



universität
wien

DIPLOMARBEIT

Titel der Diplomarbeit

**Bestimmung der Interface Parameter
eines C/C - Verbundwerkstoffes
bei Hochtemperatur**

angestrebter akademischer Grad

Magistra der Naturwissenschaften (Mag. rer. nat.)

Verfasserin:	Petra Fürst
Matrikel-Nummer:	0203292
Studienrichtung (lt. Studienblatt):	A411 Diplomstudium Physik
Betreuerin / Betreuer:	Dr. Herwig Peterlik

Wien, am 09.11.2009

Kurzfassung

In der vorliegenden Arbeit werden die Eigenschaften der Grenzschicht, im Englischen *interface*, zwischen Faser und Matrix eines Kohlenstofffaserverbundwerkstoffes (carbon/carbon composite) bei einer Temperatur von 1000°C mit dem Faserbündel - Auszugsversuch untersucht. Vier verschiedene Materialmodifikationen eines Kohlenstofffaserverbundwerkstoffes wurden untersucht, die sich durch unterschiedliche Beschichtungsverfahren voneinander unterscheiden. Ziel dieser Arbeit war es, den Einfluss dieser unterschiedlichen Zwischenschicht auf die wichtigsten Messgrößen, die Reibspannung τ_f und die maximale Spannung T_{max} , zu untersuchen. Die Werte, die bei der Hochtemperaturmessung erhalten wurden, werden mit Werten aus der Literatur verglichen, die nur bei Raumtemperatur gemessen wurden.

Abstract

In this thesis the mechanical properties of the interface between fiber and matrix of a carbon/carbon composite were investigated at a temperatur of 1000°C with the fibre bundle pull-out test. As material four different modifications of a carbon/carbon composite were used, which were produced with different coatings. The goal of the work was to determine the influence of the interface on the main parameters, the friction stress τ_f and the maximum pull-out stress τ_{max} . The numerical values obtained at high temperatur were compared to the results from literature, which were only measured at room temperatur.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG-----	1
2	MATERIAL-----	4
2.1	Elementarer Kohlenstoff -----	4
2.1.1	Bindungen des reinen Kohlenstoffs-----	5
2.2	Kohlenstofffaser-----	6
2.3	Verbundwerkstoffe -----	7
2.4	CF 222 mit C-Fasern vom Typ HTA 5131 6K-----	10
2.4.1	CVD – PyC Beschichtungen-----	13
3	THEORIE -----	16
3.1	Modelle -----	16
3.1.1	Das Shear Lag Modell[2],[13] -----	16
3.1.2	Das Modell von GAO[14]-----	26
3.1.2.1	Stab-Zylinder Analyse (Rod-cylinder analysis)-----	26
3.1.2.2	Das Faser Ablösungskriterium (The fiber debonding criterion)-----	33
4	EXPERIMENTELLE DURCHFÜHRUNG-----	38
4.1	Proben -----	38
4.2	Versuchsaufbau-----	39
4.2.1	Kurzbeschreibung des Hydraulikaggregats -----	41
4.2.2	Kurzbeschreibung des Hydropulssystems-----	41
4.2.3	Kurzbeschreibung des Hochfrequenzgenerators -----	42
5	ERGEBNISSE -----	44
5.1	Auswertung-----	44
5.1.1	Material M5-----	44
5.1.2	Material M6-----	47
5.1.3	Material M7-----	50
5.1.4	Material M8-----	53
5.2	Resultate -----	58
5.3	Diskussion -----	59
6	RESÜMEE-----	61
	LITERATURVERZEICHNIS-----	63

