sie dann wieder auf einen lokalen Maximalwert an, mit dem die genannte Reibung überwunden wird (im Engl. als *stick-slip* bezeichnet [6, 177]). F_b wird folglich auch als Restreibkraft bezeichnet. Das *stick-slip*-Phänomen ist bei der gesamten Messreihe „2 mm“ deutlich ausgeprägt, s. Abb. 5.4.

In Abb. 5.7 und Abb. 5.4 (unten) sind keinerlei Restreibkräfte zu erkennen. Das liegt daran, dass nach der Ablösung der Konstituenten voneinander die Kontraktionsanteile der freien Faserlänge ($l_{frei} = 6$ mm), der Matrix, der Krafteinleitung und des Prüfaufbaus zusammen größer sind als die Einbettlänge l_e : Der eingebettete Faserabschnitt wird durch die Kontraktion abrupt (innerhalb ≤ 1 s) vollständig aus der Matrix gezogen.

Die verschiedenen freien Faserlängen führen darüber hinaus zu unterschiedlichen Versuchsdauern: 30 - 45 min („50 μm “-Messreihe), 1 - 2 h („2 mm“-Messreihe), 3 - 4,5 h („6 mm“-Messreihe).

Die Unterschiede zwischen den drei Messreihen hinsichtlich der Gesamtdauer, der jeweiligen Bereiche für s (F_{max}) und den Kurvensteigungen im elastischen Bereich belegen, dass sich die Dynamik des Versuchs mit l_{frei} ändert: Da v_{Abzug} für alle drei Messreihen gleich ist, wird durch eine Erhöhung von l_{frei} die Änderungsrate der Grenzflächenspannung im EMV verringert, die durch die externe Prüfkraft induziert wird. Das lässt sich anhand der Verformung im elastischen Bereich der Kraft-Verschiebungs-Kurve mit folgender Erläuterung veranschaulichen. Mit der Annahme, dass in diesem Bereich das Hooke'sche Gesetz gilt und für diesen Fall die zeitliche(n) Ableitung(en) nachfolgender Federkonstante bzw. Nachgiebigkeit(en) null ist/sind, kann die Änderungsrate der externen Prüfkraft \dot{F} mit folgendem Zusammenhang beschrieben werden:

$$\dot{F} = k_{ges} \cdot \dot{\Delta s} = \frac{1}{\delta_{ges}} \cdot \dot{\Delta s}. \quad (5.1)$$

Dabei ist k_{ges} die Federkonstante des Gesamtsystems aus Prüfeinrichtung und EMV, $\delta_{ges} = 1/k_{ges}$ die entsprechende Nachgiebigkeit und $\dot{\Delta}s$ die Verschiebung pro Zeit. Somit ist $\dot{\Delta}s = v_{Abzug}$. Ferner kann δ_{ges} wie folgt ausgedrückt werden:

$$\delta_{ges} = \delta_{Apparatur} + \delta_{Klebung} + \delta_{EMV} + \delta_{lfrei} \quad (5.2)$$

$\delta_{Apparatur}$ ist die Nachgiebigkeit der Apparatur, $\delta_{Klebung}$ die Nachgiebigkeit der Klebeverbindung, δ_{EMV} die Nachgiebigkeit des EMV (ohne den freien Faserabschnitt) und δ_{lfrei} die Nachgiebigkeit des freien Faserabschnitts,

$$\delta_{lfrei} = l_{frei} \cdot \frac{1}{E_{GF} \cdot A_{Faserquerschnitt}} = l_{frei} \cdot \frac{4}{E_{GF} \cdot \pi \cdot d_f^2}, \quad (5.3)$$

wobei E_{GF} der Zug-E-Modul der Glasfaser ist und $A_{Faserquerschnitt}$ die Querschnittsfläche der Faser. Wird Gl. 5.3 in Gl. 5.2 eingesetzt und diese Beziehung in Gl. 5.1 (mit $\dot{\Delta}s = v_{Abzug}$), resultiert daraus

$$\dot{F} = \frac{1}{\delta_{Apparatur} + \delta_{Klebung} + \delta_{EMV} + l_{frei} \cdot \frac{4}{E_{GF} \cdot \pi \cdot d_f^2}} \cdot v_{Abzug} \quad (5.4)$$

Mit Gl. 5.4 kann für den elastischen Bereich der Kraft-Verschiebungs-Kurve die Änderungsrate der Grenzflächenspannung $\dot{\tau}$ entsprechend ihrer Definition in Gl. 2.13, $\dot{\tau} = \dot{F}/(\pi d_f l_e)$, in folgender Weise beschrieben werden:

$$\dot{\tau} = \frac{1}{\left(\delta_{Apparatur} + \delta_{Klebung} + \delta_{EMV} + l_{frei} \cdot \frac{4}{E_{GF} \cdot \pi \cdot d_f^2} \right) \cdot \pi \cdot d_f \cdot l_e} \cdot v_{Abzug} \quad (5.5)$$

Für den elastischen Bereich der Kraft-Verschiebungs-Kurve werden alle vier genannten Nachgiebigkeiten aus Gl. 5.2 und somit δ_{ges} als konstant angenommen (einschließlich E_{GF} und d_f). Wird nun l_{frei} bei $v_{Abzug} = \text{konst.}$ erhöht, führt das entsprechend Gl. 5.5 zu einer Verringerung der Änderungsrate der Grenzflächenspannung $\dot{\tau}$.

Im wissenschaftlichen Kenntnisstand zu l_{frei} werden keine Hinweise darauf gefunden, dass l_{frei} einen Einfluss auf die charakteristischen Kräfte F_d und F_{max} bzw. die daraus berechneten Größen τ_d und τ_{app} hat. Die angeführten Quellen sprechen diesbezüglich eher für eine Unabhängigkeit von l_{frei} . Aus dem Literaturüberblick zum Einfluss von v_{Abzug} kann jedoch indirekt geschlossen werden, dass auch für l_{frei} ein Einfluss auf die SFPO-Ergebnisse zu erwarten ist: Mit den zitierten Quellen wird gezeigt, dass τ_{app} von der Änderungsrate der

Grenzflächenscherspannung $\dot{\tau}$ beeinflusst wird. Anhand von Gl. 5.5 wird verdeutlicht, dass $\dot{\tau}$ wiederum eine Funktion von l_{frei} ist. Das ist ein theoretischer Beleg dafür, dass ein gewisser Einfluss von l_{frei} auf F_{max} bzw. τ_{app} vorliegen muss. Somit ist die im wissenschaftlichen Kenntnisstand geschlussfolgerte Erwartung dieses Einflusses korrekt.

Bei dem Vergleich der Grenzflächenscherfestigkeiten der drei Messreihen ist festzustellen, dass die lokale Grenzflächenscherfestigkeit τ_d nur für die Messreihe „50 μm “ ermittelt werden kann. Für die anderen beiden Messreihen ist die Bestimmung der Debondingkraft F_d aufgrund der mangelnden Erkennbarkeit des Knickpunktes schwierig. Für einen von der Einbettlänge l_e unabhängigen Vergleich ist die Größe τ_d gegenüber τ_{app} zu bevorzugen, weil bei τ_{app} die Scherspannung als konstant über der Grenzfläche angenommen wird [20]. Da τ_d nur für eine Messreihe vorliegt, erfolgt eine Gegenüberstellung der τ_{app} -Werte.

Die Mittelwerte und Standardfehler der τ_{app} -Werte sind für die drei Messreihen in Abb. 5.8 dargestellt. Die einfachen Standardfehlerbereiche berühren sich nicht und zeigen mit steigendem l_{frei} einen monotonen Abfall. Die Standardfehlerbereiche der MR „50 μm “ und „6 mm“ tangieren sich, wenn die SE-Werte mit einem Faktor von ca. 1,98 multipliziert werden. Daraus folgt: Beide MW liegen zu jeweils hohen Wahrscheinlichkeiten in Intervallen, die sich nicht berühren (zur Orientierung: bei einer Normalverteilung der Ergebnisse, die bei den geringen Stichprobenumfängen nicht vorausgesetzt werden kann, lägen die Wahrscheinlichkeiten bei $> 99\%$). Diese experimentellen Daten legen in Ergänzung zum zuvor erläuterten theoretischen Beleg nahe, dass τ_{app} von der veränderten Dynamik des Versuchs beeinflusst wird und mit steigendem $\dot{\tau}$ entsprechend Gl. 5.5 ansteigt (d.h. mit sinkender freier Faserlänge, s.o.).

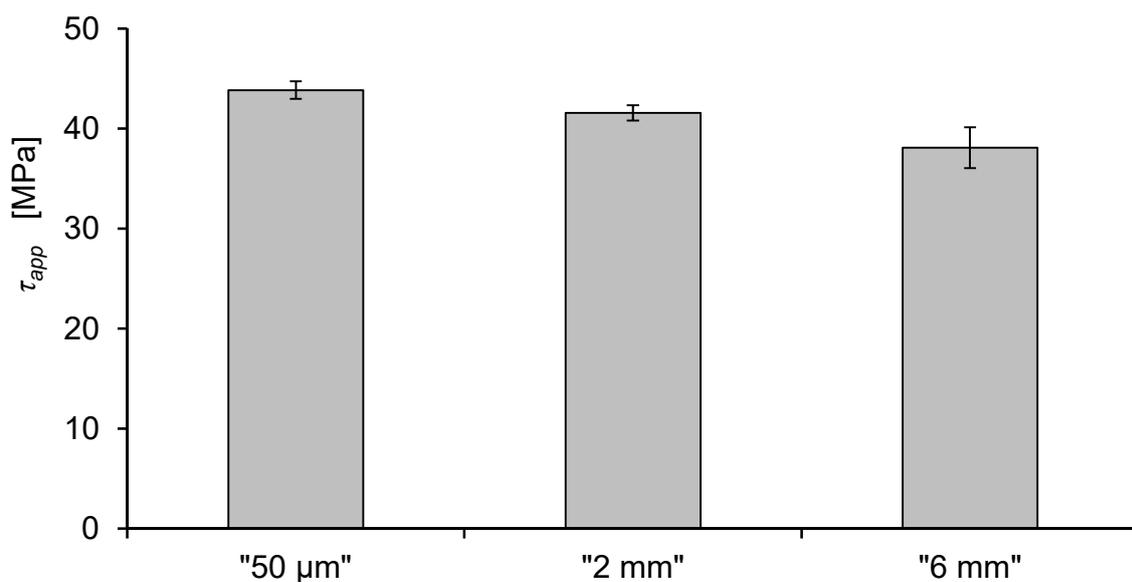


Abb. 5.8: Übersicht über die scheinbaren Scherfestigkeiten ($MW \pm SE$) für die Messreihen mit variiertem freier Faserlänge „50 μm “, „2 mm“ und „6 mm“

Die MW und SD der Einbettlängen von den Messreihen „50 μm “ und „2 mm“ liegen mit $104,3 \pm 10,4 \mu\text{m}$ bzw. $102,2 \pm 9,2 \mu\text{m}$ sehr nahe beieinander, was einen Vergleich der (l_e -abhängigen) τ_{app} -Werte begünstigt. Für die Messreihe „6 mm“ liegen MW und SD von l_e bei $121,7 \pm 25,3 \mu\text{m}$ und damit in einem tendenziell höheren Wertebereich. Gegenüber den anderen beiden Messreihen werden die τ_{app} -Werte damit tendenziell etwas unterschätzt. Die deutlich höhere Streuung bei den τ_{app} -Werten der MR „6 mm“ ist auf die zugehörige Standardabweichung von l_e zurückzuführen: Sie ist mit $25,3 \mu\text{m}$ mehr als doppelt so groß wie die entsprechenden Werte $10,4 \mu\text{m}$ und $9,2 \mu\text{m}$ der beiden anderen MR.

Neben den bereits diskutierten Größen sind auch Angaben zur Restreibkraft in Tab. 5.2 enthalten, und zwar für die MR „50 μm “ und „2 mm“ (für MR „6 mm“ nicht bestimmbar, s.o.). Es fällt auf, dass bei der MR „2 mm“ mit $0,044 \pm 0,003 \text{ N}$ offenbar größere Restreibkräfte auftreten als bei der MR „50 μm “ mit $0,025 \pm 0,001 \text{ N}$ (MW \pm SE). Das Ergebnis überrascht insofern, als bei der MR „2 mm“ zu Beginn des reibbehafteten Auszugs nach vollständiger Faser-Matrix-Ablösung bereits ein größerer Teil des eingebetteten Faserabschnitts ausgezogen ist (l^*). Folglich stehen im Vergleich zur MR „50 μm “ im Mittel kleinere Reibflächen zur Verfügung (Voraussetzung: insgesamt ähnliche Durchmesser- und Einbettlängenwerte). Die höheren Restreibkräfte und tendenziell kleineren Reibflächen sprechen dafür, dass die Reibung zwischen Faser und Matrix bei der MR „2 mm“ größer ist. Als eine Erklärung ist denkbar, dass der Ablösungsvorgang zwischen Faser und Matrix aufgrund der großen freien Faserlänge und der damit verbundenen Kontraktion anders abläuft und die Gestalt der Bruchflächen (Reibflächen) entsprechend beeinflusst. Werte für die mittlere Reibungsspannung τ_f (s. Gl. 2.8) sind in Tab. 5.2 nicht aufgeführt: Bei der MR „2 mm“ ist nicht klar, wie groß die Faser-Matrix-Kontaktlänge $l_e - l^*$ nach vollständiger Faser-Matrix-Ablösung noch ist. Sie wird allerdings bedeutend kleiner sein als l_e . Eine Berechnung von τ_f mit den jeweiligen l_e -Werten wäre daher im Falle der MR „2 mm“ irreführend.

Wie bereits in Zusammenhang mit der Knickpunkt-Erkennung dargestellt, sind bei den Messreihen „2 mm“ und „6 mm“ wellenförmige Verläufe beobachtbar. In Abb. 5.6 und Abb. 5.7 wird dies durch Pfeile verdeutlicht, die Positionen von Wellentälern anzeigen: bei ca. 10 - 15 μm , 25 μm und 40 μm (Abb. 5.6) bzw. ca. 20 μm , 45 μm und 80 μm (Abb. 5.7). Folglich treten die Wellentäler in den beiden Abbildungen bezüglich der Verschiebungsachse (Abszissenachse) nicht in den gleichen Bereichen auf. Analog lässt sich auch in Abb. 5.4 (ohne Pfeile) bei den beiden Messreihen feststellen, dass die Wellentäler in unterschiedlichen Bereichen der Verschiebungsachsen zu beobachten sind: Diese Unterschiede liegen nicht nur zwischen den beiden Messreihen vor, sondern auch innerhalb der Messreihen zwischen den einzelnen EMV.

Die Wellentäler treten anscheinend auf jeweils ähnlichen Kraftniveaus auf: Die drei Wellentäler in Abb. 5.6 und Abb. 5.7 befinden sich in beiden Fällen bei etwa 0,04 - 0,05 N, 0,1 N und 0,18 N. Auch in Abb. 5.4 lassen sich diese drei Kraftniveaus für beide Messreihen in einigen Einzelkurven deutlich wiedererkennen (und z.T. noch weitere).

Es gibt Indizien dafür, dass die Abszissenwerte der Wellentäler von der Nachgiebigkeit des Gesamtsystems abhängig sind, welche hauptsächlich vom individuellen EMV, der vorliegenden freien Faserlänge und der Klebeverbindung variiert wird (die Prüfeinrichtung variiert nicht individuell): Innerhalb einer Messreihe sind bei nachgiebigeren EMV (kleinerem d_f ; niedrigeren Steigungen) die Abstände zwischen genannten Abszissenwerten größer, bei steiferen EMV (größerem d_f ; höheren Steigungen) entsprechen kleiner (s. Abb. 5.4). Damit in Einklang steht, dass EMV mit ähnlicher Steigung ein ähnliches Verhalten zeigen: Beispielsweise weisen EMV 2 u EMV 3 von MR "2 mm" sowie EMV 8 und EMV 9 von MR "6 mm" jeweils annähernd gleichförmige Verläufe auf.

Die Tatsache, dass das geschilderte Wellenphänomen bei beiden Messreihen und EMV mit jeweils unterschiedlichen Nachgiebigkeiten beobachtet werden kann, spricht dafür, dass die Ursache für besagtes Phänomen in der Prüfeinrichtung liegt. Ferner ist das sich wiederholende Merkmal des wellenförmigen Verlaufs ein Indiz dafür, dass ein Zusammenhang zur Bewegung des Linearaktors besteht. Eine denkbare Erklärung ist, dass die Geschwindigkeit des Linearaktors de facto nicht gänzlich konstant ist und die tatsächliche Geschwindigkeit während einer Messung teils größer als die vom System aufgezeichnete Geschwindigkeit und teils kleiner als diese ist. Dabei ist anzumerken, dass der Abstand von Wellental zu Wellental mit wachsender Verschiebung ebenfalls zunimmt; bei einem bedingt durch den Antrieb wiederkehrenden Merkmal wäre der genannte Abstand jedoch als konstant zu erwarten.

Zudem gibt es Anhaltspunkte auf eine mögliche Kraftabhängigkeit der wellenförmigen Verläufe: Wellentäler treten bei einem Großteil der EMV beider Messreihen in bestimmten begrenzten Kraftbereichen (Kraftniveaus, s.o.) auf. Das ist ein weiteres Indiz dafür, dass der Grund des Wellenphänomens in der Nachgiebigkeit der gesamten Prüfeinrichtung zu suchen ist. Diese Nachgiebigkeit dürfte allerdings nicht konstant, sondern müsste eine Funktion der Kraft F sein und ebenfalls ein wellenförmiges Verhalten aufweisen, um das Wellenphänomen zu erklären.

Die Frage nach der Ursache des Wellenphänomens lässt sich anhand der vorliegenden Daten nicht abschließend beantworten. Eine denkbare Ursache ist (für den o.g. Erklärungsansatz mit einer inkonstanten Prüfgeschwindigkeit), dass die Vertikalbewegung des Prüfkörpers durch den Spindeltrieb des Linearaktors von einer geringfügigen Taumelbewegung überlagert wird, die nicht symmetrisch um das Lot der angeklebten Faser verläuft und so die genannte

Inkonstanz verursacht. Zur Klärung sind weitere Untersuchungen erforderlich, bspw. i) eine hochauflösende Videoaufzeichnung von einem Prüfkörper und der Krafteinleitung während eines SFPO-Versuchs und ii) eine Messung der Zugkraft eines ausgebauten Linearaktors mithilfe einer externen Kraftmesseinrichtung bei gleichzeitiger Überwachung der Linearbewegung.

5.3.2 Einfluss der Abzugsgeschwindigkeit

Abb. 5.9 gibt eine Übersicht über die drei Messreihen mit variiertem Abzugsgeschwindigkeit v_{Abzug} mit den Bezeichnungen „0,01 $\mu\text{m/s}$ “, „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ und „1 $\mu\text{m/s}$ “. Tab. 5.3 enthält zu diesen Messreihen die Mittelwerte und Standardabweichungen und -fehler für relevante Größen.

Im Gegensatz zur Abb. 5.4 mit den Messreihen verschiedener freier Faserlängen sind in Abb. 5.9 weniger offensichtliche Unterschiede festzustellen. Es ist erkennbar, dass bei den MR „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ und „1 $\mu\text{m/s}$ “ die Maximalkräfte F_{max} jeweils etwas höhere Werte erreichen als bei der MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “ (zu beachten: andere Skalierung der Kraftachse bei MR „1 $\mu\text{m/s}$ “). Dabei ist relativierend zu berücksichtigen, dass auch die mittleren Faserdurchmesser der MR „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ und „1 $\mu\text{m/s}$ “ etwas größer sind. Ferner sind bei den MR „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ und „1 $\mu\text{m/s}$ “ höhere Restreibkräfte beobachtbar.

Bei der MR „1 $\mu\text{m/s}$ “ werden bezüglich der nach oben begrenzten Abtastrate gerätetechnische Grenzen erreicht (höhere Abtastrate mit der vorhandenen Ausstattung nicht realisierbar). Die erhöhte Geschwindigkeit führt in den Kraft-Verschiebungs-Kurven dazu, dass in Kombination mit der gegebenen Abtastrate größere Abstände Δs entlang der Abszissenachse zwischen den Messpunkten liegen. Daraus resultiert ein segmentartiger Kurvenverlauf, s. Abb. 5.10. Eine Konsequenz dieses Verlaufs ist, dass der Moment der Rissinitiierung schlechter eingrenzbar ist: In der gezeigten Kraft-Verschiebungs-Kurve sind eine minimale und eine maximale Debondingkraft $F_{d \min}$ und $F_{d \max}$ markiert. Die tatsächliche Debondingkraft ist zwischen diesen beiden Werten zu erwarten, die 0,03 N auseinander liegen. Dieser Umstand führt - übertragen auf die gesamte Messreihe - zu einem SD-Wert für τ_d von 12,7 MPa (vgl. Tab. 5.3).