ANHANG -----	66
LEBENS LAUF -----	82
DANKSAGUNG -----	83

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Kristallstruktur von Graphit Quelle: www.kefk.org -----	6
Abbildung 2: Atlaswebung Quelle: www.oelkrugmasshemden.de -----	8
Abbildung 3: Leinwandwebung Quelle: www.oelkrugmasshemden.de -----	9
Abbildung 4: verwendetes Probenmaterial CF 222, 8H Satin Gewebe -----	12
Abbildung 5: Eine in der Matrix m eingebettete Einzelfaser f; diese Anordnung unter Beanspruchung einer axialen Dehnung und die resultierenden Verschiebungen u und v der Faser und der Matrix . Quelle: Ceramic Matrix Composites, Chawla [13] -----	17
Abbildung 6: Kräftegleichgewicht an einem Element dx der Faser mit Radius r_f . Quelle: Ceramic Matrix Composites, Chawla [13] -----	20
Abbildung 7: Veränderung der Zugspannung σ und der Scherspannung τ entlang des Faser/Matrix Interface. Quelle: Ceramic Matrix Composites, Chawla [13] -----	21
Abbildung 8: Faser-Matrix System mit teilweise abgelöster Einzelfaser. Quelle: GAO[14] -----	27
Abbildung 9: Schema zur Bestimmung des <i>debonding criterion</i> aus Gleichung 3.50. Quelle: GAO[14] -----	34
Abbildung 10 : Versuchsaufbau (v. li. nach re.); Steuerschrank, Vakuumeinheit, Vakuumkessel mit Induktionsofen -----	40
Abbildung 11: Haltevorrichtung für Probe -----	40
Abbildung 12: Arbeitsspule mit Probe in Haltevorrichtung -----	43
Abbildung 13: M5 mit einer Auszugslänge von 3,55mm -----	45
Abbildung 14: Mikroskopbild Probe M5, $l_{fb} = 3,55\text{mm}$ -----	45
Abbildung 15: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M5, mit $l = 4\text{mm}$ -----	46
Abbildung 16: Mikroskopaufnahme; M5 mit $l = 4\text{mm}$ -----	47
Abbildung 17: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M6, mit $l = 3\text{mm}$ -----	47
Abbildung 18: Mikroskopaufnahme; M6 mit $l = 3\text{mm}$ -----	48
Abbildung 19: Mikroskopaufnahme der Oberseite des Verbundes aus dem ausgezogen wurde; M6 mit $l = 3\text{mm}$ -----	48
Abbildung 20: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M6, mit $l = 4\text{mm}$ -----	49
Abbildung 21: Mikroskopaufnahme; M6 mit $l = 4\text{mm}$ -----	50
Abbildung 22: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M7, mit $l = 3\text{mm}$ -----	51

Abbildung 23: Mikroskopaufnahme; M7 mit $l = 3\text{mm}$ -----	51
Abbildung 24: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M7, mit $l = 2\text{mm}$ -----	52
Abbildung 25: Mikroskopaufnahme; M7 mit $l = 2\text{mm}$ -----	53
Abbildung 26: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M8, mit $l = 3,55\text{mm}$ ---	54
Abbildung 27: Mikroskopaufnahme; M8 mit $l = 3,55\text{mm}$ -----	54
Abbildung 28: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M8, mit $l = 4\text{mm}$ -----	55
Abbildung 29: Mikroskopaufnahme; M8 mit $l = 4\text{mm}$ -----	56
Abbildung 30: Mikroskopaufnahme der Oberseite des Verbundes aus dem ausgezogen wurde; M8 mit $l = 4\text{mm}$ -----	56

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Kenndaten und Atomeigenschaften des elementaren Kohlenstoffs Quelle: www.wikipedia.com -----	4
Tabelle 2: Materialkenndaten der verschiedenen CF-222 Modifikationen[2]-----	11
Tabelle 3: Ergebnisse für M5 mit $l = 3,55\text{mm}$ -----	45
Tabelle 4: Ergebnisse für M5 mit $l = 4\text{mm}$ -----	47
Tabelle 5: Ergebnisse für M6 mit $l = 3\text{mm}$ -----	49
Tabelle 6: Ergebnisse für M6 mit $l = 4\text{mm}$ -----	50
Tabelle 7: Ergebnisse für M7 mit $l = 3\text{mm}$ -----	52
Tabelle 8: Ergebnisse für M7 mit $l = 2\text{mm}$ -----	53
Tabelle 9: Ergebnisse für M8 mit $l = 3,55\text{mm}$ -----	55
Tabelle 10: Ergebnisse für M8 mit $l = 4\text{mm}$ -----	57
Tabelle 11: Ergebnisse der Messungen -----	58
Tabelle 12: Hochtemperaturtests aus vorliegender Arbeit und Raumtemperaturtests (mit T_R bezeichnet) von Johann Brandstetter[1], Seite 51 -----	60
Tabelle 13: Übersicht Messwerte Modifikation M5-----	66
Tabelle 14: Übersicht Messwerte Modifikation M6-----	66
Tabelle 15: Übersicht Messwerte Modifikation M7-----	66
Tabelle 16: Übersicht Messwerte Modifikation M8-----	67

1 Einleitung

In der Luft- und Raumfahrt, wie auch in einigen anderen speziellen Bereichen der heutigen Technik, sowie bei der Herstellung von hochbelastbaren Sportgeräten, werden Werkstoffe mit besonderen Eigenschaften benötigt. Zu diesen Anforderungen gehören unter anderem geringes Gewicht bei hoher Belastbarkeit und großer Festigkeit, sowie auch Korrosions- und Hochtemperaturbeständigkeit.