Darüber hinaus bewirkt der erläuterte Umstand, dass die Debondingkraft tendenziell unterschätzt wird: Grund dafür ist, dass die Kraft-Verschiebungs-Kurven der MR „1 $\mu\text{m/s}$ “ bereits bei der Kraft $F_{d \min}$ „abknicken“ und $F_{d \min}$ somit jeweils als Debondingkraft F_d angenommen wird. Im günstigsten Fall fällt $F_{d \min}$ genau mit dem Moment der Rissinitiierung zusammen. In allen anderen Fällen liegt $F_{d \min}$ darunter. Das führt dazu, dass der Mittelwert der MR für τ_d insgesamt unterschätzt wird. Aufgrund der hohen Streuung und Unterschätzung

wird die lokale Grenzflächenscherfestigkeit dieser MR nicht zum Vergleich der drei MR verwendet.

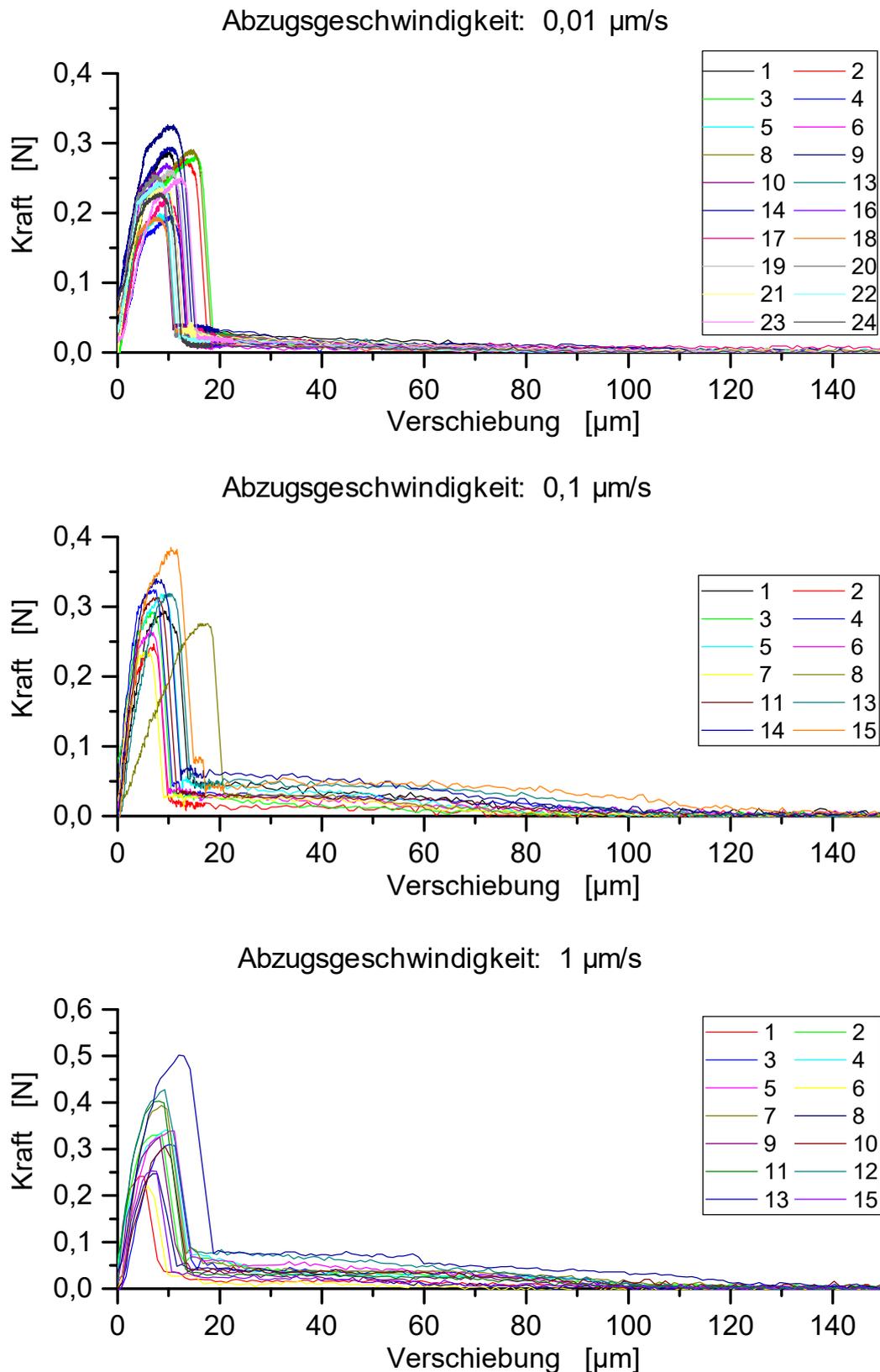


Abb. 5.9: Übersichtsdarstellung d. Kraft-Verschiebungs-Kurven v. drei SFPO-Messreihen mit variiertem Abzugsgeschwindigkeit (Materialkombination: E-GF in RIMR 135 + RIMH 137)

Tab. 5.3: Ergebnisse für die drei Messreihen mit variiertem Abzugsgeschwindigkeit; aus Übersichtlichkeitsgründen sind maximal 3 Nachkommastellen dargestellt (das führt teilweise dazu, dass der Quotient SD^2/SE^2 stärker von n abweicht (exakt gilt: $SD^2/SE^2 = n$))

v_{Abzug}		l_e [μm]	d_f [μm]	F_d [N]	F_{max} [N]	F_b [N]	τ_{app} [MPa]	τ_d [MPa]	τ_f [MPa]	Einzel- Messungen
0,01 $\mu\text{m/s}$	MW	104,3	17,6	0,204	0,253	0,025	43,8	52,7	4,5	20
	SD	10,4	1,1	0,032	0,035	0,006	3,9	5,1	1,6	
	SE	-	-	0,007	0,008	0,001	0,9	1,1	0,4	
0,1 $\mu\text{m/s}$	MW	108,4	19,8	0,257	0,301	0,037	45,4	55,5	5,6	12
	SD	20,5	1,1	0,041	0,041	0,010	5,2	6,1	1,5	
	SE	-	-	0,012	0,012	0,003	1,5	1,8	0,4	
1 $\mu\text{m/s}$	MW	114,2	19,1	(0,245)	0,332	0,046	47,8	(53,0)	6,6	14
	SD	15,4	1,7	(0,085)	0,080	0,020	4,4	(12,7)	2,1	
	SE	-	-	(0,023)	0,021	0,005	1,2	(3,4)	0,6	

Wie bereits im vorherigen Abschnitt beobachtbar, äußert sich bei der Standard-Messreihe „50 μm “ (entspricht MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “) die Rissinitiierung in einer deutlichen Steigungsänderung der Kraft-Verschiebungs-Kurven. Das trifft ebenso auf die MR „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ zu. Die Erhöhung der Geschwindigkeit auf 0,1 $\mu\text{m/s}$ beeinträchtigt die Erkennbarkeit der Knickpunkte nicht: Das zeigen die Kraft-Verschiebungs-Kurven sowie die relativen Standardabweichungen von F_d der MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “ und „0,1 $\mu\text{m/s}$ “, die jeweils ca. 15 % betragen. Anhand der Kraft-Verschiebungs-Kurven der MR „1 $\mu\text{m/s}$ “ ist davon auszugehen, dass die Rissinitiierung bei dieser MR ebenfalls von einer deutlichen Steigungsänderung begleitet wird. Letztere wird lediglich aufgrund der geringeren Anzahl an Messpunkten ungenauer abgebildet.

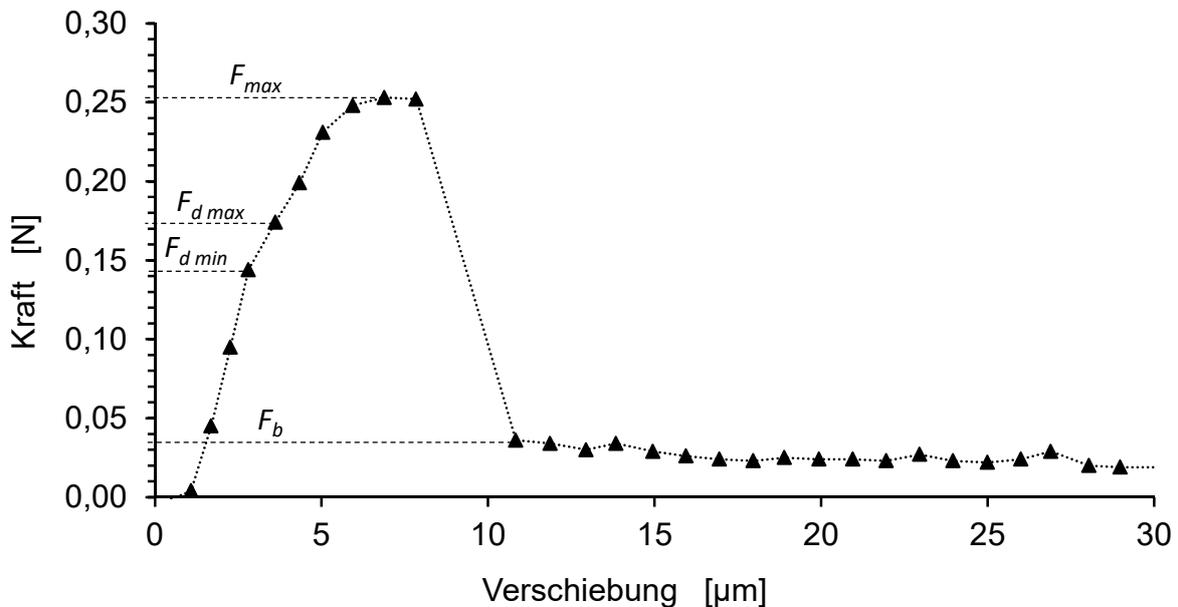


Abb. 5.10: Vergrößerte Darstellung eines Ausschnitts der Kraft-Verschiebungs-Kurve des EMV 15 der Messreihe „1 $\mu\text{m/s}$ “; zwischen den Messpunkten (\blacktriangle) liegt keine Information zu Kraft und Verschiebung vor

Bei der MR „1 $\mu\text{m/s}$ “ ist auch F_{max} nur noch mit größerem Fehler bestimmbar: Die Standardabweichung (0,08 N) ist etwa doppelt so groß wie bei den anderen beiden

Messreihen (vgl. Tab. 5.3). Relativierend dazu ist anzumerken, dass für einen Teil dieser erhöhten Standardabweichung der ebenfalls erhöhte SD-Wert des Durchmessers mitverantwortlich ist. Insgesamt werden durch die großen Abstände Δs die Werte für F_{max} tendenziell etwas unterschätzt, da etwaige zwischen zwei Messpunkten liegende Kraftmaxima messtechnisch nicht erfasst werden.

Für die MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “ und „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ lässt sich ein τ_d -Vergleich anstellen: Die Mittelwerte 52,7 MPa bzw. 55,5 MPa zeigen mit steigender Abzugsgeschwindigkeit eine ansteigende Tendenz. Ihre einfachen Standardfehlerbereiche überlappen jedoch. Bezüglich τ_d sind die beiden MR folglich schwer voneinander abgrenzbar. Wie in einem der vorherigen Absätze bereits erläutert, werden die τ_d -Ergebnisse der MR „1 $\mu\text{m/s}$ “ bedingt durch die Abtastrate im Mittel unterschätzt (verbunden mit einer stärkeren Streuung) und sind daher nicht belastbar. Dazu passt auch, dass der zugehörige MW 53,0 MPa die ansteigende Tendenz der beiden anderen MR nicht fortsetzt. Es ist denkbar, dass ein mit ausreichend hoher Abtastrate ermittelter MW die beobachtete ansteigende Tendenz fortsetzen würde.

Wie bereits in Abschnitt 5.3.1 erläutert, ist für einen von der Einbettlänge unabhängigen Vergleich von Messreihen die Größe τ_d gegenüber τ_{app} zu bevorzugen. Grund dafür ist unter anderen die Annahme einer über der gesamten Einbettlänge konstanten Scherspannung, die der Größe τ_{app} zugrunde liegt [20]. Aufgrund der erschwerten Knickpunkt-Bestimmung werden auch in diesem Abschnitt die τ_{app} -Werte für den Vergleich der drei MR herangezogen.

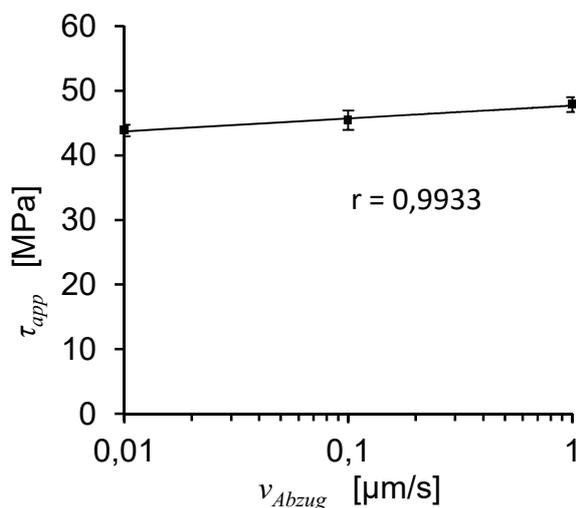


Abb. 5.11: Übersicht über die scheinbaren Scherfestigkeiten ($MW \pm SE$) für die Messreihen mit variierten Abzugsgeschwindigkeiten „0,01 $\mu\text{m/s}$ “, „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ und „1 $\mu\text{m/s}$ “ (r : Korrelationskoeffizient der τ_{app} -Mittelwerte der drei Messreihen)

Abb. 5.11 zeigt eine Übersicht der τ_{app} -Ergebnisse. Bezüglich der Mittelwerte der drei Messreihen ist mit steigendem v_{Abzug} eine ansteigende Tendenz zu beobachten. Die zugehörigen Standardfehlerbereiche der MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “ ($43,8 \pm 0,9$ MPa) und „1 $\mu\text{m/s}$ “ ($47,8 \pm 1,2$ MPa) tangieren sich, wenn die SE-Werte mit einem Faktor von ca. 1,96 multipliziert werden. Daraus folgt: Beide MW liegen zu jeweils hohen Wahrscheinlichkeiten in Intervallen, die sich nicht berühren (zur Orientierung: bei einer Normalverteilung der Ergebnisse, die bei den geringen Stichprobenumfängen nicht vorausgesetzt werden kann, lägen die Wahrscheinlichkeiten bei 99 %).

Das spricht für statistisch unterschiedliche Prozesse und somit analog zu den Ergebnissen in Abschnitt 5.3.1 dafür, dass mit steigender Änderungsrate der Grenzflächenscherspannung $\dot{\tau}$ entsprechend Gl. 5.5 (in diesem Fall mit $l_{frei} = \text{konst.}$) τ_{app} ansteigt.

Die mittleren Reibungsspannungen τ_f weisen hinsichtlich ihrer Mittelwerte ebenfalls eine ansteigende Tendenz auf. Für die τ_f -Ergebnisse (MW \pm SE) der MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “ ($4,5 \pm 0,4$ MPa) und „1 $\mu\text{m/s}$ “ ($6,6 \pm 0,6$ MPa) wird festgestellt: Die zugehörigen Standardfehlerbereiche tangieren sich, wenn die SE-Werte mit einem Faktor von ca. 2,25 multipliziert werden. Das legt nahe, dass durch die Erhöhung der Abzugsgeschwindigkeit auch die Reibung während des reibbehafteten Auszugs erhöht ist. Für die Größe F_b und die davon abhängige Größe τ_f ist dabei zu beachten, dass bei allen drei MR ein Großteil des reibbehafteten Auszugs bei der gleichen Geschwindigkeit (1 $\mu\text{m/s}$) abläuft: Wie in den Erläuterungen zur Versuchsdurchführung beschrieben, wird die Geschwindigkeit 10 μm nach Durchlaufen von F_{max} auf 1 $\mu\text{m/s}$ erhöht. Das heißt, dass sich die drei MR während des reibbehafteten Auszugs in ihrer Abzugsgeschwindigkeit nur bis zum Zeitpunkt der Erhöhung auf 1 $\mu\text{m/s}$ unterscheiden.

Für eine mögliche Erklärung der Unterschiede in τ_f ist somit der Teil der Messungen vor der Geschwindigkeitserhöhung ins Auge zu fassen. Es ist denkbar, dass die verschiedenen v_{Abzug} Unterschiede im Ablösungsprozess von Faser und Matrix bewirken, die sich auf die Bruchflächen von Faser und Matrix (Reibflächen) auswirken. Unterschiedliche Reibflächen können bei gleicher Geschwindigkeit zu unterschiedlichen Reibkräften führen.

Im Abgleich der Ergebnisse mit denen aus dem wissenschaftlichen Kenntnisstand zeigen sich Übereinstimmungen. Die τ_{app} -MW in Tab. 5.3 und Abb. 5.11 können mit einem linearen Anstieg über der logarithmierten $\dot{\tau}$ bzw. v_{Abzug} entsprechend Gl. 2.14 aus [7, 14] beschrieben werden. Ein logarithmischer Zusammenhang, sofern gegeben, besteht prinzipiell ebenso für v_{Abzug} wie für $\dot{\tau}$. Der entscheidende Unterschied zwischen v_{Abzug} und $\dot{\tau}$ ist, dass $\dot{\tau}$ ein Maß dafür darstellt, wie schnell die Scherspannungen in der Grenzfläche ansteigen. v_{Abzug} hingegen beschreibt lediglich die Geschwindigkeit der Krafteinleitung. Bei unterschiedlich nachgiebigen Prüfeinrichtungen kann somit ein und derselbe v_{Abzug} -Wert zu sehr unterschiedlichen $\dot{\tau}$ -Werten führen (vgl. Gl. 5.5). Daher sollten bei einem Vergleich von Grenzflächenscherspannungen verschiedener Versuche nicht die v_{Abzug} -Werte, sondern die $\dot{\tau}$ -Werte abgeglichen werden.

Wie im wissenschaftlichen Kenntnisstand zur Abzugsgeschwindigkeit erläutert, ist $\dot{\tau}$ als Größe zum Abgleich der durchschnittlichen Rate der Spannungserhöhung in der Grenzfläche zu betrachten. Faktisch kann sich $\dot{\tau}$ von Versuchsbeginn bis zum Erreichen von F_{max} bei weggeregelten Messungen merklich ändern: und zwar bei Prüfeinrichtungen, die steif genug

sind, sodass eine Steigungsänderung in der Kraft-Verschiebungs-Kurve zwischen Versuchsbeginn und dem Erreichen von F_{max} erkennbar ist. Das ist bei den vorliegenden Ergebnissen der Fall (s. Abb. 5.9, Rissinitiierung).

Für eine Abschätzung der Größenordnung von $\dot{\tau}$ für die drei MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “, „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ und „1 $\mu\text{m/s}$ “ wird daher der durchschnittliche Verschiebungswert Δs bei F_{max} verwendet: Der liegt für die drei MR in erster Näherung bei etwa 10 μm . Aus Δs und den drei Werten für v_{Abzug} ergeben sich drei verschiedene Dauern Δt zum Erreichen von F_{max} . Aus dem Quotienten von τ_{app} und Δt kann ein Schätzwert für die Rate $\dot{\tau}$ ermittelt werden. Die auf diese Weise ermittelten Schätzwerte für die MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “, „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ und „1 $\mu\text{m/s}$ “ liegen bei etwa $4 \cdot 10^{-2}$ MPa/s, $5 \cdot 10^{-1}$ MPa/s und $5 \cdot 10^0$ MPa/s. Das heißt, dass diese Werte in Größenordnungen liegen, für welche auch die Quellen [7] und [14] (s. Abb. 2.13) ansteigende Trends für τ_{app} über $\dot{\tau}$ zeigen.