Keramische Werkstoffe erfüllen weitgehend diese Ansprüche, da sie sich durch geringe Dichte, große Härte, chemische Beständigkeit und Temperaturbeständigkeit auszeichnen. Ein Nachteil ist jedoch deren geringe Duktilität; bei Keramiken kommt es bei einer Überbelastung durch äußere Kräfte zum Spröbruch.[1]

Die Sprödigkeit des Werkstoffs wird durch starre kovalente Bindungen, deren starke Ausrichtung die atomare Beweglichkeit im Gitter verhindert, hervorgerufen. Der Rissausbreitung wird deshalb nur ein geringer Widerstand entgegengesetzt und das spröde Bruchverhalten erschwert viele Anwendungen. Im keramischen Faserverbundwerkstoff wird die zwischen Langfasern eingebettete Matrix durch keramische Fasern unterstützt. Durch den Einsatz von Langfasern zur Verstärkung der Keramik konnte nicht nur der Risswiderstand deutlich erhöht werden, sondern auch die Bruchzähigkeit, Dehnbarkeit und Thermoschockbeständigkeit verbessert werden. Matrix und Verstärkung können sowohl aus verschiedenen, wie auch aus gleichen Materialien bestehen. Am meisten verbreitet für Hochtemperaturanwendungen sind Kohlenstoff- sowie Siliciumcarbidfasern und Mullit, das sind Mischkristalle aus Aluminiumoxid und Siliciumoxid und als Matrixmaterialien Kohlenstoff, Aluminiumoxid, Siliciumcarbid und Mullit. Für hochbelastbare Sportgeräte besteht die Matrix meist aus Kunststoff, der mit Glasfasern oder Kohlenstofffasern verstärkt wird. Verbundwerkstoffe mit Metallmatrix (*metal matrix composites*) werden im Automobilbau zum Beispiel für die Herstellung von Bremstrommeln und Antriebswellen eingesetzt. Biologische Verbundwerkstoffe sind unter anderem Knochen, Holz und Perlmutter.

Es hat sich im Laufe der letzten Jahrzehnte herausgestellt, dass Kohlenstoff sowohl als Material für die Verstärkung als auch für die Matrix eines Verbundwerkstoffs aufgrund seiner besonderen Eigenschaften in Hinblick auf Festigkeit, Temperaturbeständigkeit und spezifisches Gewicht für viele Hochtemperaturanwendungen besser geeignet ist als andere Werkstoffe.[3]

Man kann in der Verbundkeramik makroskopisch Quasi-Plastizität und Quasi-Duktilität beobachten, da energiedissipative Prozesse wie Mikrorissbildung, Rissumlenkung, Rissüberbrückung und Reibung den Risswiderstand erhöhen. In der vorliegenden Arbeit wird die Grenzschicht zwischen Kohlenstofffaser und Kohlenstoffmatrix untersucht, da diese einen großen Einfluss auf das Bruchverhalten hat. Je nachdem in wie viele Raumrichtungen die Fasern in die Matrix eingearbeitet sind, spricht man von einem 1D(auch UD; unidirektional), 2D oder 3D Faser-verbundwerkstoff. Bei den in dieser Arbeit untersuchten Proben handelt es sich um 2D Endlosfaser-Verbundstoffwerkstoffe mit der Webart Satin.[1]

Am häufigsten werden zur Untersuchung der Grenzfläche zwischen Faser und Matrix folgende zwei Verfahren angewandt; der Single Fibre Pull Out Test, bei dem eine einzelne Faser aus der Matrix gezogen wird; und der Single Fibre Push Out bzw. Push Trough Test, bei dem eine einzelne Faser mit einem Indenter in das bzw. durch das Material gedrückt wird, nachdem eine Scheibe mit geringem Durchmesser vom Material abgetrennt wurde. Die mechanischen Eigenschaften der Grenzfläche zwischen Faser und Matrix wurden bereits von Jiang et al.[17], Hampe et al.[18] und Furukawa et al.[19] mit den Single Fibre Pull Out bzw. Single Fibre Push Out Tests untersucht.[4] Obwohl man einzelne Interface Parameter aus der Last-Weg Kurve mit Hilfe physikalischer Modelle berechnen kann, ist der Nachteil dieses Tests, dass die gemessenen Werte nicht für das Material charakteristisch sind, da die Probe - im Gegensatz zum Faserbündel Pull Out Test - nicht denselben Produktionsvorgang wie das Material durchläuft. Mit dem Faserbündel Pull Out Test wurden bereits in der Arbeit von Domnanovich et al.[9] die interlaminaire Scherfestigkeit und Schermodul sowie von Brandstetter et al.[6] die Eigenschaften der Grenzfläche, also Reibspannung und maximale Auszugsspannung, zwischen Faser und Matrix eines C/C – Verbundwerkstoffs bestimmt. Von Valette

et al.[21] stammt die Analyse des Faserbündel Pull Out Tests und des Versagens von unidirektionalen Faserbündeln in C/C – Verbundwerkstoffen. Gopal et al.[20] haben mit Hilfe des Faserbündel Pull Out Tests die maximale Reibspannung der Grenzfläche zwischen Faser und Matrix untersucht.

Bei beiden Verfahren, dem Single-Fibre Pull-Out und dem Single-Fibre Push-Out (bzw. Push-Through) wird also nur eine einzelne Faser aus der Matrix gelöst. Dies steht aber im Gegensatz zu realem Materialversagen, bei dem sich ganze Bündel aus dem Verbund lösen. Daher wird hier die Fiber-Bundle Pull Out Methode vorgezogen, bei welcher ein ganzes Faserbündel aus der Matrix gezogen wird.[1] Die für vorliegende Arbeit durchgeführten Messungen bei Hochtemperatur dienen zur Erweiterung der bereits von BRANDSTETTER[1] im April 2005 bei Raumtemperatur durchgeführten Versuche.

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die Bruchmechanik zwischen Faser und Matrix eines Kohlenstofffaserverbundwerkstoffes kurz C/C (carbon/carbon composite) bei einer Testtemperatur von 1000°C zu untersuchen, und dadurch Aufschluss darüber zu erhalten ob und wie sich die Interface Parameter Reibspannung τ_f und maximale Spannung T_{max} gegenüber bei Raumtemperatur durchgeführten Messungen wie in der von BRANDSTETTER[1] durchgeführten Arbeit verändern.

Der Verlauf der Kraft-Weg-Kurve ist für den Faserbündel Pull-Out-Test typisch. Die Kraft steigt anfangs linear mit der Längenänderung der Faser bis zu einem Maximalwert, bei welchem das Ablösen des Faserbündels aus dem Material beginnt. Danach fällt die Kraft auf ein niedrigeres Niveau ab. Die Kraft, die proportional zur Kontaktfläche von Faser und Matrix ist, wird nun von dem Faserbündel auf die Matrix nur noch durch Reibung übertragen.

2 Material

Das folgende Kapitel gibt einen Überblick über die Eigenschaften des elementaren Kohlenstoffs und seine Bindungsformen, sowie über die Herstellung von Kohlenstofffasern, allgemeine Kohlenstoff-Kohlenstoff Verbundwerkstoffe, und den für die vorliegende Arbeit verwendeten Modifikationen des Verbundwerkstoffs CF 222 hergestellt von der Firma Schunk mit PAN – Fasern vom Fasertyp HTA 5131 6K der Firma Tenax.