Fallende Trends von τ_{app} über $\dot{\tau}$ wie in [154, 155] oder zum Teil in [15] können hier somit nicht festgestellt werden. Es ist nicht auszuschließen, dass solch ein Trend bei noch niedrigeren Geschwindigkeiten oder höheren Nachgiebigkeiten auftritt. Die Versuche mit erhöhtem l_{frei} aus Abschnitt 5.3.1 deuten jedoch nicht darauf hin. Es ist allenfalls denkbar, dass ein gegenläufiger Trend bei Änderungsraten der Grenzflächenschererspannung auftritt, die noch niedriger sind als bei der MR "6 mm".

Zum Verhalten der Knickkraft und der aus ihr berechneten lokalen Grenzflächenscherfestigkeit τ_d über $\dot{\tau}$ oder v_{Abzug} sind keine Angaben aus der Literatur bekannt. Wie bereits diskutiert, zeigen die MW der τ_d -Ergebnisse der MR „0,01 $\mu\text{m/s}$ “ und „0,1 $\mu\text{m/s}$ “ eine geringe ansteigende Tendenz, während ihre einfachen Standardfehlerbereiche überlappen. Ein Einfluss von v_{Abzug} auf τ_d kann anhand dieser Ergebnisse nicht belegt werden. Zur weiteren Untersuchung, wie sich v_{Abzug} auf τ_d auswirken kann, sind weitere Messpunkte notwendig. Für höhere Geschwindigkeiten sind Änderungen an der genutzten SFPO-Prüfeinrichtung erforderlich, um höhere Abtastraten zu realisieren.

5.3.3 Zusammenhang zwischen den Einflüssen von freier Faserlänge und Abzugsgeschwindigkeit

Die Ergebnisse der fünf MR mit variierten Prüfparametern l_{frei} und v_{Abzug} zeigen, dass sich durch deren Variation die Dynamik des SFPO ändert. Einerseits wird das mit den Versuchsdauern in Tab. 5.4 belegt. Die Versuchsdauern sinken in streng monotoner Weise von MR1 bis MR5: von MR1 bis MR3 mit sinkenden l_{frei} -Werten und von MR3 bis MR5 mit steigenden v_{Abzug} -Werten. Andererseits kann anhand von Gl. 5.5 gezeigt werden, dass die Änderungsraten der Grenzflächenschererspannung $\dot{\tau}$ von MR1 bis MR5 durch eine sinkende

l_{frei} oder eine steigende v_{Abzug} ansteigen (ebenfalls von MR1 bis MR3 mit sinkenden l_{frei} -Werten und von MR3 bis MR5 mit steigenden v_{Abzug} -Werten).

Tab. 5.4: Übersicht zu den verschiedenen Versuchsdauern der fünf SFPO-Messreihen einschließlich der Werte der variierten Prüfparameter l_{frei} und v_{Abzug}

Messreihe	l_{frei} [μm]	v_{Abzug} [$\mu\text{m/s}$]	Versuchsdauer
MR1	6000	0,01	3 – 4,5 h
MR2	2000	0,01	1 – 2 h
MR3	≈ 50	0,01	30 – 45 min
MR4	≈ 50	0,1	6 – 8 min
MR5	≈ 50	1	4 – 5 min

Dass qualitativ ein Anstieg der Änderungsraten $\dot{\tau}$ von MR1 bis MR5 vorliegt, wird somit deutlich. Daher sind in Abb. 5.12 die τ_{app} -Ergebnisse ($MW \pm 2 \cdot SE$) in qualitativer Form als Säulendiagramm über den fünf Messreihen dargestellt (als Kombination der Daten aus Abb. 5.8 und Abb. 5.11). Im Voraus der Diskussion von Abb. 5.12 ist festzuhalten, dass – wie zuvor bereits erläutert – für Vergleiche der MR die Größe τ_d gegenüber τ_{app} zu bevorzugen ist. Da für die fünf Messreihen nur teilweise τ_d -Ergebnisse vorliegen, wird zum Vergleich der MR die Größe τ_{app} herangezogen.

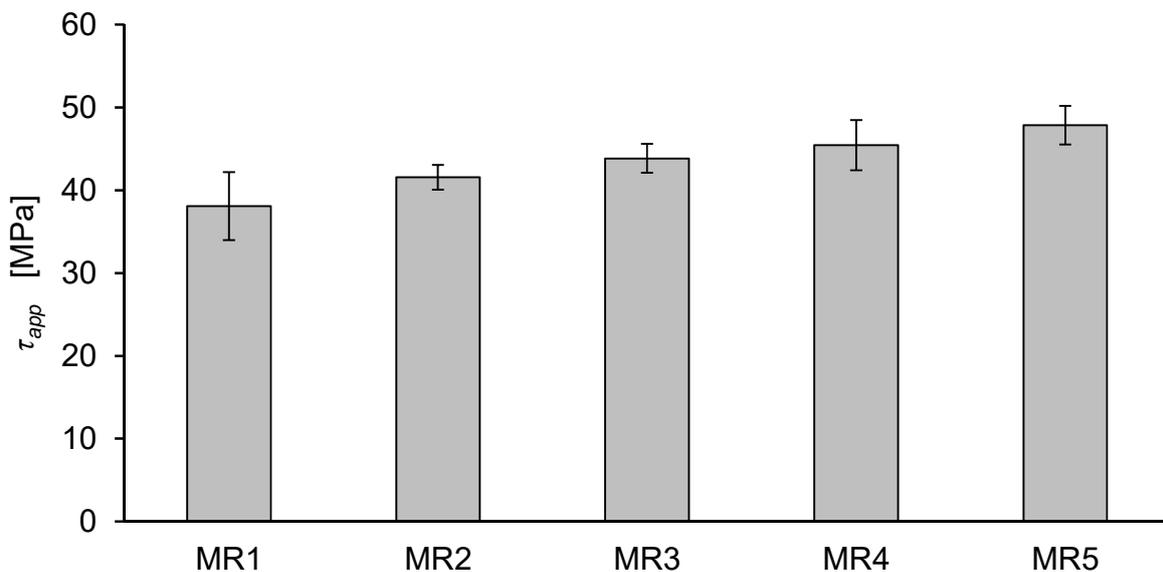


Abb. 5.12: Übersicht über die scheinbaren Scherfestigkeiten τ_{app} ($MW \pm 2 \cdot SE$) für die Messreihen MR1 ($l_{frei} = 6 \text{ mm}$; $v_{Abzug} = 0,01 \mu\text{m/s}$), MR2 ($l_{frei} = 2 \text{ mm}$; $v_{Abzug} = 0,01 \mu\text{m/s}$), MR3 ($l_{frei} \approx 50 \mu\text{m}$; $v_{Abzug} = 0,01 \mu\text{m/s}$), MR4 ($l_{frei} \approx 50 \mu\text{m}$; $v_{Abzug} = 0,1 \mu\text{m/s}$), MR5 ($l_{frei} \approx 50 \mu\text{m}$; $v_{Abzug} = 1 \mu\text{m/s}$).

Mit einer veränderten Dynamik geht grundsätzlich die Möglichkeit einher, dass sich die mechanische Antwort des Prüfkörpers auf die äußere Belastung messbar ändert. Von MR1 bis MR5 (s. Abb. 5.12) ist mit den steigenden Änderungsraten $\dot{\tau}$ ein kontinuierlich ansteigender MW von τ_{app} beobachtbar. Die doppelten Standardfehlerbereiche der MR überlappen teilweise: zwischen den MR mit großen Unterschieden in $\dot{\tau}$ – MR1 und MR4, MR1 und

MR5, MR2 und MR5 – jedoch nicht. Zwischen den Messreihen MR1 und MR5 sowie MR2 und MR5 überlappen auch die zugehörigen dreifachen Standardfehlerbereiche nicht.

Diese Beobachtungen lassen den Schluss auf einen (wenngleich geringen) Einfluss der Variation von l_{frei} und v_{Abzug} auf die Messergebnisse des SFPO in Form von τ_{app} zu. Dieser Einfluss besteht darin, dass die veränderten Prüfparameter die Dynamik des SFPO verändern und so eine veränderte mechanische Reaktion der EMV während der Prüfung hervorrufen. Da τ_{app} eine kombinierte Größe ist, in die Haftung und Reibung mit eingehen, geht aus ihr nicht hervor, auf welchen dieser Beiträge der beobachtete ansteigende Trend gegebenenfalls zurückzuführen ist. Die für die MR mit variiertem Abzugsgeschwindigkeit ermittelten reibungsbedingten Spannungen τ_f weisen auf eine mit steigender v_{Abzug} ansteigende Reibung hin. Dabei ist jedoch zu bedenken, dass sich diese Beobachtung auf die Reibung während des reibbehafteten Auszugs (τ_f) bezieht. Diese Beobachtung ist nicht zwingend auf diejenige Reibung zu übertragen, die während des Versuchs zwischen Rissinitiierung und dem Erreichen von F_{max} wirkt.

Sofern für einen definierten Wertebereich von $\dot{\tau}$ gegeben ist, dass zwischen τ_{app} und $\dot{\tau}$ ein logarithmischer Zusammenhang entsprechend Gl. 2.14 (S. 40) besteht, kann durch Kombination von Gl. 2.14 mit Gl. 5.5 folgender Zusammenhang zwischen τ_{app} , v_{Abzug} und l_{frei} hergestellt werden:

$$\tau_{app} = C_1 + C_2 \lg \left(\frac{1}{\left(\delta_{Apparatur} + \delta_{Klebung} + \delta_{EMV} + l_{frei} \cdot \frac{4}{E_{GF} \cdot \pi \cdot d_f^2} \right) \cdot \pi \cdot d_f \cdot l_e} \cdot v_{Abzug} \right). \quad (5.6)$$

Für die Gleichung wird vorausgesetzt, dass

- i) $d_f = \text{konst.}$,
- ii) $E_{GF} = \text{konst.}$ und alle $\delta_i = \text{konst.}$ über den Wertebereichen, in denen l_{frei} und v_{Abzug} bei Nutzung dieser Gleichung variiert werden,
- iii) $\dot{\tau}$ zwischen Versuchsbeginn und Erreichen von F_{max} als konstant angenommen werden kann (bei großen l_{frei} der Fall [12, 13], bei kleinen l_{frei} ggf. in erster Näherung).

Mit Gl. 5.6 kann somit begründet werden, warum der in Abb. 5.12 beobachtete Trend qualitativ zu erwarten ist. Überdies ist damit ein mathematischer Gleichungszusammenhang zwischen τ_{app} und l_{frei} hergestellt, der die in Kapitel 2 formulierte Erwartung eines Einflusses von l_{frei} auf τ_{app} (bzw. F_{max}) prinzipiell bestätigt.

5.4 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Mit den Ergebnissen dieses Kapitels wird gezeigt, dass sich durch Variation der freien Faserlänge l_{frei} und der Abzugsgeschwindigkeit v_{Abzug} die Dynamik des SFPO ändert. Das wird einerseits anhand der Versuchsdauern klar, die sowohl mit sinkenden l_{frei} -Werten als auch mit steigenden v_{Abzug} -Werten sinken. Andererseits wird auf Basis des Hooke'schen Gesetzes belegt, dass l_{frei} und v_{Abzug} einen Einfluss auf die Änderungsraten der Grenzflächenspannung $\dot{\tau}$ haben. Demnach bewirken sowohl sinkende l_{frei} -Werte als auch steigende v_{Abzug} -Werte einen Anstieg von $\dot{\tau}$. Im wissenschaftlichen Kenntnisstand wird anhand publizierter Ergebnisse dargestellt, dass die scheinbare Grenzflächenscherfestigkeit τ_{app} wiederum von $\dot{\tau}$ abhängt. Insgesamt wird damit ein Zusammenhang zwischen den Prüfparametern l_{frei} und v_{Abzug} und der gemessenen Maximalkraft F_{max} bzw. τ_{app} aufgezeigt. Dessen Existenz wird ergänzend durch die Herstellung eines Gleichungszusammenhangs zwischen l_{frei} , v_{Abzug} und τ_{app} gestützt. Da für die fünf Messreihen nur teilweise Ergebnisse für die lokale Grenzflächenscherfestigkeit τ_d vorliegen, wird zum Vergleich der Messreihen verstärkt τ_{app} herangezogen.

Bei den für jeweils eine der fünf Messreihen berechneten τ_{app} -Mittelwerten ist mit sinkenden l_{frei} -Werten und steigenden v_{Abzug} -Werten ein kontinuierlich ansteigender Trend beobachtbar. Die Ergebnisse lassen den Schluss auf einen (wenngleich geringen) Einfluss der Prüfparameter l_{frei} und v_{Abzug} auf die Messergebnisse des SFPO zu. Dieser Einfluss besteht darin, dass die Variation beider Prüfparameter die erläuterte Veränderung der Dynamik im Allgemeinen und der Änderungsraten $\dot{\tau}$ im Konkreten bewirkt. Das führt zu einer veränderten mechanischen Reaktion der Prüfkörper und damit zu anderen Messergebnissen in Form von F_{max} bzw. τ_{app} . Somit sind – neben dem Beleg auf Basis des Hooke'schen Gesetzes – diese experimentellen Ergebnisse ein schwer negierbarer Grund zur Annahme, dass die im wissenschaftlichen Kenntnisstand geschlussfolgerte Erwartung eines Einflusses von l_{frei} auf F_{max} bzw. τ_{app} korrekt ist.

Die großen freien Faserlängen bei den Messreihen mit $l_{frei} = 2$ mm und $l_{frei} = 6$ mm bringen hohe Nachgiebigkeiten mit sich. Die Kraft-Verschiebungs-Kurven mit $l_{frei} = 2$ mm weisen aufgrund der Nachgiebigkeit ein ausgeprägtes *stick-slip*-Verhalten auf. Bei der Messreihe mit $l_{frei} = 6$ mm werden keinerlei Restreibkräfte gemessen, da nach vollständiger Faser-Matrix-Ablösung die Kontraktionsanteile der freien Faserlänge, des Prüfkörpers und der übrigen Prüfeinrichtung zusammen größer sind als l_e . Das führt zum abrupten (innerhalb ≤ 1 s), vollständigen Auszug der Faser aus der Matrix nach dem Durchlaufen von F_{max} .

Für lediglich zwei der fünf Messreihen liegen belastbare Debondingkräfte F_d und somit belastbare Ergebnisse für die lokale Grenzflächenscherfestigkeit τ_d vor: Bei den Messreihen

mit erhöhter l_{frei} ist (vor allem) aufgrund der Nachgiebigkeit der freien Faserlänge die Steigungsänderung bei Rissinitiierung schwer erkennbar und schwer lokal eingrenzbar. Bei der Messreihe mit der Abzugsgeschwindigkeit $v_{Abzug} = 1 \mu\text{m/s}$ ist eine gerätetechnisch begrenzte Abtastrate der Grund für eine ungenauere Bestimmung der Debondingkräfte. Für die Messreihen mit minimierter l_{frei} und $v_{Abzug} = 0,01 \mu\text{m/s}$ bzw. $0,1 \mu\text{m/s}$ sind τ_d -Werte berechnet. Die zugehörigen Ergebnisse zeigen mit $52,7 \pm 1,1 \text{ MPa}$ bzw. $55,5 \pm 1,8 \text{ MPa}$ einen geringfügig höheren Mittelwert für die höhere Abzugsgeschwindigkeit (erwartungsgemäß ebenso wie die τ_{app} -Ergebnisse); die zugehörigen Standardfehlerbereiche überlappen jedoch. Ein Einfluss von v_{Abzug} auf τ_d kann anhand dieser Ergebnisse nicht belegt werden. Zudem werden bei den beiden Messreihen keine Unterschiede hinsichtlich der Detektierbarkeit der charakteristischen Größen F_d , F_{max} , F_b und l_e festgestellt. Diese Feststellung und die Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass eine Erhöhung von v_{Abzug} von $0,01 \mu\text{m/s}$ auf $0,1 \mu\text{m/s}$ zur Reduzierung der Versuchsdauer vertretbar ist (bei vergleichbaren Prüfeinrichtungs- und Prüfkörper-Nachgiebigkeiten). Bei den durchgeführten Messreihen führt dies zu einer Reduzierung der Versuchsdauer von 30 - 45 min auf 6 - 8 min.

Mit dem im wissenschaftlichen Kenntnisstand zu v_{Abzug} diskutierten linearen Anstieg von τ_{app} über der logarithmierten Änderungsrate $\dot{\tau}$ lassen sich auch die τ_{app} -Ergebnisse der Messreihen mit variierter v_{Abzug} beschreiben. Zur Untersuchung, inwiefern bei τ_d ein vergleichbarer Zusammenhang mit $\dot{\tau}$ beobachtbar ist, sind weitere Messpunkte bei höheren v_{Abzug} notwendig (dafür sind Änderungen an der verwendeten SFPO-Prüfeinrichtung erforderlich, um höhere Abtastraten zu realisieren).

Bei den SFPO-Ergebnissen werden größere Streuungen der Ergebnisse beobachtet, die zum Teil für das Überlappen von Standardfehlerbereichen mitverantwortlich sind. Für eine (weitere) Reduzierung der Streuung sind weitere mögliche Schritte,

- i) die Streuung durch Maßnahmen wie genauere Kontrolle der l_e und d_f zu reduzieren, bspw.
 - a. durch Vorauswahl von Fasern mit d_f in bestimmtem Wertebereich oder
 - b. durch Verwendung von SFPO-Ergebnissen ausschließlich solcher Prüfkörper, deren l_e in einem bestimmten Wertebereich liegen und damit Mittelwerte und Standardabweichungen der Messreihen einzugrenzen,
- ii) ggf. durch eine verbesserte lichtmikroskopische Bestimmung der d_f (bspw. durch Mehrfachbestimmung) den Messfehler zu reduzieren,
- iii) die Prüfparameter in noch weiteren Grenzen zu variieren.

Diese Maßnahmen können zu einer weiteren Verdeutlichung der Wirkzusammenhänge beitragen.

6 Störung von Eingangsdaten

Im wissenschaftlichen Kenntnisstand wird erklärt, warum es bei mikromechanischen Methoden von praktischem Interesse ist, die Auswirkungen von Störungen von Eingangsdaten auf das Endergebnis zu kennen. Zur Bewertung und Einordnung dieser Auswirkungen wird dort die Konditionszahl K vorgestellt. Die Ausführungen in Abschnitt 2.6 sind Grundlage für die Untersuchungen in diesem Kapitel.

Zur Bewertung der FMH werden in dieser Arbeit die Größen τ_{app} (nach Gl. 2.2 für den SFPO, nach Gl. 2.9 für den SFFT) und τ_d (nach Gl. 2.3 bis Gl. 2.7 für den SFPO) eingeführt. Konkret gehen für τ_{app} in die Gln. 2.2 und 2.9 jeweils nur wenige Eingangsdaten ein: F_{max} , l_e , d_f bzw. $\sigma_{fmax}(l_c)$, l_c , d_f . Ihr Zusammenhang mit τ_{app} ist aus der jeweiligen Gleichung direkt ersichtlich (entweder linear oder reziprok). Für die Bestimmung von τ_d hingegen wird eine größere Anzahl von Eingangsdaten mit eingerechnet und deren Auswirkungen auf das Endergebnis τ_d sind nicht direkt ersichtlich (s. Gl. 2.3 bis Gl. 2.7). Daher wird in diesem Kapitel am Beispiel von SFPO-Messergebnissen aus Kapitel 5 (E-GF in EP) gezeigt, in welchem Umfang sich Störungen der Eingangsdaten in Gl. 2.3 bis Gl. 2.7 auf das Endergebnis τ_d auswirken können.

Die Eingangsdaten für τ_d lassen sich wie folgt in zwei Gruppen aufteilen:

- Gruppe 1: an jedem EMV individuell ermittelte Eingangsdaten
 - o Einbettlänge l_e
 - o Faserdurchmesser d_f
 - o Debondingkraft F_d
- Gruppe 2: materialspezifische Eingangsdaten von Faser und Matrix
 - o Axialer Zug-E-Modul Faser E_{fa}
 - o Zug-E-Modul Matrix E_m
 - o Axialer Wärmeausdehnungskoeffizient Faser α_{fa}
 - o Wärmeausdehnungskoeffizient Matrix α_m
 - o Axiales Poisson-Verhältnis Faser ν_{fa}
 - o Poisson-Verhältnis Matrix ν_m
 - o Spannungsfreie Temperatur der Matrix (mathematisch enthalten in der Größe ΔT : Differenz zwischen spannungsfreier Temperatur und Prüftemperatur)

Die Eingangsdaten in Gruppe 1 werden für jeden einzelnen EMV individuell ermittelt. Die Größen l_e und F_d werden aus der Kraft-Verschiebungs-Kurve des jeweiligen EMV bestimmt. Der Faserdurchmesser d_f wird nach dem SFPO-Versuch lichtmikroskopisch an der ausgezogenen Faser des jeweiligen geprüften EMV gemessen.