2.1 Elementarer Kohlenstoff

Der Kohlenstoff ist das 6.Element des Periodensystems, ein Nichtmetall und in der 4.Hauptgruppe. In der Natur kommt Kohlenstoff sowohl in reiner Form; als Graphit, Diamant, Nanoröhrchen oder Fulleren, wie auch chemisch gebunden vor. Elementarer Kohlenstoff existiert in diesen drei verschiedenen Modifikationen, basierend auf ebenen sp^2 Bindungen bei Graphit, sp^3 Bindungen beim Diamanten, sowie räumlich geschlossenen sp^2 Bindungen bei Fullerenen. [15],[23]

Insgesamt besitzt Kohlenstoff sechs Elektronen, wovon sich in der K-Schale zwei im 1s-Orbital und in der L-Schale je zwei im 2s-Orbital und im 2p-Orbital befinden. Da die äußerste Schale nur halb gefüllt ist, kann Kohlenstoff mehr chemische Verbindungen eingehen als andere Elemente und hat zudem die Fähigkeit komplexe Moleküle zu bilden.[15],[23]

Atommasse [u]	Atomradius (berechnet) [pm]	Kovalenter Radius [pm]	Van-der- Waals Radius [pm]	Atomvolumen [cm ³ /mol]
12,0107	70 (67)	77	170	5,30

Tabelle 1: Kenndaten und Atomeigenschaften des elementaren Kohlenstoffs

Quelle: www.wikipedia.com

2.1.1 Bindungen des reinen Kohlenstoffs

Energetisch ist es vorteilhaft die äußeren vier Orbitale zu besetzen. Durch das Hybridisieren des 2s-Niveaus mit den drei 2p-Niveaus erhält man vier energetisch gleichwertige sp^3 -Orbitale. Methan (CH_4) ist unter anderem ein Beispiel für diese Bindung. Durch die sp^2 -Hybridisierung entstehen drei gleichwertige Hybridorbitale; hier wird die 2s-Orbital mit nur zwei 2p-Orbitalen kombiniert. Ein Beispiel für diese Bindungsart ist Ethylen (C_2H_4) oder Benzol (C_6).

Man bezeichnet die so entstandenen einfachen Bindungen als σ -Bindungen, sowie die Elektronen auf den sp -Orbitalen als σ -Elektronen. Wenn jedoch nur p-Orbitale überlappen, nennt man die Elektronen π - Elektronen und die Bindungen sind Doppelbindungen, so genannte π - Bindungen.[2]

Bei der Diamantstruktur treten nur σ -Bindungen(sp^3) auf. Die extrem große Härte des Diamanten rührt daher, dass die Kohlenstoffatome ein regelmäßiges, starres Gitter bilden, in dem jedes Atom von vier weiteren tetraedisch umgeben ist und so bei einer Spaltung die Atombindungen gespalten werden müssten. Da alle Außenelektronen an der Bindung beteiligt sind, hat der Kristall nahezu keine elektrische Leitfähigkeit.[15],[23]

Eine Graphitstruktur bildet sich aus, wenn sowohl σ – als auch π – Bindungen vorkommen. Die Atome bilden ein zweidimensionales hexagonales Netzwerk, also Graphen – Ebenen, die durch Stapelung Graphit ergeben. Da die Valenzelektronen bereits zweidimensional abgesättigt sind, führen zwischen den Schichten Van-der-Waals Kräfte zur Bindung. Die mechanischen Eigenschaften, sowie die elektrische Leitfähigkeit von Graphit sind aufgrund der Kristallstruktur stark anisotrop.[2]

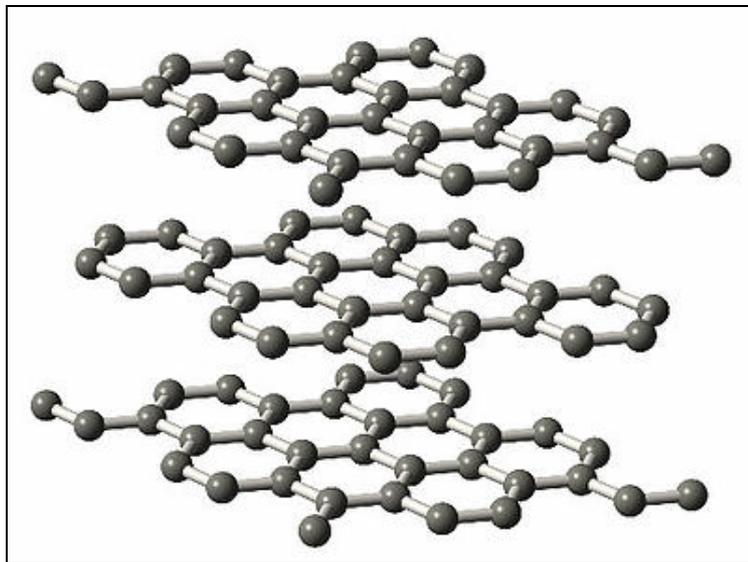


Abbildung 1: Kristallstruktur von Graphit Quelle: www.kefk.org

2.2 Kohlenstofffaser

Die besonderen Eigenschaften der Kohlenstofffasern können direkt auf die Anisotropie des Graphitkristalls zurückgeführt werden. In Richtung der Graphitschichten zeichnen sich die Kohlenstofffasern durch eine hohe Festigkeit und den höchsten E-Modul aus. Außerdem sind sie wegen ihrer geringen Dichte wesentlich leichter als andere Werkstoffe mit vergleichbaren Eigenschaften.[3]