Gruppe 2 enthält materialspezifische Eingangsdaten von Faser und Matrix: Sie werden allgemeingültig für die jeweilige Fasersorte bzw. für die jeweilige Matrix (unter den verwendeten Härtungsbedingungen) ermittelt und für alle EMV einer Messreihe angenommen.

Wie sich Störungen dieser Eingangsdaten aus den Gruppen 1 und 2 auf τ_d auswirken können, wird in den nachfolgenden Abschnitten gezeigt.

6.1 Materialien und Experimentelles

Angaben zu den verwendeten Fasern und der Matrix sind im Abschnitt 5.1 enthalten.

Die SFPO-Messergebnisse, anhand derer im Abschnitt 6.2 die Auswirkungen von Störungen von Eingangsdaten gezeigt werden, stammen von EMV der MR „50 μm “ aus Kapitel 5. Die MR „50 μm “ ist unter Standardbedingungen gemessen, d.h. mit den Standardwerten für l_{frei} und v_{Abzug} . Für Informationen zu der EMV-Herstellung sowie dem Versuchsaufbau und der Durchführung der SFPO-Versuche wird auf die Abschnitte 5.2.1 und 5.2.2 verwiesen.

Für die Berechnung von τ_d werden die materialspezifischen Eingangsdaten aus Tab. 5.1 verwendet (sowie der dort aufgeführte Radius des Matrixtropfens R).

6.2 Ergebnisse

6.2.1 An Einzelfaser-Modellverbunden individuell ermittelte Eingangsdaten

Vorbemerkungen

Die Untersuchungen des Einflusses von Störungen der Eingangsdaten l_e , d_f und F_d auf das Endergebnis τ_d erfolgen beispielhaft an SFPO-Ergebnissen dreier EMV der MR „50 μm “ (EMV 1, EMV 13, EMV 20).

In Tab. 6.1 bis Tab. 6.3 sind für EMV 1, EMV 13 und EMV 20 Auswirkungen von Störungen der Eingangsdaten l_e , d_f und F_d auf das Endergebnis τ_d dargestellt. In Abb. 6.1 bis Abb. 6.9 wird für die drei EMV die Ermittlung der Eingangsdaten l_e und F_d veranschaulicht, die in den genannten Tabellen enthalten sind. Im Folgenden werden für EMV 1 die zugehörige Tab. 6.1 hinsichtlich Nomenklatur und Berechnung der Größen sowie Abb. 6.1 bis Abb. 6.3 hinsichtlich Ermittlung der Eingangsdaten erläutert. Diese Erläuterungen gelten entsprechend für EMV 13 (Tab. 6.2; Abb. 6.4 bis Abb. 6.6) und EMV 20 (Tab. 6.3; Abb. 6.7 bis Abb. 6.9).

In der ersten Zeile von Tab. 6.1 befinden sich als Referenz die als ungestört angenommenen Werte der Eingangsgrößen sowie das als ungestört angenommene Endergebnis. In den darauf folgenden Zeilen ist die Störung jeweils einer Eingangsgröße gezeigt, während die Werte der übrigen Eingangsgrößen den ungestörten Referenzwerten entsprechen. Als Störung einer

Eingangsgröße werden jeweils in Bezug auf den ungestörten Referenzwert ein überhöhter sowie ein verringerter Wert verwendet (Max- und Min-Wert, jeweils fett gedruckt). Am Beispiel von d_f ist der Referenzwert $17,7 \mu\text{m}$, die zugehörigen Max- und Min-Werte sind $18,2 \mu\text{m}$ bzw. $17,2 \mu\text{m}$. Für jeden Max- oder Min-Wert ist der zugehörige gestörte Ergebniswert für τ_d in derselben Zeile aufgeführt (für $d_f = 18,2 \mu\text{m}$ bspw. ist $\tau_d = 51,0 \text{ MPa}$).

Tab. 6.1: Ergebnisse zu Auswirkungen einer Störung von l_e , d_f oder F_d auf das Endergebnis τ_d anhand einer SFPO-Messung (EMV 1)

Störung	Eingangsdaten						Endergebnis		Kond.-zahl*
	l_e [μm]	ϵ_{l_e} [-]	d_f [μm]	ϵ_{d_f} [-]	F_d [N]	ϵ_{F_d} [-]	τ_d [MPa]	$\epsilon_{\tau_d, i}$ **	K_i ***
Referenzdaten (ungestörte Werte)	113,5		17,7		0,215		53,0		
Störg. von l_e	(Max) 116,5	0,053	17,7		0,215		52,4	0,021	0,39
	(Min) 110,5		17,7		0,215		53,5		
Störg. von d_f	(Max) 113,5		18,2	0,056	0,215		51,0	0,078	1,38
	(Min) 113,5		17,2		0,215		55,1		
Störg. von F_d	(Max) 113,5		17,7		0,220	0,047	54,1	0,042	0,91
	(Min) 113,5		17,7		0,210		51,8		

* Konditionszahl

** (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder ϵ_{τ_d, l_e} , ϵ_{τ_d, d_f} oder ϵ_{τ_d, F_d})

*** (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder K_{l_e} , K_{d_f} , oder K_{F_d})

Aus der Differenz von Max- und Min-Wert einer gestörten Eingangsgröße ergibt sich der jeweilige absolute Eingabefehler (Δl_e , Δd_f oder ΔF_d). Somit ist z.B. $\Delta d_f = (18,2 - 17,2) \mu\text{m} = 1 \mu\text{m}$. Mit den absoluten Eingabefehlern und den ungestörten Referenzwerten für l_e , d_f , und F_d werden die relativen Eingabefehler berechnet: $\epsilon_{l_e} = \Delta l_e / l_e$, $\epsilon_{d_f} = \Delta d_f / d_f$ und $\epsilon_{F_d} = \Delta F_d / F_d$. Analog resultiert aus der Differenz zweier (bzgl. einer Eingangsgröße) gestörter τ_d -Werte der jeweilige absolute Ausgabefehler ($\Delta \tau_{d, l_e}$, $\Delta \tau_{d, d_f}$ oder $\Delta \tau_{d, F_d}$). Für das gestörte l_e beispielsweise beläuft sich dieser auf $\Delta \tau_{d, l_e} = (53,5 - 52,4) \text{ MPa} = 1,1 \text{ MPa}$ (nicht in Tabelle dargestellt). Die relativen Ausgabefehler ergeben sich entsprechend aus den absoluten Ausgabefehlern und dem ungestörten τ_d -Referenzwert zu $\epsilon_{\tau_d, l_e} = \Delta \tau_{d, l_e} / \tau_d$, $\epsilon_{\tau_d, d_f} = \Delta \tau_{d, d_f} / \tau_d$ und $\epsilon_{\tau_d, F_d} = \Delta \tau_{d, F_d} / \tau_d$. Schließlich werden aus den relativen Ausgangs- und Eingabefehlern die Konditionszahlen berechnet (für deren Bedeutung s. Abschnitt 2.6): $K_{l_e} = \epsilon_{\tau_d, l_e} / \epsilon_{l_e}$, $K_{d_f} = \epsilon_{\tau_d, d_f} / \epsilon_{d_f}$ und $K_{F_d} = \epsilon_{\tau_d, F_d} / \epsilon_{F_d}$. Alle hier vorgestellten absoluten Fehler sind als Betrag errechnet und daher positiv (letzteres sind folglich ebenso alle Konditionszahlen).

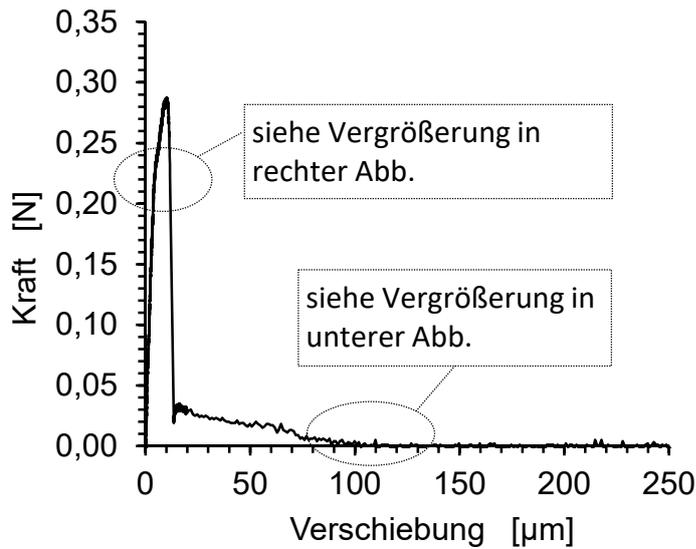


Abb. 6.1: Übersichtsdarstellung der Kraft-Verschiebungs-Kurve des EMV 1

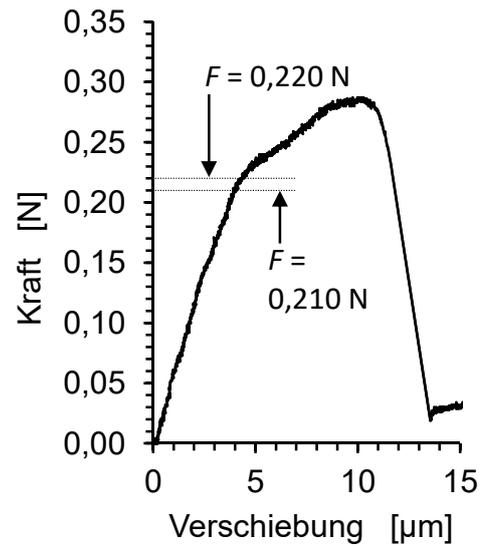


Abb. 6.2: Vergrößerungsdarstellung des Debondingbereichs von Abb. 6.1 zur Ermittlung von F_d

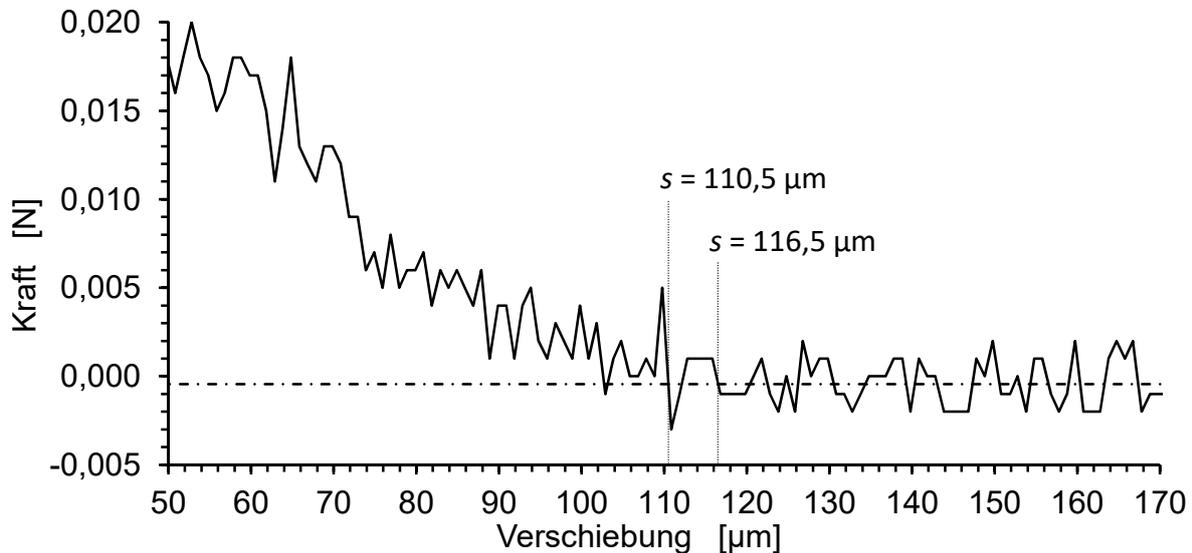


Abb. 6.3: Vergrößerungsdarstellung des Bereichs von Abb. 6.1 zur l_e -Ermittlung, in dem der reibbehaftete Faserauszug in einen reibfreien Abzug übergeht (die horizontale Strich-Punkt-Linie entspricht dem Kraft-Mittelwert zwischen 130 µm und 170 µm und wird als De-facto-Nullniveau angenommen)

Die Ermittlung der Max- und Min-Werte für die Größen l_e und F_d anhand der Kraft-Verschiebungs-Kurve von EMV 1 ist in Abb. 6.1 bis Abb. 6.3 dargestellt. In der Übersicht (Abb. 6.1) sind die Bereiche markiert, in denen die Werte für l_e und F_d abgelesen werden. Abb. 6.2 enthält eine Vergrößerung des Debondingbereichs. Dort sind die Kräfte abgetragen, die als Max- und Min-Werte für die Rissinitiierung angenommen werden. In Abb. 6.3 sind die angenommenen Max- und Min-Werte für l_e gekennzeichnet. Die Mittelwerte der gestörten Max- und Min-Werte für l_e und F_d werden jeweils als die ungestörten Referenzwerte angenommen: Am Beispiel von l_e wird hier somit als ungestörter Referenzwert der Mittelwert 113,5 µm der zugehörigen Max- und Min-Werte 116,5 µm bzw. 110,5 µm angenommen. Die

Differenz der Max- und Min-Werte für d_f wird anhand von mehrfach wiederholten lichtmikroskopischen Aufnahmen von EMV dieser Material-Kombination pauschal als $\leq 1 \mu\text{m}$ abgeschätzt. Daher sind die Max- und Min-Werte für d_f so festgelegt, dass sie den gleichen Abstand ($0,5 \mu\text{m}$) zu dem als ungestört angenommenen d_f -Referenzwert ($17,7 \mu\text{m}$ für EMV 1) haben.

Tab. 6.2: Ergebnisse zu Auswirkungen einer Störung von l_e , d_f oder F_d auf das Endergebnis τ_d anhand einer SFPO-Messung (EMV 13)

Störung	Eingangsdaten						Endergebnis		Kond.-zahl*
	l_e [μm]	ϵ_{l_e} [-]	d_f [μm]	ϵ_{d_f} [-]	F_d [N]	ϵ_{F_d} [-]	τ_d [MPa]	ϵ_{τ_d} **	K_i ***
Referenzdaten (ungestörte Werte)	106		16,7		0,206		56,7		
Störg. von l_e	(Max) 112 (Min) 100	0,113	16,7 16,7		0,206 0,206		55,5 58,2	0,047	0,41
Störg. von d_f	(Max) 106 (Min) 106		17,2 16,2	0,060	0,206 0,206		54,5 59,2	0,083	1,38
Störg. von F_d	(Max) 106 (Min) 106		16,7 16,7		0,210 0,202	0,039	57,7 55,7	0,036	0,92

* Konditionszahl

** (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder ϵ_{τ_d, l_e} , ϵ_{τ_d, d_f} oder ϵ_{τ_d, F_d})

*** (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder K_{l_e} , K_{d_f} , oder K_{F_d})

Ergebnisse

Tab. 6.4 fasst die Ergebnisse aus Tab. 6.1 bis Tab. 6.3 zusammen: Sie enthält eine Übersicht über die vorliegenden Wertebereiche der relativen Eingabe- und Ausgabefehler sowie der Konditionszahlen für EMV 1, EMV 13 und EMV 20. Es ist klar erkennbar, dass sich die angegebenen Wertebereiche der Konditionszahlen nicht überlagern. Sie sind deutlich voneinander abgrenzbar: Unabhängig vom EMV ist stets K_{d_f} ($1,33 \dots 1,38$) $>$ K_{F_d} ($0,91 \dots 0,92$) $>$ K_{l_e} ($0,39 \dots 0,47$). Die Werte der einzelnen Konditionszahlen unterscheiden sich von EMV zu EMV nur geringfügig. Für d_f liegt Fehlerverstärkung vor, für F_d und l_e Fehlerdämpfung. D.h., dass die Berechnung von τ_d (nach Gl. 2.3 bis Gl. 2.7) bei der Eingangsgröße d_f bezüglich Störungen am empfindlichsten ist. Entsprechend wäre bei gleichen relativen Eingabefehlern für l_e , d_f und F_d der Ausgabefehler für d_f am stärksten.

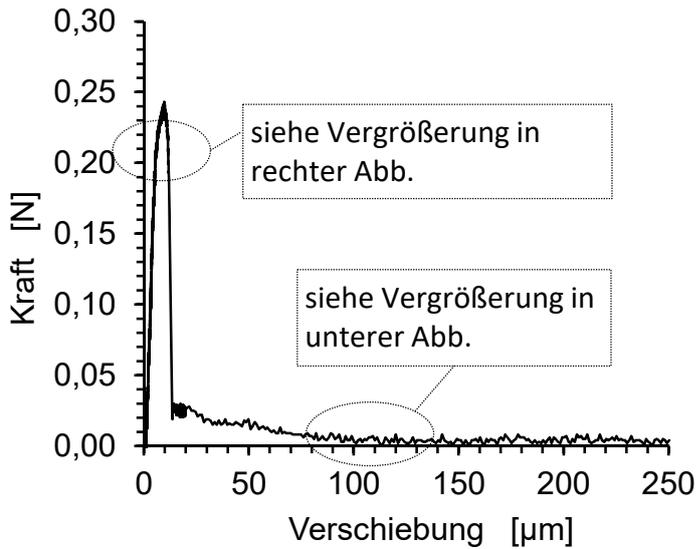


Abb. 6.4: Übersichtsdarstellung der Kraft-Verschiebungskurve des EMV 13

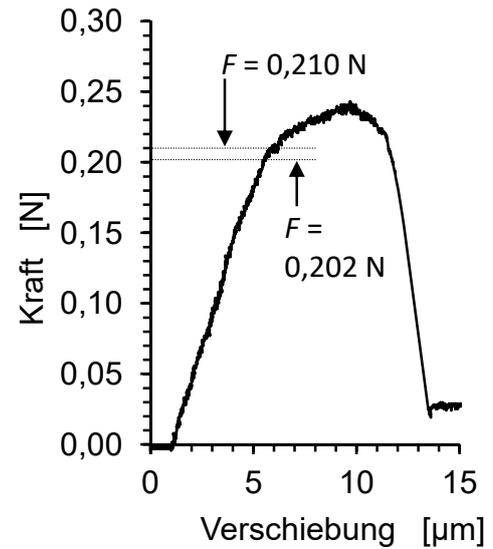


Abb. 6.5: Vergrößerungsdarstellung des Debondingbereichs von Abb. 6.4 zur Ermittlung von F_d

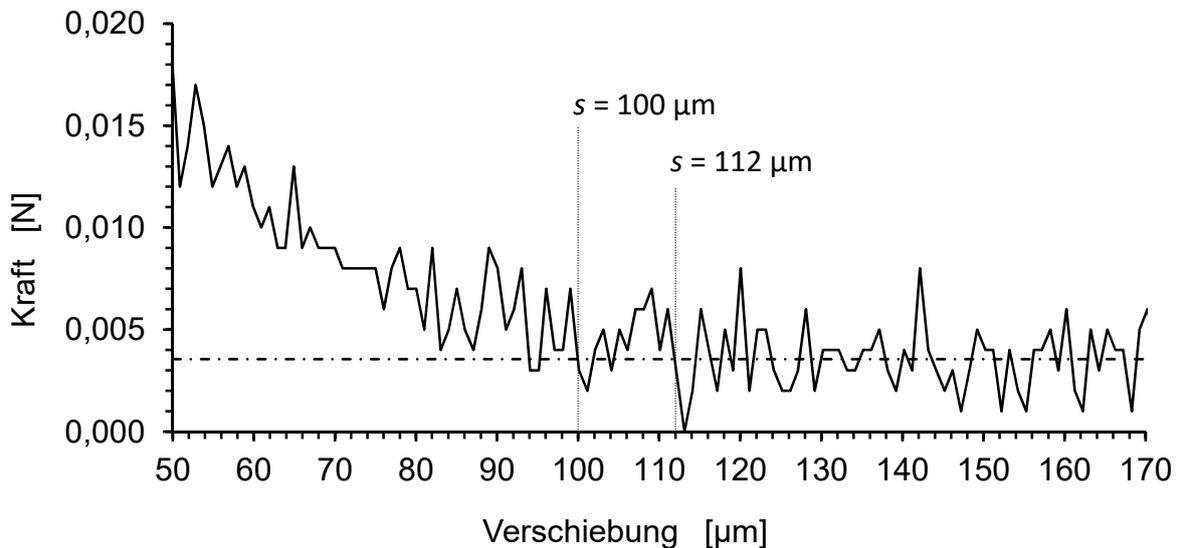


Abb. 6.6: Vergrößerungsdarstellung des Bereichs von Abb. 6.4 zur l_e -Ermittlung, in dem der reibbehaftete Faserauszug in einen reibfreien Abzug übergeht (die horizontale Strich-Punkt-Linie entspricht dem Kraft-Mittelwert zwischen 120 μm und 170 μm und wird als De-facto-Nullniveau angenommen)

Bei den relativen Ausgabefehlern $\epsilon_{\tau d_i}$ in Tab. 6.4 sind die Verhältnisse untereinander anders als bei den Konditionszahlen. Zwar fallen wie die Konditionszahlen auch die relativen Ausgabefehler für d_f am größten aus. Die Wertebereiche von $\epsilon_{\tau d_{F_d}}$ und $\epsilon_{\tau d_{l_e}}$ überlagern sich jedoch vollständig; dabei ist derjenige für $\epsilon_{\tau d_{l_e}}$ breiter. So erreicht $\epsilon_{\tau d_{l_e}}$ mit einem Höchstwert von 0,047 sogar einen Wert oberhalb aller $\epsilon_{\tau d_{F_d}}$ -Werte, obwohl für l_e die stärkste Fehlerdämpfung vorliegt: Die K_{l_e} - und K_{F_d} -Werte belegen, dass ein Eingabefehler bei l_e etwa doppelt so stark gedämpft wird wie bei F_d . Die vergleichsweise hohen Werte für $\epsilon_{\tau d_{l_e}}$ sind darauf zurückzuführen, dass bei l_e größere relative Eingabefehler ϵ_{l_e} vorliegen: Beim genannten höchsten Wert $\epsilon_{\tau d_{l_e}} = 0,047$ ist der zugehörige relative Eingabefehler mit 0,113 mehr als doppelt so groß wie der größte relative Eingabefehler für F_d .

Tab. 6.3: Ergebnisse zu Auswirkungen einer Störung von l_e , d_f oder F_d auf das Endergebnis τ_d anhand einer SFPO-Messung (EMV 20)

Störung	Eingangsdaten						Endergebnis		Konditionszahl*	
	Datensatz	l_e [μm]	ϵ_{l_e} [-]	d_f [μm]	ϵ_{d_f} [-]	F_d [N]	ϵ_{F_d} [-]	τ_d [MPa]	$\epsilon_{\tau_d, i}$ ** [-]	K_i *** [-]
Referenzdaten (ungestörte Werte)		102		18,1		0,217		54,3		
Störg. von l_e	(Max)	105,5	0,069	18,1		0,217		53,4	0,032	0,47
	(Min)	98,5		18,1		0,217		55,2		
Störg. von d_f	(Max)	102		18,6	0,055	0,217		52,3	0,074	1,33
	(Min)	102		17,6		0,217		56,3		
Störg. von F_d	(Max)	102		18,1		0,220	0,028	55,0	0,025	0,92
	(Min)	102		18,1		0,214		53,6		

* Konditionszahl

** (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder ϵ_{τ_d, l_e} , ϵ_{τ_d, d_f} oder ϵ_{τ_d, F_d})

*** (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder K_{l_e} , K_{d_f} , oder K_{F_d})

Tab. 6.4: Zusammenfassende Übersicht der Wertebereiche der Konditionszahlen und relativen Fehler für EMV 1, EMV 13 und EMV 20 (alle dargestellten Wertebereiche zeigen jeweils den größten und den kleinsten der drei vorliegenden Werte)

Störung	Rel. Eingabefehler ϵ_i * [-]	Rel. Ausgabefehler $\epsilon_{\tau_d, i}$ ** [-]	Konditionszahl K_i *** [-]
Störg. von l_e	0,053...0,113	0,021...0,047	0,39...0,47
Störg. von d_f	0,055...0,060	0,074...0,083	1,33...1,38
Störg. von F_d	0,028...0,047	0,025...0,042	0,91...0,92

* (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder ϵ_{l_e} , ϵ_{d_f} oder ϵ_{F_d})

** (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder ϵ_{τ_d, l_e} , ϵ_{τ_d, d_f} oder ϵ_{τ_d, F_d})

*** (Index entsprechend der jeweils gestörten Eingangsgröße: entweder K_{l_e} , K_{d_f} , oder K_{F_d})

Der Wert $\epsilon_{\tau_d, l_e} = 0,047$ stammt von EMV 13 (vgl. Tab. 6.2). Der dafür verantwortliche große relative Eingabefehler resultiert aus dem großen Abstand $\Delta l_e = 12 \mu\text{m}$ der zugehörigen Max- und Min-Werte von $112 \mu\text{m}$ bzw. $100 \mu\text{m}$. Abb. 6.6 zeigt dazu den durch Max- und Min-Wert eingegrenzten Bereich, in dem das Kraft-Nullniveau erreicht wird. Es ist erkennbar, dass eine genauere Eingrenzung des Bereichs auf weniger als $12 \mu\text{m}$ schwierig ist. Die Schwierigkeit der Eingrenzung dieses Bereichs besteht prinzipiell ebenso bei EMV 1 und EMV 20, vgl. Abb. 6.3 und Abb. 6.9 (wenngleich die bestimmten Werte für Δl_e hier niedriger sind).

Zusammenfassend: Bei EMV 1, EMV 13 und EMV 20 liegen für d_f die größten relativen Ausgabefehler (0,074...0,083) und die größten Konditionszahlen vor (fehlerverstärkend). Die

relativen Ausgabefehler für l_e und F_d bewegen sich in ähnlichen Wertebereichen ($0,02 < \epsilon_{td_i} < 0,05$), obwohl für l_e gegenüber F_d eine doppelt so starke Fehlerdämpfung vorliegt. Letzteres unterstreicht die Bedeutung der erreichbaren Genauigkeit der verwendeten Methode zur Bestimmung der Eingangsgrößen.

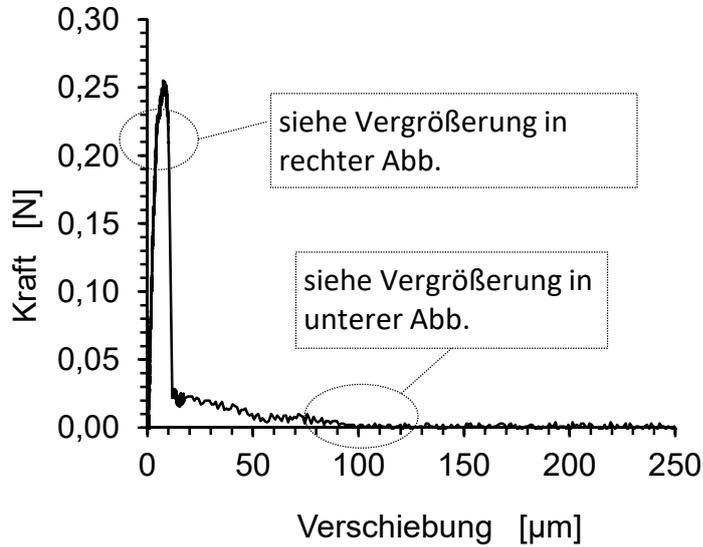


Abb. 6.7: Übersichtsdarstellung der Kraft-Verschiebungs-Kurve des EMV 20

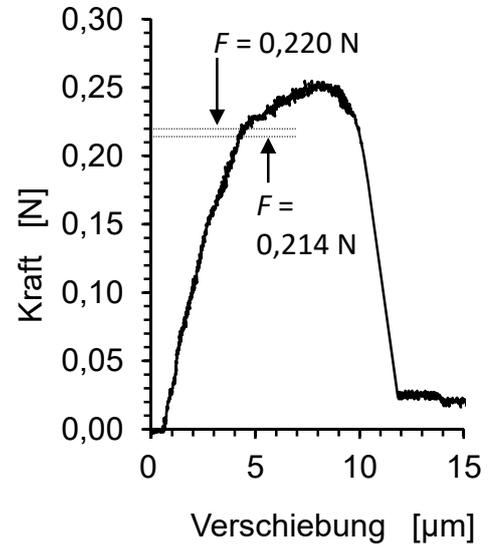


Abb. 6.8: Vergrößerungsdarstellung des Debondingbereichs von Abb. 6.7 zur Ermittlung von F_d

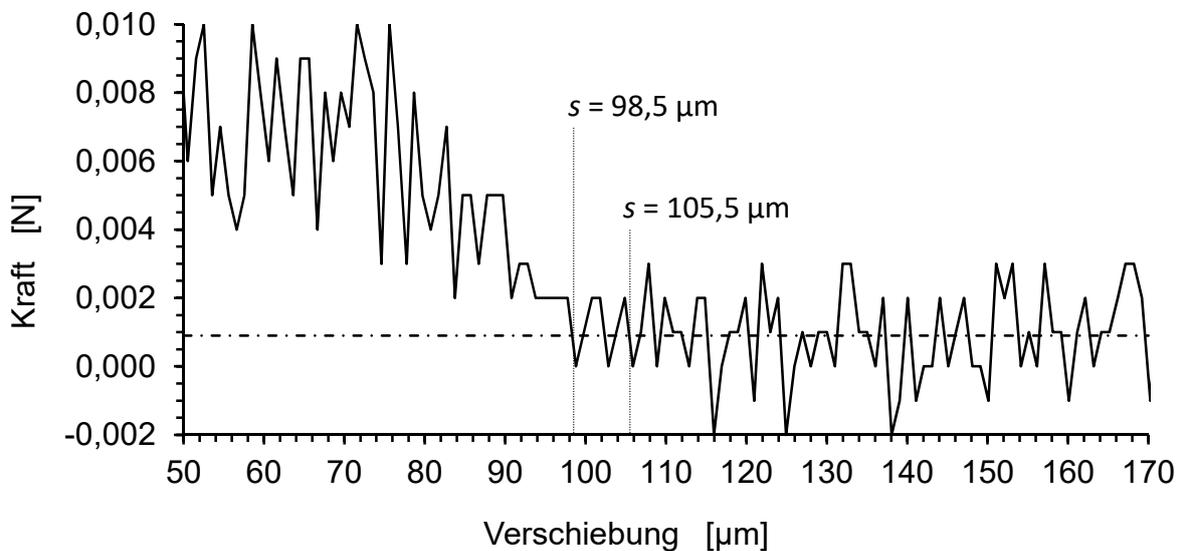


Abb. 6.9: Vergrößerungsdarstellung des Bereichs von Abb. 6.7 zur l_e -Ermittlung, in dem der reibbehaftete Faserauszug in einen reibfreien Abzug übergeht (die horizontale Strich-Punkt-Linie entspricht dem Kraft-Mittelwert zwischen 120 μm und 170 μm und wird als De-facto-Nullniveau angenommen)

6.2.2 Materialspezifische Eingangsdaten von Faser und Matrix

Vorbemerkungen

Tab. 6.5 zeigt eine Übersicht zu Auswirkungen von Störungen der materialspezifischen Eingangsdaten der Gruppe 2 (E_{fa} , E_m , α_{fa} , α_m , ν_{fa} , ν_m und ΔT ; vgl. Einleitung Kapitel 6) auf das

Endergebnis τ_d . Die dazu verwendeten ungestörten Referenzwerte der Größen E_{fa} , E_m , α_{fa} , α_m , ν_{fa} , ν_m und ΔT sind in Tab. 5.1 enthalten. Für die Eingangsgrößen l_e , d_f und F_d werden die ungestörten Referenzwerte aus Abschnitt 6.2.1 verwendet.

Für alle relativen Eingabefehler ϵ_i wird in Tab. 6.5 pauschal ein Wert von 0,1 angenommen. Am Beispiel von E_{fa} heißt das: Die Max- und Min-Werte (Definition s. Abschnitt 6.2.1) werden als das 1,05-fache bzw. das 0,95-fache des ungestörten Referenzwertes angenommen, konkret somit als 78750 MPa bzw. 71250 MPa. Daraus werden dann für die genannten EMV die gestörten Endergebnisse für τ_d berechnet und daraus wiederum die relativen Ausgabefehler $\epsilon_{\tau_d_i}$ und schließlich die Konditionszahlen K_i (Berechnung in Abschnitt 6.2.1 erläutert). Mit den übrigen sechs in Tab. 6.5 aufgeführten Eingangsgrößen wird zur Berechnung von $\epsilon_{\tau_d_i}$ und K_i in gleicher Weise verfahren, wie für E_{fa} beschrieben.

Da in dieser Tabelle im Vergleich zu Abschnitt 6.2.1 kleinere Zahlenwerte für $\epsilon_{\tau_d_i}$ und K_i auftreten, werden die Ergebnisse mit 4 Nachkommastellen angezeigt.

Ergebnisse

Wird der pauschal angenommene relative Eingabefehler von 0,1 auf 0,05 oder 0,2 geändert, so beeinflusst das die Konditionszahlen nur geringfügig. Bei der angewendeten Rundung auf 4 Nachkommastellen ist ein Unterschied zwischen den K_i -Werten für $\epsilon_i = 0,05$ und jenen für $\epsilon_i = 0,2$ nur bei 4 der 21 Konditionszahlen sichtbar: Bei den K -Werten für E_{fa} ist bei allen drei EMV eine Änderung ab der 3. Nachkommastelle sichtbar; bei dem K -Wert von EMV 13 für ν_m ab der 4. Nachkommastelle. Bei den übrigen 17 Konditionszahlen bleiben die Werte unverändert.

Die erste wesentliche Beobachtung bei der Durchsicht der Konditionszahlen ist, dass für alle in Tab. 6.5 aufgeführten Eingangsgrößen Fehlerdämpfung vorliegt. Die größten K_i -Werte treten bei den Zug-E-Moduln E_m und E_{fa} mit 0,29...0,32 bzw. 0,21...0,24 auf (vgl. Tab. 6.5 unten). Die K_i -Werte der übrigen fünf Eingangsgrößen sind alle $< 0,1$. Dabei rangieren die matrixabhängigen K_i -Werte für α_m , ΔT und ν_m zwischen 0,07...0,10, während die faserabhängigen K_i -Werte für α_{fa} und ν_{fa} sogar $< 0,01$ und somit knapp eine Größenordnung kleiner sind (für ν_{fa} noch kleiner). Damit geht einher, dass die Auswirkungen einer Störung von α_m , ΔT , ν_m , α_{fa} oder ν_{fa} mit den pauschal angenommenen $\epsilon_i = 0,1$ auf das Endergebnis τ_d jeweils $< 1\%$ sind ($\epsilon_{\tau_d_i} < 0,01$, vgl. Tab. 6.5 unten). Für α_{fa} wäre ein relativer Eingabefehler von ca. 1 erforderlich, um τ_d um bis zu 1% zu beeinflussen, für ν_{fa} sogar ein relativer Eingabefehler von 87.

Tab. 6.5: Ergebnisse zu Auswirkungen einer Störung von E_{fa} , E_m , α_{fa} , α_m , ν_{fa} , ν_m oder ΔT auf das Endergebnis τ_d anhand der SFPO-Messungen von EMV 1, EMV 13 und EMV 20; dargestellt in Form der relativen Eingabe- und Ausgabefehler sowie der Konditionszahlen

EMV- Bezeichnung	Gestörte Eingangsgröße	Rel. Eingabefehler ϵ_i^* [-]	Rel. Ausgabefehler $\epsilon_{\tau_d_i}^*$ [-]	Konditionszahl K_i^* [-]
EMV 1	E_{fa}	0,1	0,0237	0,2368
	E_m	0,1	0,0323	0,3235
	α_{fa}	0,1	0,0010	0,0097
	α_m	0,1	0,0097	0,0969
	ν_{fa}	0,1	<0,0001	0,0001
	ν_m	0,1	0,0085	0,0847
	ΔT	0,1	0,0087	0,0872
EMV 13	E_{fa}	0,1	0,0236	0,2358
	E_m	0,1	0,0315	0,3155
	α_{fa}	0,1	0,0009	0,0089
	α_m	0,1	0,0089	0,0891
	ν_{fa}	0,1	<0,0001	0,0001
	ν_m	0,1	0,0083	0,0825
	ΔT	0,1	0,0080	0,0802
EMV 20	E_{fa}	0,1	0,0208	0,2080
	E_m	0,1	0,0286	0,2857
	α_{fa}	0,1	0,0009	0,0087
	α_m	0,1	0,0087	0,0868
	ν_{fa}	0,1	<0,0001	0,0001
	ν_m	0,1	0,0075	0,0749
	ΔT	0,1	0,0078	0,0781
Zusammenfassung** (nach Größe der K_i -Werte geordnet)	E_m	0,1	0,0286...0,0323	0,2857...0,3235
	E_{fa}	0,1	0,0208...0,0237	0,2080...0,2368
	α_m	0,1	0,0087...0,0097	0,0868...0,0969
	ΔT	0,1	0,0078...0,0087	0,0781...0,0872
	ν_m	0,1	0,0075...0,0085	0,0749...0,0847
	α_{fa}	0,1	0,0009...0,0010	0,0087...0,0097
	ν_{fa}	0,1	< 0,0001	0,0001...0,0001

* der Index i steht für die jeweilige gestörte Eingangsgröße in der zweiten Spalte

** gibt eine zusammenfassende Übersicht für EMV 1, EMV 13 und EMV 20 bzgl. der Wertebereiche der Größen ϵ_i , $\epsilon_{\tau_d_i}$, K_i für die aufgeführten Eingangsgrößen

6.3 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Bei den vorliegenden Messergebnissen ist die Berechnung von τ_d (Gl. 2.3 bis Gl. 2.7) bei der Eingangsgröße d_f bezüglich Störungen am empfindlichsten: Von allen 10 untersuchten

Eingangsgrößen ist d_f die einzige, bei der Fehlerverstärkung auftritt. Die drei Eingangsgrößen d_f , F_d und l_e (Abschnitt 6.2.1) weisen mit ihren zugehörigen Wertebereichen $K_{df} (1,33...1,38) > K_{Fd} (0,91...0,92) > K_{le} (0,39...0,47)$ die größten Konditionszahlen auf. Dabei sind die vorliegenden Werte für K_{le} etwa halb so groß wie diejenigen für K_{Fd} . Die Konditionszahlen aller übrigen 7 Eingangsgrößen E_{fa} , E_m , α_{fa} , α_m , ν_{fa} , ν_m und ΔT (Abschnitt 6.2.2) sind kleiner – es liegt Fehlerdämpfung vor. Dabei weisen E_m und E_{fa} die größten K_i -Werte auf: Sie liegen im Bereich von 0,21 bis 0,32. Die K_i -Werte der übrigen fünf Eingangsgrößen sind alle $< 0,1$. Die kleinsten K_i -Werte und somit die stärkste Fehlerdämpfung sind für die faserabhängigen Eingangsgrößen α_{fa} und ν_{fa} mit knapp 0,01 und etwa 0,0001 festzustellen.

Aus der Störung welcher Eingangsgröße schließlich die stärksten relativen Ausgabefehler resultieren, hängt neben der Kondition ebenso von der Größe des relativen Eingabefehlers ab. Dieser Zusammenhang ist der Grund dafür, dass die Reihenfolge der Eingangsgrößen bezüglich der Größe ihrer K_i -Werte nicht derjenigen Reihenfolge entsprechen muss, die sich aus den korrespondierenden $\epsilon_{\tau d_i}$ -Werten ergibt: Zwar liegen für d_f neben den größten K_i -Werten auch die größten relativen Ausgabefehler vor ($0,074...0,083$). Die relativen Ausgabefehler für l_e und F_d bewegen sich jedoch in ähnlichen Wertebereichen ($0,02 < \epsilon_{\tau d_i} < 0,05$). Das ist darauf zurückzuführen, dass die Werte für K_{le} zwar etwa halb so groß wie diejenigen für K_{Fd} sind, die Eingabefehler für l_e jedoch etwa doppelt so groß sind.

Inwiefern die 3 matrixabhängigen Eingangsgrößen α_m , ΔT und ν_m mit Werten von $0,07 < K_i < 0,1$ bei einer Störung das Endergebnis τ_d in nennenswerter Weise beeinflussen, hängt von der Größe der relativen Eingabefehler ab. Bei dem angenommenen Wert von $\epsilon_i = 0,1$ liegen die resultierenden relativen Ausgabefehler jeweils bei $< 1\%$ ($\epsilon_{\tau d_i} < 0,01$). Für eine genauere Beantwortung dieser Frage sind weitere Untersuchungen zur Abschätzung der tatsächlichen Eingabefehler erforderlich.