Kohlenstofffasern werden am häufigsten aus folgenden organischen Ausgangsmaterialien, so genannten Precursoren hergestellt: Rayon, Polyacryl-

nitril(PAN), und Pech. Der erste Schritt zur Umwandlung der Ausgangsmaterialien ist die Oxidationsstabilisierung in Luft bei 200°C-250°C. Durch das gleichzeitige Anlegen einer Zugspannung wird eine etwaige Schrumpfung der Fasern verhindert, und es lässt sich die Orientierung der atomaren Struktur in den Fasern so verändern, dass bei der Carbonisierung höhere Festigkeiten und Steifigkeiten der Fasern erreicht werden können. Bei der Carbonisierung werden alle Elemente bis auf Kohlenstoff gasförmig abgespalten. Dabei wird die Temperatur in Schutzgasatmosphäre bis auf etwa 1000°C erhöht, mit zunehmender Temperatur steigt der Kohlenstoffanteil und es wird mit ausreichend hohen Temperaturen von >1500°C ein Kohlenstoffgehalt von bis zu 100% erzielt.[24] Die Graphitierung beginnt oberhalb von 1800°C. Die Graphitschichten orientieren sich dabei entlang der Faserachse und der Elastizitätsmodul wird dabei größer.[2]

2.3 Verbundwerkstoffe

C/C-Verbundwerkstoffe können sowohl aus kurzfaserverstärkten Filzen und Matten, sowie aus langfaserverstärkten Geweben hergestellt werden. Man unterscheidet außerdem nach verschiedenen Verstärkungsdimensionen, wie 1D, 2D, 3D und nD Verstärkungen.[2]

Bei einer 1D Verstärkung sind die Achsen aller zur Verstärkung dienenden Fasern parallel angeordnet. Dadurch ist jedoch die Festigkeit normal zur Verstärkungsachse sehr gering, weshalb man für einen technischen Einsatz als plattenförmige Konstruktionselemente zweidimensional verwobene Materialien, also 2D-Verstärkung verwendet.[2]

Die am häufigsten vorkommenden Webarten für die 2D- Verstärkung sind das Köper- und das Atlas(Satin-)Gewebe. Beim Köpergewebe werden Bindungspunkte durch die Verschlaufung von Kett- und Schussfäden entlang einer Diagonalen erzeugt. Diese Diagonale wird Köpergrat genannt. Ein Spezialfall dieser Gewebeart ist das Leinwandgewebe, in welchem jeder Kettfaden mit einem

Schussfaden verschlauft ist, wodurch jedoch eine sehr große Köperkrümmung zustande kommt, welche die Steifigkeit des Werkstoffes im Vergleich zu einer 1D-Verstärkung verringert. Auch der maximale Faservolumsgehalt ist aufgrund dieser Krümmung gering. Beim Korbgewebe hingegen sind jeweils zwei Kett- und zwei Schussfäden miteinander verschlauft, wodurch der Elastizitätsmodul des Korbwebes gegenüber der Leinwandbindung wieder etwas erhöht ist.[2]

Beim Atlasgewebe hingegen berühren sich die Bindungspunkte an keiner Stelle. Das Gewebebild wird dadurch gebildet, dass in ununterbrochener Reihenfolge in Kett- und Schussrichtung das Bindungsmuster aneinandergereiht wird. Das Bindungsmuster wird Bindungsrapport genannt, und die zeichnerische Darstellung einer Bindung ist die Bindungspatrone. Der Bindungsrapport besteht aus der Mindestanzahl an notwendigen Verkreuzungen der Kett- und Schussfäden der in der Bindungspatrone angegebenen Verkreuzungen für die Gewebeart.[2]