Für eine Störung von ν_{fa} kann de facto keinerlei Einfluss auf das Endergebnis τ_d gezeigt werden: Anhand der vorliegenden Ergebnisse wäre ein relativer Eingabefehler von ca. 87 erforderlich, um das Endergebnis τ_d um 1% zu beeinflussen. Für α_{fa} wäre dazu ein relativer Eingabefehler > 1 erforderlich. Somit ist nach ν_{fa} der Einfluss einer Störung von α_{fa} am ehesten vernachlässigbar.

Die Untersuchungen am Beispiel der drei EMV erlauben eine Abschätzung für die vorliegende Messreihe, welche Eingangsgrößen sich stark und welche sich nur geringfügig auf das Endergebnis auswirken. Für eine allgemeinere Aussage sind umfangreichere Untersuchungen mit verschiedenen Materialkombinationen von Interesse.

7 Zusammenfassung, Schlussfolgerung, Ausblick

7.1 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Im wissenschaftlichen Kenntnisstand werden die Einflussgrößen i) Härtungsdauer, ii) Feuchtigkeit, iii) freie Faserlänge und iv) Abzugsgeschwindigkeit als Untersuchungsgegenstände dieser Arbeit erarbeitet. Ferner werden auf Basis der Literatur Schlussfolgerungen für die experimentellen Untersuchungen hinsichtlich Materialpaarungen und Versuchsbedingungen gezogen. In den nachfolgenden Absätzen werden die Erkenntnisse und Schlussfolgerungen aus den Untersuchungen zu den Einflussgrößen i) bis iv) sowie zum Einfluss von Störungen von Eingangsdaten jeweils zusammengefasst.

Härtungsdauer: Zur Auswertung der SFFT-Ergebnisse wird als quantitatives Maß für die Faser-Matrix-Haftung der Kehrwert des kritischen Aspektverhältnisses verwendet (ein Anstieg dieses Kehrwertes bedeutet einen Anstieg der scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeit). Für die genannten Kehrwerte wird mit zunehmender Härtungsdauer bei Raumtemperatur ein degressiver Anstieg beobachtet. Ein vergleichbares Verhalten weisen auch die Zug-E-Moduln der EMV auf. Die Ergebnisse belegen eine ausgeprägte Abhängigkeit der kritischen Aspektverhältnisse von den Zug-E-Moduln der EMV. Aus ergänzenden rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen resultiert, dass die raue Struktur der PZT-Faseroberflächen für einen stark ausgeprägten Formschluss sorgt. Das steht in Einklang mit der ausgeprägten Abhängigkeit der kritischen Aspektverhältnisse von den Zug-E-Moduln der EMV. Zusammen mit den SFFT-Ergebnissen legen die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen ferner nahe, dass keine chemischen, sondern physikalische Wechselwirkungen für ein Mindestmaß an Kraftschluss zwischen Faser und Matrix sorgen.

Der degressive Anstieg der Kehrwerte der kritischen Aspektverhältnisse entspricht den im wissenschaftlichen Kenntnisstand formulierten Erwartungen: Ein vergleichbarer Anstieg wird auch bei scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeiten publizierter SFPO-Ergebnisse beobachtet. Teilweise wird bei diesen SFPO-Ergebnissen jedoch zudem von einem Abfall der Werte nach Durchlaufen eines Maximums berichtet. Dieser Abfall wird in der Literatur durch eine konstruktive Überlagerung von Prüfkraft-induzierten Grenzflächenscherspannungen mit herstellungsbedingten Eigenspannungen erklärt. Bei den SFFT-Ergebnissen wird dieser Abfall nicht festgestellt. Das entspricht der ebenfalls formulierten Erwartung, dass die erläuterte Spannungsüberlagerung beim SFFT prinzipbedingt destruktiv sein sollte. Stattdessen enthalten die SFFT-Ergebnisse Hinweise auf Eigenspannungen, die zu einem wegverzögerten Einsetzen des Fragmentierungsprozesses führen. Das steht in Einklang mit der genannten destruktiven Spannungsüberlagerung.

Feuchtigkeit: Die Untersuchungen zum Feuchtigkeitseinfluss bei 1-monatiger Konditionierung der Kohlenstoffaser/Epoxidharz-EMV in feuchtem (50 %rF, 23 °C) bzw. trockenem Klima (0 %rF, 23 °C) lassen den Schluss auf unterschiedliches mechanisches Verhalten zu. Die lokalen Grenzflächenscherfestigkeiten zeigen erwartungsgemäß einen abfallenden Trend durch feuchte Konditionierung (feuchtebedingte Matrixplastifizierung). Die mittleren Reibungsspannungen der feucht konditionierten EMV weisen auf eine abgeschwächte Reibung während des reibbehafteten Auszugs hin. Sie können mit einer Erhöhung der Grenzflächenfeuchtigkeit durch Kapillartransport erklärt werden. Beobachtete niedrigere Steigungen in den Kraft-Verschiebungs-Kurven dieser EMV während des stabilen Risswachstums können auf die überlagerten Auswirkungen der Matrixplastifizierung und der Grenzflächenfeuchtigkeit zurückgeführt werden. Die Ergebnisse bestätigen, dass die Luftfeuchtigkeit auch bei moderaten klimatischen Bedingungen eine ernstzunehmende Einflussgröße darstellt. Daraus wird geschlussfolgert, dass – wie i.A. bei mechanischen Prüfungen – so insbesondere auch beim SFPO eine schwankende Luftfeuchtigkeit in nicht klimatisierten Laboren als wichtiger potentieller Störfaktor zu beachten ist.

Prüfparameter freie Faserlänge und Abzugsgeschwindigkeit: Auf Basis des Hooke'schen Gesetzes wird gezeigt, dass sowohl die freie Faserlänge als auch die Abzugsgeschwindigkeit einen Einfluss auf die Änderungsrate der Grenzflächenscherspannung haben. Ferner ist anhand publizierter Ergebnisse im wissenschaftlichen Kenntnisstand ein Einfluss der genannten Änderungsrate auf die scheinbare Grenzflächenscherfestigkeit beobachtbar. Durch die Kombination beider Feststellungen wird belegt, dass die im wissenschaftlichen Kenntnisstand formulierte Erwartung eines Einflusses der freien Faserlänge auf die scheinbare Grenzflächenscherfestigkeit korrekt ist. Die Existenz dieses Einflusses wird ergänzend durch die Herstellung eines Gleichungszusammenhangs zwischen diesen beiden Größen gestützt (s. Gl. 5.6, S. 102). Des Weiteren sind die Prüfungsergebnisse Grund zur Annahme, dass die o.g. Erwartung korrekt ist: Mit sinkender freier Faserlänge und steigender Abzugsgeschwindigkeit steigen jeweils die mittleren scheinbaren Grenzflächenscherfestigkeiten der Messreihen.

Aufgrund der hohen Nachgiebigkeiten der freien Faserlängen 2 mm und 6 mm sowie einer gerätetechnisch begrenzten Abtastrate liegen lediglich für zwei der fünf Messreihen belastbare lokale Grenzflächenscherfestigkeiten vor: Für die Messreihen mit minimierter freier Faserlänge und den Geschwindigkeiten 0,01 $\mu\text{m/s}$ und 0,1 $\mu\text{m/s}$ betragen die Mittelwerte und Standardabweichungen $52,7 \pm 1,1$ MPa bzw. $55,5 \pm 1,8$ MPa. Der zweite Mittelwert ist geringfügig größer als der erste (erwartungsgemäß), ihre Standardfehler überlappen jedoch. Ein Einfluss der Abzugsgeschwindigkeit auf die lokale Grenzflächenscherfestigkeit kann anhand dieser beiden Messreihen nicht belegt werden.

Zudem zeigen sie hinsichtlich der Detektierbarkeit charakteristischer Messgrößen (Kräfte und Einbettlängen) keine Unterschiede. Daraus wird geschlussfolgert, dass eine Erhöhung der Abzugsgeschwindigkeit von $0,01 \mu\text{m/s}$ auf $0,1 \mu\text{m/s}$ zur Reduzierung der SFPO-Versuchsdauer vertretbar ist (bei vergleichbaren Prüfeinrichtungs- und Prüfkörpernachgiebigkeiten). Bei den durchgeführten Messreihen führt dies zu einer Reduzierung der Versuchsdauer von 30 - 45 min auf 6 - 8 min.

Störung von Eingangsdaten: Die Untersuchungen zum Einfluss von Störungen von Eingangsdaten auf die lokale Grenzflächenscherfestigkeit erfolgen anhand von SFPO-Messergebnissen aus den diskutierten Untersuchungen zum Einfluss der Prüfparameter. Es ist hervorzuheben, dass die Berechnung der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit bzgl. Störungen des Faserdurchmessers am empfindlichsten ist: Von allen 10 Eingangsgrößen ist diese die einzige mit fehlerverstärkender Wirkung. Die Konditionszahlen (Fehlerverstärkungsfaktoren) der drei Eingangsgrößen Faserdurchmesser, Debondingkraft und Einbettlänge sind am höchsten. Sie liegen in den Wertebereichen 1,3...1,4, ca. 0,9 und 0,3...0,5. Die Konditionszahlen aller übrigen Eingangsgrößen sind kleiner. Die stärkste Fehlerdämpfung liegt für den Wärmeausdehnungskoeffizienten und das Poisson-Verhältnis der Faser mit knapp 0,01 und etwa 0,0001 vor.

Wie stark der resultierende relative Ausgabefehler jeweils ist, hängt neben der Konditionszahl von dem relativen Eingabefehler ab. Für den Faserdurchmesser ergeben sich die größten Ausgabefehler (0,07...0,09). Aufgrund eines vergleichsweise hohen relativen Eingabefehlers bei der Einbettlänge liegen die relativen Ausgabefehler von Debondingkraft und Einbettlänge in ähnlichen Wertebereichen zwischen 0,02 und 0,05. Für den Wärmeausdehnungskoeffizient der Faser wäre ein relativer Eingabefehler > 1 erforderlich, um das Endergebnis um 1 % zu beeinflussen. Das Poisson-Verhältnis der Faser müsste dafür mit einem relativen Eingabefehler von ca. 87 gestört werden und zeigt somit de facto keinen Einfluss.

Insgesamt wird geschlussfolgert:

Die vorliegende Arbeit eignet sich als methodisches Vorbild für weitere Untersuchungen an anderen Faser/Matrix-Kombinationen. Ferner leistet sie einen Beitrag zur Erhöhung der Auslegungssicherheit/-genauigkeit für FKV-Bauteile auf Basis von Daten mikromechanischer Untersuchungen und ist so von genereller Bedeutung für die Optimierung von FKV.

7.2 Ausblick

Bei den SFPO-Untersuchungen dieser Arbeit werden größere Streuungen der Ergebnisse und zwischen Messreihen teilweise Überlagerungen der Standardfehlerbereiche beobachtet. Zur

Reduzierung dieser Streuung sind mögliche weitere Schritte, den Faserdurchmesser und die Einbettlänge genauer zu kontrollieren: a) durch Vorauswahl von Fasern bestimmten Durchmessers zur Herstellung von EMV und b) durch Verwendung von Messergebnissen ausschließlich solcher EMV, deren Einbettlängen in einem festgelegten Bereich liegen. Diese Maßnahmen können zu einer weiteren Verdeutlichung der Auswirkungen der jeweiligen variierten Einflussgröße beitragen. Einen weiteren Beitrag dazu kann eine Variation der jeweiligen Einflussgröße in noch weiteren Grenzen leisten.

Die Ergebnisse zum Einfluss von Störungen von Eingangsdaten auf die lokale Grenzflächenscherfestigkeit basieren auf Messungen an E-Glasfaser/Epoxidharz-EMV und erlauben eine Abschätzung verschiedener Einflüsse. Für allgemeinere Aussagen über diese Faser/Matrix-Kombination (und die zugrunde liegenden EMV-Abmaße) hinaus sind umfangreichere Untersuchungen an verschiedenen Faser/Matrix-Kombinationen von Interesse. Als möglicher nächster Schritt für die SFPO-Praxis erscheint insbesondere sinnvoll, Möglichkeiten zur präziseren Bestimmung des Faserdurchmessers als Eingangsgröße mit dem größten resultierenden Ausgabefehler zu prüfen, bspw. durch Mehrfachbestimmung (dieser Punkt ist ebenso für die vorher diskutierte Reduzierung der Streuung anwendbar).

8 Abkürzungen und Formelzeichen

8.1 Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
AF	Aramidfasern
CF	Kohlenstofffaser (engl. <i>carbon fibre</i>)
DGEBA	Bisphenol-A-diglycidylether (oder Diglycidylether von Bisphenol A)
EP	Epoxidharz
EMV	Einzelfaser-Modellverbund
FMH	Faser-Matrix-Haftung
GF	Glasfaser
MR	Messreihe
MW	Mittelwert
PZT	Blei-Zirkonat-Titanat (PZT; mit <i>plumbum</i> lat. für Blei)
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RSD	relative Standardabweichung (engl. <i>relative standard deviation</i>)
RT	Raumtemperatur
SD	Standardabweichung (engl. <i>standard deviation</i>)
SE	Standardfehler (engl. <i>standard error</i>)
SFFT	Einzelfaserfragmentierungsversuch (engl. <i>single-fibre fragmentation test</i>)
SFPO	Einzelfaserauszugversuch (engl. <i>single-fibre pull-out test</i>)
UP	Ungesättigtes Polyesterharz

8.2 Formelzeichen

Formelzeichen	Einheit	Bedeutung
A	$[\text{mm}^2]$	Kontaktfläche zwischen Faser und Matrix
$A_{\text{Faserquerschnitt}}$	$[\text{mm}^2]$	Querschnittsfläche der Faser
$A(x)$	(verschieden)	Numerische Aufgabe
α_{fa}	$[10^{-6}/\text{K}]$	Wärmeausdehnungskoeffizient Faser, axial
α_m	$[10^{-6}/\text{K}]$	Wärmeausdehnungskoeffizient Matrix
C_1	$[\text{MPa}]$	Konstante (Ordinatenabschnitt)
C_2	$[\text{MPa}]$	Konstante (Steigung)

d_f	[μm]	Faserdurchmesser
$\delta_{Apparatur}$	[mm/N]	Nachgiebigkeit der Apparatur
δ_{EMV}	[mm/N]	Nachgiebigkeit des EMV (ohne freien Faserabschnitt)
δ_{ges}	[mm/N]	Nachgiebigkeit des Gesamtsystems aus Prüfeinrichtung und EMV
$\delta_{Klebung}$	[mm/N]	Nachgiebigkeit der Klebeverbindung
δ_{lfrei}	[mm/N]	Nachgiebigkeit des freien Faserabschnitts
$\dot{\Delta}s$	[$\mu\text{m/s}$]	Verschiebung pro Zeit
Δt	[min] (o.ä.)	Zeitdifferenz zwischen Versuchsbeginn und Erreichen von F_{max} (SFPO)
Δt_{H_RT}	[d]	Härtungsdauer der EMV bei RT
ΔT	[K]	Differenz zwischen spannungsfreier Temperatur und Prüftemperatur
Δx	[mm]	Längenänderung eines SFFT-EMV während der Prüfung
Δx	(verschieden)	Absoluter Fehler der Eingabe (Eingangsgröße)
Δy	(verschieden)	Absoluter Fehler der Ausgabe (Endergebnis)
E_{fa}	[MPa]	Zug-E-Modul Faser, axial
E_{GF}	[MPa]	Zug-E-Modul der Glasfaser
E_m	[MPa]	Zug-E-Modul Matrix
ϵ_{df}	[-]	Relativer Eingabefehler von d_f
ϵ_{Fd}	[-]	Relativer Eingabefehler von F_d
ϵ_{le}	[-]	Relativer Eingabefehler von l_e
$\epsilon_{\tau_d_df}$	[-]	Relativer Ausgabefehler bei τ_d , verursacht durch ϵ_{df}
$\epsilon_{\tau_d_Fd}$	[-]	Relativer Ausgabefehler bei τ_d , verursacht durch ϵ_{Fd}
$\epsilon_{\tau_d_le}$	[-]	Relativer Ausgabefehler bei τ_d , verursacht durch ϵ_{le}
ϵ_x	[-]	Relativer Fehler der Eingabe (Eingangsgröße)
ϵ_y	[-]	Relativer Fehler der Ausgabe (Endergebnis)
\dot{F}	[N/s]	Änderungsrate der externen Prüfkraft
F_b	[N]	Kraft nach vollständiger Ablösung/vollständigem Bruch (beim SFPO)
F_d	[N]	Debondingkraft
$F_{d\ max}$	[N]	Oberer Grenzwert der Debondingkraft
$F_{d\ min}$	[N]	Unterer Grenzwert der Debondingkraft
F_f	[N]	Reibkraft nach vollständiger Ablösung (beim Tropfenabscherversuch)
$F_{Festigkeitsgrenze}$	[N]	Zugkraft bei Erreichen der Zugfestigkeit $\sigma_{f\ max}(l_c)$ einer Faser mit der Länge l_c

$F_{Lasteintrag}$	[N]	Durch Grenzflächenscherspannung (τ_{app}) in einer Faser mit Länge l_c aufgebaute Zugkraft
F_{max}	[N]	Maximalkraft
G_{fa}	[MPa]	Schermodul Faser, axial
G_m	[MPa]	Schermodul Matrix
k_{ges}	[N/mm]	Federkonstante des Gesamtsystems aus Prüfeinrichtung und EMV
l_a	[μm]	Mittlere Fragmentlänge bei EMV-Bruch bei Sättigung
l_a^*	[μm]	Mittlere Fragmentlänge bei EMV-Bruch vor Sättigung
l_c	[μm]	Kritische Länge
l_c^*	[μm]	Wert zur Abschätzung von l_c ($\leq l_c^*$) bei EMV-Bruch vor Sättigung
l_e	[μm]	Einbettlänge
l_{frei}	[μm]	Freie Faserlänge
n	[-]	Anzahl der Einzelmessungen
n_B	[-]	Kumulative Bruchanzahl
ν_{fa}	[-]	Poisson-Verhältnis Faser, axial
ν_m	[-]	Poisson-Verhältnis Matrix
R	[mm]	Radius des Matrixtropfens
r	[-]	Korrelationskoeffizient (nach Pearson)
s	[mm]	Verschiebung (s. SFPO)
σ_{fmax}	[MPa]	Zugfestigkeit einer Faser
t_c	[h] oder [d]	Härtungsdauer
T_g	[$^{\circ}\text{C}$]	Glasübergangstemperatur
$\dot{\tau}$	[MPa/s]	Änderungsrate der Grenzflächenscherspannung
τ_{app}	[MPa]	Scheinbare Grenzflächenscherfestigkeit
τ_d	[MPa]	Lokale Grenzflächenscherfestigkeit
τ_f	[MPa]	Mittlere Reibungsspannung
ν_{Abzug}	[$\mu\text{m/s}$]	Abzugsgeschwindigkeit (s. SFPO)
V_f	[-]	Faservolumenanteil im Verbund
V_m	[-]	Matrixvolumenanteil im Verbund
x	(verschieden)	Eingabe (Eingangsgröße)
y	(verschieden)	Ausgabe (Endergebnis)

9 Literatur

- [1] SOUTIS, C.: Introduction: engineering requirements for aerospace composite materials. In: Irving, P.E. (Hrsg.); Soutis, C. (Hrsg.): *Polymer Composites in the Aerospace Industry*. Amsterdam: Elsevier Science, 2015
- [2] MALLICK, P.K.: *Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design*. 3. Auflage. Boca Raton: CRC Press, 2007
- [3] FRÖHLICH, K.: M-Modelle mit Elektro-Boost: Chefentwickler verrät BMW-Pläne. Interview durch GOMOLL, W. In: *FOCUS Online* (13.01.2017). URL: http://www.focus.de/auto/elektroauto/interview-mit-bmw-entwicklungsvorstand-der-weg-zur-e-mobilitaet-ist-ein-marathon_id_6487424.html, 03.09.2017
- [4] LÖH, D.: Leichtbau mit Kunststoff-Materialverbänden: Trendscout FVKs: Material, Verarbeitung, Prüfung. *Plastverarbeiter* (19.02.2016). URL: <http://www.plastverarbeiter.de/56839/trendscout-faserverbundkunststoffe-material-verarbeitung-pruefung/#>, 03.09.2017
- [5] WITTEN, E.; KRAUS, T.; KÜHNEL, M.: *Composites-Marktbericht 2016: Marktentwicklungen, Trends, Ausblicke und Herausforderungen*. AVK - Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e.V., Carbon Composites e.V., 2016
- [6] DRZAL, L.T.; HERRERA-FRANCO, P.; HO, H.: Fiber-Matrix Interface Tests. In: Kelly, A. (Hrsg.); Zweben, C. (Hrsg.): *Comprehensive Composite Materials: Test Methods, Nondestructive Evaluation, and Smart Materials*. Oxford: Pergamon, 2000
- [7] GORBATKINA, Y.A.: *Adhesive strength in fibre-polymer systems*. Chichester: Ellis Horwood, 1992
- [8] GORBATKINA, Y.A.; GORBUNOVA, I.Y.; KERBER, M.L.: Change of adhesion properties of epoxy oligomer modified by polyarylene ether ketone in the process of curing. *Polymer Science Series D* 4 (2011) 2, S. 95-101
- [9] DRZAL, L.T.; RICH, M.J.; KOENIG, M.F.: Adhesion of Graphite Fibers to Epoxy Matrices. III. The Effect of Hygrothermal Exposure. *The Journal of Adhesion* 18 (1985) 1, S. 49-72
- [10] CAUICH-CUPUL, J.I.; PÉREZ-PACHECO, E.; VALADEZ-GONZÁLEZ, A.; HERRERA-FRANCO, P.J.: Effect of moisture absorption on the micromechanical behavior of carbon fiber/epoxy matrix composites. *Journal of Materials Science* 46 (2011) 20, S. 6664-6672
- [11] ADAMOW, K.: *Einfluss von Wasser auf die Kohlenstofffaser/Epoxid-Polymermatrix Wechselwirkung*. Universität Bremen, Dissertation, 2014

- [12] PIGGOTT, M.R.; CHUA, P.S.: Recent Studies of the Glass-Fiber Polymer Interphase. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 26 (1987) 4, S. 672-677
- [13] HAMPE, A.; MAROTZKE, C.: The Energy Release Rate of the Fiber/Polymer Matrix Interface: Measurement and Theoretical Analysis. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 16 (1997) 4, S. 341-352
- [14] GORBATKINA, Y.A.; IVANOVA-MUMZHIEVA, V.G.; GORENBERG, A.Y.: Adhesive strength of bonds of polymers with carbon fibres at different loading rates. *Fibre Chemistry* 31 (1999) 5, S. 405-409
- [15] MORLIN, B.; VAS, L.M.; CZIGANY, T.: Investigation of fiber/matrix adhesion: test speed and specimen shape effects in the cylinder test. *Journal of Materials Science* 48 (2013) 8, S. 3185-3191
- [16] KIM, J.-K.; MAI, Y.-W.: *Engineered interfaces in fiber reinforced composites*. Amsterdam: Elsevier Science, 1998
- [17] RICHTER, D.I.: *Oberflächencharakterisierung von aliphatischen Polyamiden zur Bewertung adhäsiver Wechselwirkungen in carbonfaserverstärkten Verbunden*. Technische Universität Berlin, Dissertation, 2004
- [18] SHARPE, L.H.: The Interphase in Adhesion. *The Journal of Adhesion* 4 (1972) 1, S. 51-64
- [19] DRZAL, L.T.; RICH, M.J.; LLOYD, P.F.: Adhesion of Graphite Fibers to Epoxy Matrices: I. The Role of Fiber Surface Treatment. *The Journal of Adhesion* 16 (1983) 1, S. 1-30
- [20] MÄDER, E.: *Grenzflächen, Grenzschichten und mechanische Eigenschaften faserverstärkter Polymerwerkstoffe*. Technische Universität Dresden, Habilitationsschrift, 2001
- [21] JESSON, D.A.; WATTS, J.F.: The Interface and Interphase in Polymer Matrix Composites: Effect on Mechanical Properties and Methods for Identification. *Polymer Reviews* 52 (2012) 3, S. 321-354
- [22] KARGER-KOCSIS, J.; MAHMOOD, H.; PEGORETTI, A.: Recent advances in fiber/matrix interphase engineering for polymer composites. *Progress in Materials Science* 73 (2015), S. 1-43
- [23] FINK, B.K.; MCCULLOUGH, R.L.: Interphase research issues. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 30 (1999) 1, S. 1-2
- [24] DRZAL, L.T.: The interphase in epoxy composites. In: Dušek, K. (Hrsg.): *Epoxy Resins and Composites II*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 1986

- [25] PANGELINAN, A.B.; MCCULLOUGH, R.L.; KELLEY, M.J.: Fiber-Matrix Interactions in Thermoplastic Composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 7 (1994) 3, S. 192-207
- [26] POMPE, G.; MÄDER, E.: Experimental detection of a transcrystalline interphase in glass-fibre/polypropylene composites. *Composites Science and Technology* 60 (2000) 11, S. 2159-2167
- [27] BESSELL, T.; SHORTALL, J.B.: The crystallization and interfacial bond strength of nylon 6 at carbon and glass fibre surfaces. *Journal of Materials Science* 10 (1975) 12, S. 2035-2043
- [28] SCHULTZ, J.; NARDIN, M.: Some Physico-Chemical Aspects of the Fibre-Matrix Interphase in Composite Materials. *The Journal of Adhesion* 45 (1994) 1-4, S. 59-71
- [29] HEINRICH, G.; KLÜPPEL, M.; VILGIS, T.A.: Reinforcement of elastomers. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 6 (2002) 3, S. 195-203
- [30] HEINRICH, G.; KLÜPPEL, H.: The role of polymer-filler interphase in reinforcement of elastomers. *Kautschuk Gummi Kunststoffstoffe* 57 (2004) 9, S. 452-454
- [31] GOUDARZI, T.; SPRING, D.W.; PAULINO, G.H.; LOPEZ-PAMIES, O.: Filled elastomers: A theory of filler reinforcement based on hydrodynamic and interphasial effects. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 80 (2015) Supplement C, S. 37-67
- [32] GAO, S.-L.; MÄDER, E.: Characterisation of interphase nanoscale property variations in glass fibre reinforced polypropylene and epoxy resin composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 33 (2002) 4, S. 559-576
- [33] PIZZI, A. (HRSG.); MITTAL, K.L. (Hrsg.): *Handbook of Adhesive Technology, Revised and Expanded*. 2. Auflage. New York: Marcel Dekker, 2003
- [34] PACKHAM, D.E. (Hrsg.): *Handbook of Adhesion*. 2. Auflage. Chichester: John Wiley & Sons, 2005
- [35] KINLOCH, A.J.: *Adhesion and Adhesives*. London: Chapman and Hall, 1987
- [36] HABENICHT, G.: *Kleben: Grundlagen, Technologien, Anwendungen*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2009
- [37] EHRBURGER, P.; DONNET, J.B.; UBBELOHDE, A.R.; JOHNSON, J.W.; RICHARDSON, M.O.W.; SCOTT, R.A.M.: Interface in Composite Materials. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences* 294 (1980) 1411, S. 495-505

- [38] National Research Council: *High-Performance Structural Fibers for Advanced Polymer Matrix Composites*. Washington, D.C.: The National Academies Press, 2005
- [39] TRAN, L.Q.N.; FUENTES, C.A.; VERPOEST, I.; VAN VUURE, A.W.: Interfacial Compatibility and Adhesion in Natural Fiber Composites. In: Campilho, R.D.S.G. (Hrsg.): *Natural Fiber Composites*. Boca Raton: CRC Press, 2015
- [40] DA SILVA, L.F.M.; ÖCHSNER, A.; ADAMS, R.D.: *Handbook of Adhesion Technology*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2011
- [41] NARDIN, M.; SCHULTZ, J.: Interactions and Properties of Composites : b) Adhesion-Composites Properties Relationships. In: Akovali, G. (Hrsg.): *The Interfacial Interactions in Polymeric Composites*. Dordrecht: Springer Netherlands, 1993
- [42] POCIUS, A.V.: *Adhesion and Adhesives Technology: An Introduction*. 3. Auflage. München: Hanser Verlag, 2012
- [43] MITTAL, K.: Adhesion measurement of thin films. *Active and Passive Electronic Components* 3 (1976) 1, S. 21-42
- [44] MITTAL, K.L.: Adhesion measurement of films and coatings: a commentary. *Proceedings of the International Symposium on Adhesion Measurement of Films and Coatings*. Boston, Massachusetts, USA, 1992
- [45] DUTSCHK, V.: *Oberflächenkräfte und ihr Beitrag zu Adhäsion und Haftung in glasfaserverstärkten Thermoplasten*. Technische Universität Dresden, Dissertation, 2000
- [46] DUTSCHK, V.; PISANOVA, E.; ZHANDAROV, S.; LAUKE, B.: “Fundamental” and “practical” adhesion in polymer-fiber systems. *Mechanics of Composite Materials* 34 (1998) 4, S. 309-320
- [47] HERRERA-FRANCO, P.J.; DRZAL, L.T.: Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites. *Composites* 23 (1992) 1, S. 2-27
- [48] DRZAL, L.T.; HERRERA-FRANCO, P.J.: Measurement methods for fiber-matrix adhesion in composite materials. In: Dillard, D.A. (Hrsg.); Pocius, A.V. (Hrsg.): *The Mechanics of Adhesion*. Amsterdam: Elsevier Science, 2002
- [49] KOYANAGI, J.; OGIHARA, S.; NAKATANI, H.; OKABE, T.; YONEYAMA, S.: Mechanical properties of fiber/matrix interface in polymer matrix composites. *Advanced Composite Materials* 23 (2014) 5-6, S. 551-570
- [50] NARKIS, M.; CHEN, E.J.H.; PIPES, R.B.: Review of Methods for Characterization of Interfacial Fiber-Matrix Interactions. *Polymer Composites* 9 (1988) 4, S. 245-251

- [51] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: Characterization of fiber/matrix interface strength: applicability of different tests, approaches and parameters. *Composites Science and Technology* 65 (2005) 1, S. 149-160
- [52] ADAMS, D.: Fiber-matrix interfacial bond test methods. *CompositesWorld* (01.01.2011). URL: <http://www.compositesworld.com/articles/fiber-matrix-interfacial-bond-test-methods>, 03.09.2017
- [53] PITKETHLY, M.J.; FAVRE, J.P.; GAUR, U.; JAKUBOWSKI, J.; MUDRICH, S.F.; CALDWELL, D.L.; DRZAL, L.T.; NARDIN, M.; WAGNER, H.D.; DI LANDRO, L.: A round-robin programme on interfacial test methods. *Composites Science and Technology* 48 (1993) 1, S. 205-214
- [54] DRZAL, L.T.; MADHUKAR, M.: Fibre-matrix adhesion and its relationship to composite mechanical properties. *Journal of Materials Science* 28 (1993) 3, S. 569-610
- [55] GRELLMANN, W.; SEIDLER, S. (Hrsg.): *Kunststoffprüfung*. München: Hanser Verlag, 2015
- [56] MOOSBURGER-WILL, J.; MÜLLER, W.M.G.; J. JÄGER, M.; SAUSE, M.G.R.; HORN, S.: Investigation of Fiber-Matrix Interaction by Single-Fiber Push-Out Tests: Influence of plastic Matrix Deformation. *Future Matrix Polymers for Fiber-Reinforced Composites – 1st Meeting of CCEV working groups „Fiber-Matrix-Adhesion“ and „Matrices“ at the European Polymer Federation Congress 2015*. Dresden, 2015
- [57] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: An alternative method of determining the local interfacial shear strength from force–displacement curves in the pull-out and microbond tests. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 55 (2014), S. 37-42
- [58] MÄDER, E.; GRUNDKE, K.; JACOBASCH, H.J.; WACHINGER, G.: Surface, interphase and composite property relations in fibre-reinforced polymers. *Composites* 25 (1994) 7, S. 739-744
- [59] SCHEFFLER, C.; ZHANDAROV, S.; JENSCHKE, W.; MÄDER, E.: Poly (vinyl alcohol) fiber reinforced concrete: investigation of strain rate dependent interphase behavior with single fiber pullout test under quasi-static and high rate loading. *Journal of Adhesion Science and Technology* 27 (2013) 4, S. 385-402
- [60] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: Determining the interfacial toughness from force–displacement curves in the pull-out and microbond tests using the alternative method. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 65 (2016), S. 11-18
- [61] HAMPE, A.; KALINKA, G.; MERETZ, S.; SCHULZ, E.: An advanced equipment for single-fibre pull-out test designed to monitor the fracture process. *Composites* 26 (1995) 1, S. 40-46

- [62] QIAN, H.; BISMARCK, A.; GREENHALGH, E.S.; KALINKA, G.; SHAFFER, M.S.P.: Hierarchical Composites Reinforced with Carbon Nanotube Grafted Fibers: The Potential Assessed at the Single Fiber Level. *Chemistry of Materials* 20 (2008) 5, S. 1862-1869
- [63] ZHANDAROV, S.; PISANOVA, E.; LAUKE, B.: Is there any contradiction between the stress and energy failure criteria in micromechanical tests? Part I. Crack initiation: stress-controlled or energy-controlled? *Composite Interfaces* 5 (1998) 5, S. 387-404
- [64] NAYFEH, A.H.: Thermomechanically induced interfacial stresses in fibrous composites. *Fibre Science and Technology* 10 (1977) 3, S. 195-209
- [65] ZHANDAROV, S.F.; MADER, E.; YURKEVICH, O.R.: Indirect estimation of fiber/polymer bond strength and interfacial friction from maximum load values recorded in the microbond and pull-out tests. Part 1: local bond strength. *Journal of Adhesion Science and Technology* 16 (2002) 9, S. 1171-1200
- [66] ZHANDAROV, S.F.; PISANOVA, E.V.: The local bond strength and its determination by fragmentation and pull-out tests. *Composites Science and Technology* 57 (1997) 8, S. 957-964
- [67] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: Indirect estimation of fiber/polymer bond strength and interfacial friction from maximum load values recorded in the microbond and pull-out tests. Part II: Critical energy release rate. *Journal of Adhesion Science and Technology* 17 (2003) 7, S. 967-980
- [68] MILLER, B.; MURI, P.; REBENFELD, L.: A microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface. *Composites Science and Technology* 28 (1987) 1, S. 17-32
- [69] WAGNER, H.D.; GALLIS, H.E.; WIESEL, E.: Study of the interface in Kevlar 49-epoxy composites by means of microbond and fragmentation tests: effects of materials and testing variables. *Journal of Materials Science* 28 (1993) 8, S. 2238-2244
- [70] JONES, F.R.: Interfacial Analysis in Fiber Composite Materials. In: Nicolais, L. (Hrsg.); Borzacchiello, A. (Hrsg.): *Wiley Encyclopedia of Composites*. 2. Auflage. Hoboken: John Wiley & Sons, 2011
- [71] CHOI, N.-S.; PARK, J.-E.; KANG, S.-K.: Quasi-Disk Type Microbond Pull-Out Test for Evaluating Fiber/Matrix Adhesion in Composites. *Journal of Composite Materials* 43 (2009) 16, S. 1663-1677
- [72] ZHANDAROV, S.; PISANOVA, E.; SCHNEIDER, K.: Fiber-stretching test: a new technique for characterizing the fiber-matrix interface using direct observation of crack initiation and propagation. *Journal of Adhesion Science and Technology* 14 (2000) 3, S. 381-398

- [73] MÄDER, E.; PISANOVA, E.: Characterization and design of interphases in glass fiber reinforced polypropylene. *Polymer Composites* 21 (2000) 3, S. 361-368
- [74] MÄDER, E.; SANDER, J.; SOMMER, G.S.: Investigations of interfacial adhesion between PZT fibers and epoxy matrices. *Proceedings of the 19th International Conference on Composite Materials*. Montreal, Kanada, 2013
- [75] EHRENSTEIN, G.W.: *Faserverbund-Kunststoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften*. München: Hanser Verlag, 2006
- [76] KELLY, A.; TYSON, W.R.: Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper/tungsten and copper/molybdenum. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 13 (1965) 6, S. 329-350
- [77] SCHÜRSMANN, H.: *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2005
- [78] GRAUPNER, N.; RÖBLER, J.; ZIEGMANN, G.; MÜSSIG, J.: Fibre/matrix adhesion of cellulose fibres in PLA, PP and MAPP: A critical review of pull-out test, microbond test and single fibre fragmentation test results. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 63 (2014), S. 133-148
- [79] MEDINA M, C.; MOLINA-ALDAREGUÍA, J.M.; GONZÁLEZ, C.; MELENDREZ, M.F.; FLORES, P.; LLORCA, J.: Comparison of push-in and push-out tests for measuring interfacial shear strength in nano-reinforced composite materials. *Journal of Composite Materials* (2015),
- [80] MADER, E.; ZHOU, X.F.; PISANOVA, E.; ZHANDAROV, S.; NUTT, S.R.: Characterisation of the interfacial bond strength between glass fibre and epoxy resin using the pull-out and push-out techniques. *Advanced Composites Letters* 9 (2000) 3, S. 203-209
- [81] THOMAS, S. (HRSG.); JOSEPH, K. (HRSG.); MALHOTRA, S.K. (HRSG.); GODA, K. (HRSG.); SREEKALA, S. (Hrsg.): *Polymer Composites, Macro- and Microcomposites*. Weinheim: Wiley-VCH, 2012
- [82] PIGGOTT, M.R.: Why interface testing by single-fibre methods can be misleading. *Composites Science and Technology* 57 (1997) 8, S. 965-974
- [83] DÉSAMOT, G.; FAVRE, J.P.: Special Issue Interfaces in Composites Advances in pull-out testing and data analysis. *Composites Science and Technology* 42 (1991) 1, S. 151-187
- [84] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: Estimation of the local interfacial strength parameters of carbon nanotube fibers in an epoxy matrix from a microbond test data. *Carbon* 86 (2015) 0, S. 54-57

- [85] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: Different approaches to the calculation of interfacial strength parameters in the pull-out and microbond tests. *Proceedings of the International Scientific and Technical Conference 'Polymer Composites and Tribology' - Polycomtrib-2015*. Gomel, Weißrussland, 2015
- [86] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: Effect of meniscus on the calculated interfacial interaction parameters in the pull-out and microbond tests. *Proceedings of the International Scientific and Technical Conference 'Polymer Composites and Tribology' - Polycomtrib-2015*. Gomel, Weißrussland, 2015
- [87] BECKERT, W.; LAUKE, B.: Critical discussion of the single-fibre pull-out test: does it measure adhesion? *Composites Science and Technology* 57 (1997) 12, S. 1689-1706
- [88] GRACIANI, E.; MANTIČ, V.; PARÍS, F.; VARNA, J.: Numerical analysis of debond propagation in the single fibre fragmentation test. *Composites Science and Technology* 69 (2009) 15–16, S. 2514-2520
- [89] RINCON, H.E.: Single Fiber Fragmentation Testing. In: Kessler, M.R. (Hrsg.): *Advanced topics in characterization of composites*. Victoria: Trafford Publishing, 2004
- [90] TANDON, G.P.; PAGANO, N.J.: Micromechanical analysis of the fiber push-out and re-push test. *Composites Science and Technology* 58 (1998) 11, S. 1709-1725
- [91] MÄDER, E.; ZHANDAROV, S.; GAO, S.L.; ZHOU, X.F.; NUTT, S.R.; ZHANDAROV, S.: Bond strength measurement between glass fibres and epoxy resin at elevated temperatures using the pull-out and push-out techniques. *The Journal of Adhesion* 78 (2002) 7, S. 547-569
- [92] KANG, S.-K.; LEE, D.-B.; CHOI, N.-S.: Fiber/epoxy interfacial shear strength measured by the microdroplet test. *Composites Science and Technology* 69 (2009) 2, S. 245-251
- [93] RAO, V.; HERRERA-FRANCO, P.; OZZELLO, A.D.; DRZAL, L.T.: A Direct Comparison of the Fragmentation Test and the Microbond Pull-out Test for Determining the Interfacial Shear Strength. *The Journal of Adhesion* 34 (1991) 1-4, S. 65-77
- [94] PIGGOTT, M.R.: The single-fibre pull-out method: its advantages, interpretation and experimental realization. *Composite Interfaces* 1 (1993) 3, S. 211-223
- [95] ZHOU, X.F.; WAGNER, H.D.; NUTT, S.R.: Interfacial properties of polymer composites measured by push-out and fragmentation tests. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 32 (2001) 11, S. 1543-1551

- [96] NETRAVALI, A.N.; SCHWARTZ, P.; PHOENIX, S.L.: Study of interfaces of high-performance glass fibers and DGEBA-based epoxy resins using single-fiber-composite test. *Polymer Composites* 10 (1989) 6, S. 385-388
- [97] WANG, X.; ZHANG, B.; DU, S.; WU, Y.; SUN, X.: Numerical simulation of the fiber fragmentation process in single-fiber composites. *Materials & Design* 31 (2010) 5, S. 2464-2470
- [98] KOYANAGI, J.; NAKATANI, H.; OGIHARA, S.: Comparison of glass-epoxy interface strengths examined by cruciform specimen and single-fiber pull-out tests under combined stress state. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 43 (2012) 11, S. 1819-1827
- [99] PISANOVA, E.V.; ZHANDAROV, S.F.; DOVGYALO, V.A.: Interfacial adhesion and failure modes in single filament thermoplastic composites. *Polymer Composites* 15 (1994) 2, S. 147-155
- [100] RAGHAVENDRAN, V.K.; WATERBURY, M.C.; DRZAL, L.T.: Effects of Processing Conditions and Molecular Weight of the Resin on the Interfacial Adhesion in Polycarbonate/Carbon Fiber Composites. *Proceedings of the 8th Technical Conference of the American Society for Composites*. Cleveland, Ohio, USA, 1993
- [101] GAO, A.; GU, Y.; WU, Q.; YUAN, C.; LI, M.; ZHANG, Z.: Influence of processing temperature on interfacial behavior of HKT800 carbon fiber with BMI and epoxy matrices. *Chinese Journal of Aeronautics* 28 (2015) 4, S. 1255-1262
- [102] YANG, L.; THOMASON, J.L.; ZHU, W.: The influence of thermo-oxidative degradation on the measured interface strength of glass fibre-polypropylene. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 42 (2011) 10, S. 1293-1300
- [103] YANG, L.; THOMASON, J.L.: Interface strength in glass fibre-polypropylene measured using the fibre pull-out and microbond methods. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 41 (2010) 9, S. 1077-1083
- [104] GAO, S.-L.; KIM, J.-K.: Cooling rate influences in carbon fibre/PEEK composites. Part 1. Crystallinity and interface adhesion. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 31 (2000) 6, S. 517-530
- [105] RAHMANI, N.; WILLARD, B.; LEASE, K.; LEGESSE, E.T.; SOLTANI, S.A.; KESHAVANARAYANA, S.: The effect of post cure temperature on fiber/matrix adhesion of T650/Cycom 5320-1 using the micro-droplet technique. *Polymer Testing* 46 (2015), S. 14-20
- [106] THOMASON, J.L.; YANG, L.: Temperature dependence of the interfacial shear strength in glass-fibre polypropylene composites. *Composites Science and Technology* 71 (2011) 13, S. 1600-1605

- [107] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: Analysis of a pull-out test with real specimen geometry. Part I: matrix droplet in the shape of a spherical segment. *Journal of Adhesion Science and Technology* 27 (2013) 4, S. 430-465
- [108] ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.: Analysis of a pull-out test with real specimen geometry. Part II: the effect of meniscus. *Journal of Adhesion Science and Technology* 28 (2014) 1, S. 65-84
- [109] MAROTZKE, C.H.: Influence of the fiber length on the stress transfer from glass and carbon fibers into a thermoplastic matrix in the pull-out test. *Composite Interfaces* 1 (1993) 2, S. 153-166
- [110] GRAY, R.J.: Analysis of the effect of embedded fiber length on fiber debonding and pull-out from an elastic matrix. Part 1: Review of theories. *Journal of Materials Science* 19 (1984) 3, S. 861-870
- [111] MUELLER, W.M.; MOOSBURGER-WILL, J.; SAUSE, M.G.R.; HORN, S.: Microscopic analysis of single-fiber push-out tests on ceramic matrix composites performed with Berkovich and flat-end indenter and evaluation of interfacial fracture toughness. *Journal of the European Ceramic Society* 33 (2013) 2, S. 441-451
- [112] CHOU, C.T.; GAUR, U.; MILLER, B.: The effect of microvoid gap width on microbond pull-out test results. *Composites Science and Technology* 51 (1994) 1, S. 111-116
- [113] HEILHECKER, H.; CROSS, W.; PENTLAND, R.; GRISWOLD, C.; KELLAR, J.J.; KJERENGTOEN, L.: The vice angle in the microbond test. *Journal of Materials Science Letters* 19 (2000) 23, S. 2145-2147
- [114] PEGORETTI, A.; FAMBRI, L.; MIGLIARESI, C.: Interfacial stress transfer in nylon-6/E-Glass microcomposites: Effect of temperature and strain rate. *Polymer Composites* 21 (2000) 3, S. 466-475
- [115] AWAL, A.; CESCUTTI, G.; GHOSH, S.B.; MÜSSIG, J.: Interfacial studies of natural fibre/polypropylene composites using single fibre fragmentation test (SFFT). *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 42 (2011) 1, S. 50-56
- [116] DOWNES, K.A.; THOMASON, J.L.: A method to measure the influence of humidity and temperature on the interfacial adhesion in polyamide composites. *Composite Interfaces* 22 (2015) 8, S. 757-766
- [117] PETERSEN, H.N.; THOMASON, J.L.; MINTY, R.; BRØNDSTED, P.; KUSANO, Y.; ALMDAL, K.: Testing temperature on interfacial shear strength measurements of epoxy resins at different mixing ratios. *Proceedings of the 20th International Conference on Composite Materials*. Kopenhagen, Dänemark, 2015

- [118] VARELIDIS, P.C.; MCCULLOUGH, R.L.; PAPASPYRIDES, C.D.: The Effect of temperature on the single-fiber fragmentation test with coated carbon fibers. *Composites Science and Technology* 58 (1998) 9, S. 1487-1496
- [119] RAO, V.; DRZAL, L.T.: The Temperature Dependence of Interfacial Shear Strength for Various Polymeric Matrices Reinforced with Carbon Fibers. *The Journal of Adhesion* 37 (1992) 1-3, S. 83-95
- [120] PLONKA, R.; MÄDER, E.; GAO, S.L.; BELLMANN, C.; DUTSCHK, V.; ZHANDAROV, S.: Adhesion of epoxy/glass fibre composites influenced by aging effects on sizings. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 35 (2004) 10, S. 1207-1216
- [121] PANDEY, G.; KARELIYA, C.; HINKLEY, J.; SINGH, R.P.: Interfacial micromechanics and effect of moisture on fluorinated epoxy carbon fiber composites. *Polymer Composites* 32 (2011) 12, S. 1961-1969
- [122] GORBATKINA, Y.A.; IVANOVA-MUMZHIEVA, V.G.; KUPERMAN, A.M.; PONAMAREV, I.I.: Effect of thermal aging on the adhesive strength of joints of double-chain polymers with fibers and on the properties of unidirectional CFRPs based on them. *Mechanics of Composite Materials* 46 (2010) 1, S. 69-76
- [123] ZINCK, P.; GERARD, J.F.: Thermo-hydrolytic resistance of polyepoxide-glass fibres interfaces by the microbond test. *Composites Science and Technology* 68 (2008) 9, S. 2028-2033
- [124] PARK, J.-M.; SHIN, P.-S.; WANG, Z.-J.; KWON, D.-J.; CHOI, J.-Y.; LEE, S.-I.; DEVRIES, K.L.: The change in mechanical and interfacial properties of GF and CF reinforced epoxy composites after aging in NaCl solution. *Composites Science and Technology* 122 (2016), S. 59-66
- [125] DIBENEDETTO, A.T.; LEX, P.J.: Evaluation of Surface Treatments for Glass Fibers in Composite Materials. *Polymer Engineering and Science* 29 (1989) 8, S. 543-555
- [126] MAROTZKE, C.; QIAO, L.: 6th International Conference On Composite Interfaces Interfacial crack propagation arising in single-fiber pull-out tests. *Composites Science and Technology* 57 (1997) 8, S. 887-897
- [127] PISANOVA, E.; ZHANDAROV, S.; MÄDER, E.; AHMAD, I.; YOUNG, R.J.: Three techniques of interfacial bond strength estimation from direct observation of crack initiation and propagation in polymer-fibre systems. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 32 (2001) 3-4, S. 435-443
- [128] MÖRSCHEL, U.; FOCKE, O.; MÄDER, E.: *Entwicklung eines Prüfgerätes zur Bestimmung der Faser-Matrix-Haftung*. Textechno Herbert Stein GmbH & Co.KG, Mönchengladbach, Faserinstitut Bremen e.V., Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V., Anlage 4.1 zum Projektantrag ZIM-KOOP Förderkennzeichen KF 2022822NT3, 2013

- [129] MICHAELI, W.: *Einführung in die Kunststoffverarbeitung*. 5. München: Hanser Verlag, 2006
- [130] FRICK, A.; STERN, C.: *Einführung in die Kunststoffprüfung: Prüfmethoden und Anwendungen*. München: Hanser Verlag, 2017
- [131] SCHÖBIG, M.; BIERÖGEL, C.; GRELLMANN, W.; BARDENHEIER, R.; MECKLENBURG, T.: Einfluss der Dehnrate auf das mechanische Verhalten von glasfaserverstärkten Polyolefinen. *Umdruck zur Tagung Werkstoffprüfung*. Bad Neuenahr, 2006
- [132] CHEAN, V.; MATADI BOUMBIMBA, R.; EL ABDI, R.; SANGLEBOEUF, J.C.; CASARI, P.; DRISSI HABTI, M.: Experimental characterization of interfacial adhesion of an optical fiber embedded in a composite material. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 41 (2013), S. 144-151
- [133] SOLMAZ, M.Y.; KAMAN, M.O.; TURAN, K.: Effect of Curing Conditions on the Interface Strength of Single-Fibre Composite Specimens. *Materials Testing* 54 (2012) 5, S. 335-339
- [134] PEPPER, T.: Polyester Resins. In: Miracle, D.B. (Hrsg.); Donaldson, S.L. (Hrsg.): *ASM Handbook: Composites*. Materials Park: ASM International, 2001
- [135] TOMINAGA, Y.; SHIMAMOTO, D.; HOTTA, Y.: Quantitative evaluation of interfacial adhesion between fiber and resin in carbon fiber/epoxy composite cured by semiconductor microwave device. *Composite Interfaces* 23 (2016) 5, S. 395-404
- [136] PARK, J.-M.; KONG, J.-W.; KIM, D.-S.; LEE, J.-R.: Non-destructive damage sensing and cure monitoring of carbon fiber/epoxyacrylate composites with UV and thermal curing using electro-micromechanical techniques. *Composites Science and Technology* 64 (2004) 16, S. 2565-2575
- [137] DEFOORT, B.; DRZAL, L.T.: Influence of thermal post curing on electron beam cured composites. *Proceedings of the 46th International SAMPE Symposium and Exhibition -2001 a Materials and Processes Odyssey*. Long Beach, California, USA, 2001
- [138] DEFOORT, B.; DRZAL, L.T.: Influence of processing conditions on adhesion between carbon fibers and electron-beam-cured cationic matrices. *The Journal of Adhesion* 79 (2003) 4, S. 361-381
- [139] KOENIG, J.L.; EMADIPOUR, H.: Mechanical characterization of the interfacial strength of glass-reinforced composites. *Polymer Composites* 6 (1985) 3, S. 142-150
- [140] GAUR, U.; MILLER, B.: Effects of Environmental Exposure on Fiber/Epoxy Interfacial Shear Strength. *Polymer Composites* 11 (1990) 4, S. 217-222

- [141] GORBATKINA, J.A.; SHAIUROVA, N.K.: The Effect of Aging in Water on the Strength of Fiber-Polymer Systems. *The Journal of Adhesion* 35 (1991) 3, S. 203-215
- [142] GAUR, U.; CHOU, C.T.; MILLER, B.: Effect of hydrothermal ageing on bond strength. *Composites* 25 (1994) 7, S. 609-612
- [143] SCHUTTE, C.L.; McDONOUGH, W.; SHIOYA, M.; MCAULIFFE, M.; GREENWOOD, M.: The use of a single-fibre fragmentation test to study environmental durability of interfaces/interphases between DGEBA/mPDA epoxy and glass fibre: the effect of moisture. *Composites* 25 (1994) 7, S. 617-624
- [144] SHIOYA, M.; TAKAKU, A.: Estimation of fibre and interfacial shear strength by using a single-fibre composite. *Composites Science and Technology* 55 (1995) 1, S. 33-39
- [145] HODZIC, A.; STACHURSKI, Z.H.; KIM, J.K.: An analysis of microdroplet test: Effects of specimen geometry, matrix type, fibre treatment and water ageing. *Polymers & Polymer Composites* 9 (2001) 8, S. 499-508
- [146] McDONOUGH, W.G.; ANTONUCCI, J.M.; DUNKERS, J.P.: Interfacial shear strengths of dental resin-glass fibers by the microbond test. *Dental Materials* 17 (2001) 6, S. 492-498
- [147] DEBNATH, S.; WUNDER, S.L.; MCCOOL, J.I.; BARAN, G.R.: Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. *Dental Materials* 19 (2003) 5, S. 441-448
- [148] HU, Y.; LI, X.; LANG, A.W.; ZHANG, Y.; NUTT, S.R.: Water immersion aging of polydicyclopentadiene resin and glass fiber composites. *Polymer Degradation and Stability* 124 (2016), S. 35-42
- [149] HAO, J.W.; ZHAO, Y.; LUO, Y.F.; WANG, Y.; CHEN, D.: Experiments and finite element simulation of interfacial properties for monofilament composites. *New Carbon Materials* 29 (2014) 3, S. 176-185
- [150] TANAKA, K.; MINOSHIMA, K.; GRELA, W.; KOMAI, K.: Characterization of the aramid/epoxy interfacial properties by means of pull-out test and influence of water absorption. *Composites Science and Technology* 62 (2002) 16, S. 2169-2177
- [151] MORGAN, R.J.; O'NEAL, J.E.; FANTER, D.L.: The effect of moisture on the physical and mechanical integrity of epoxies. *Journal of Materials Science* 15 (1980) 3, S. 751-764
- [152] LEVINE, H.; SLADE, L.: Water as a plasticizer: physico-chemical aspects of low-moisture polymeric systems. *Water science reviews* 3 (1988), S. 79-185
- [153] CHUA, P.S.; PIGGOTT, M.R.: The glass fibre—polymer interface: I—theoretical consideration for single fibre pull-out tests. *Composites Science and Technology* 22 (1985) 1, S. 33-42

- [154] STRAUB, A.; SLIVKA, M.; SCHWARTZ, P.: A study of the effects of time and temperature on the fiber/matrix interface strength using the microbond test. *Composites Science and Technology* 57 (1997) 8, S. 991-994
- [155] YAZICI, M.: Loading Rate Sensitivity of High Strength Fibers and Fiber/Matrix Interfaces. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 28 (2009) 15, S. 1869-1880
- [156] RICHTER, T.; WICK, T.: *Einführung in die Numerische Mathematik*. Universität Heidelberg, Vorlesungsskriptum, 2012
- [157] BÄRWOLFF, G.: *Numerik für Ingenieure, Physiker und Informatiker*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2015
- [158] LIU, H.; GU, Y.; LI, M.; ZHANG, Z.: Characterization of interfacial toughness in carbon fiber/epoxy resin composite subjected to water aging using single-fiber fragmentation method in an energy-based model. *Polymer Composites* 33 (2012) 5, S. 716-722
- [159] MÄDER, E.; SOMMER, G.S.: *Verbesserung der Haftung von keramischen PZT-Fasern in ausgewählten polymeren Matrices*. Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e. V., Abschlussbericht zu ebendiesem Projekt im Rahmen des Teiplprojektes A1 des SFB/Transregio 39 PT-PIESA, 2014
- [160] HEIBER, J.: *Einige Möglichkeiten zur Beeinflussung der Struktur und der Eigenschaften von PZT-Keramik-Fasern*. TU Ilmenau, Dissertation, 2007
- [161] MELNYKOWYCZ, M.; BRUNNER, A.J.: The performance of integrated active fiber composites in carbon fiber laminates. *Smart Materials and Structures* 20 (2011) 7, S. 075007
- [162] SOMMER, G.S.; SANDER, J.; MÄDER, E.: Investigations of interfacial adhesion between PZT-fibres and epoxy resin matrices. *Proceedings of the 13th AUTEX World Textile Conference*. Dresden, 2013
- [163] SOMMER, G.S.; MÄDER, E.; SANDER, J.: Interfacial adhesion and interphases between PZT fibers and epoxy resin matrices. *Umdruck zum 4. wissenschaftlichen Symposium des SFB/Transregio 39: Leichtbau durch Funktionsintegration*. Nürnberg, 2013
- [164] WILLIAMS, R.B.; PARK, G.; INMAN, D.J.; WILKIE, W.K.: An overview of composite actuators with piezoceramic fibers. *Proceedings of the 20th International Modal Analysis Conference*. Los Angeles, California, USA, 2002
- [165] NELSON, L.J.: Smart piezoelectric fibre composites. *Materials Science and Technology* 18 (2002) 11, S. 1245-1256

- [166] SANDER, J.: *Untersuchung der Faser-Matrix-Haftung zwischen PZT-Fasern und Epoxidharzmatrizes mit Fragmentation Tests*. TU Dresden, Interdisziplinäre Projektarbeit, 2013
- [167] SALMANG, H.; TELLE, R.; SCHOLZE, H.: *Keramik*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2006
- [168] ZHAO, F.; JONES, F.R.: Thermal loading of short fibre composites and the induction of residual shear stresses. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38 (2007) 11, S. 2374-2381
- [169] MENDELS, D.-A.; LETERRIER, Y.; MANSON, J.-A.E.; NAIRN, J.A.: The Influence of Internal Stresses on the Microbond Test II: Physical Aging and Adhesion. *Journal of Composite Materials* 36 (2002) 14, S. 1655-1676
- [170] BARRAL, L.; CANO, J.; LOPEZ, J.; LOPEZ-BUENO, I.; NOGUEIRA, P.; ABAD, M.J.; RAMIREZ, C.: Physical aging of an epoxy/cycloaliphatic amine resin. *European Polymer Journal* 35 (1999) 3, S. 403-411
- [171] BARRAL, L.; CANO, J.; LÓPEZ, J.; LÓPEZ-BUENO, I.; NOGUEIRA, P.; ABAD, M.J.; RAMÍREZ, C.: Physical Aging of a Tetrafunctional/phenol Novolac Epoxy Mixture Cured with Diamine. DSC and DMA measurements. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 60 (2000) 2, S. 391-399
- [172] ELLIS, B.; FOUND, M.S.; BELL, J.R.: Influence of cure treatment on extent of reaction and glassy modulus for BADGE-DDM epoxy resin. *Journal of Applied Polymer Science* 82 (2001) 5, S. 1265-1276
- [173] TSENOGLOU, C.J.; PAVLIDOU, S.; PAPASPYRIDES, C.D.: Evaluation of interfacial relaxation due to water absorption in fiber-polymer composites. *Composites Science and Technology* 66 (2006) 15, S. 2855-2864
- [174] RAMIREZ, F.A.; CARLSSON, L.A.; ACHA, B.A.: Evaluation of water degradation of vinylester and epoxy matrix composites by single fiber and composite tests. *Journal of Materials Science* 43 (2008) 15, S. 5230-5242
- [175] FICHERA, M.; CARLSSON, L.A.: Moisture transport in unidirectional carbon/vinylester panels with imperfect fiber/matrix interface. *Journal of Composite Materials* 50 (2016) 6, S. 751-760
- [176] LEIBNIZ-INSTITUT FÜR POLYMERFORSCHUNG DRESDEN E. V.: *Mikromechanisches Labor: Herstellung der Prüfkörper für den Single Fiber Pull Out Test; Durchführung des Single Fiber Pull Out Test*. URL: <http://www.ipfdd.de/de/abteilungen-und-gruppen/institut-polymerwerkstoffe/verdwerkstoffe/technische-ausstattung/mikromechanisches-labor/>, 03.09.2017

- [177] TSAI, K.-H.; KIM, K.-S.: The micromechanics of fiber pull-out. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 44 (1996) 7, S. 1147-1177