Auf der Kettlinie sind die Abstände von einem Bindungspunkt zum nächsten in einer Richtung gleich. Man nennt diesen Abstand Steigung, und die Steigungszahl gibt an wie viele Schussfäden der Bindungspunkt auf der nächsten Kettlinie nach oben weiterrückt.[2]

Ein Vorteil des Satingewebes gegenüber dem Leinwandgewebe ist seine viel geringere Krümmung.[2]

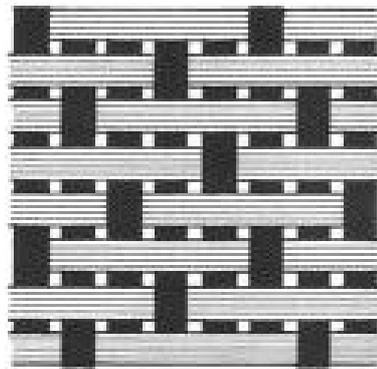


Abbildung 2: Atlaswebung Quelle: www.oelkrugmasshemden.de

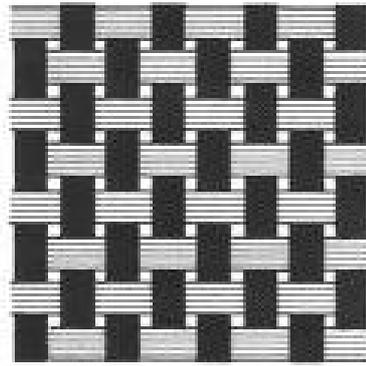


Abbildung 3: Leinwandwebung Quelle: www.oelkrugmasshemden.de

Wie schon erwähnt genügt für die meisten Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt 2-dimensional verstärktes Gewebe, da die meisten Bauteile plattenförmig konstruiert sind und daher zweidimensionalen Spannungsverhältnissen ausgesetzt sind.[2] Bei komplexeren Anwendungen, wie zum Beispiel bei Raketendüsen, die hohen thermomechanischen Belastungen ausgesetzt sind werden 3D verstärkte Gewebe verwendet, um einer Zerstörung des Bauteils durch Delamination entgegen zu wirken.[2]

Durch eine Verstärkung in allen drei Dimensionen kommt es einerseits zu einer höheren thermomechanischen Belastbarkeit, jedoch nimmt andererseits die Zugfestigkeit ab. Auch die Steifigkeit verringert sich in der ersten und zweiten Richtung mit zunehmendem Faseranteil in der dritten Richtung, da dadurch der Anteil der lasttragenden Fasern in diesen Richtungen verringert wird. Wenn dadurch inhomogene Spannungsverteilungen auftreten, kommt es zu Dehnungsüberhöhung und dadurch zu Materialversagen.[2]

Wenn nun zusätzlich zu den drei Verstärkungsrichtungen noch weitere eingebracht werden, spricht man von n-dimensionaler Verstärkung. Dadurch kann isotropes mechanisches Verhalten des Materials erreicht werden.[2]

Physikalische Eigenschaften des C/C Verbundwerkstoffes[2],[24],[25]:

- geringe Dichte
- hohe Risszähigkeit
- keine Kriechdehnung bis 2000°C
- nicht Hookesches Verhalten und eine Spannungs-Dehnungs Hysteresis
- mechanische Anisotropie
- Anisotropie der elektrischen und der thermischen Leitfähigkeit
- pseudoplastisches Bruchverhalten
- bei Biegebelastung Druck- statt Zugversagen

Nachteile des Kohlenstoffverbundwerkstoffes sind jedoch die Unsicherheiten bei der Feststellung des Schädigungsbeginnes, und die sehr geringe Oxidationsbeständigkeit. Da die Oxidationsschwelle von Kohlenstoff bei etwa 370°C liegt muss der Verbundwerkstoff durch einen ausreichenden Oxidationsschutz von der Atmosphäre getrennt werden. Silizium-Keramiken eignen sich am besten dazu, da sie die beste thermische Kompatibilität und die niedrigste Oxidationsrate haben.[2],[26]

2.4 CF 222 mit C-Fasern vom Typ HTA 5131 6K

Das in der vorliegenden Arbeit untersuchte Material ist CF 222 von der Firma Schunk Kohlenstofftechnik (Gießen, Deutschland) aus Kohlenstofffasern vom Typ HTA 5131 6K der Firma Tenax. Es handelt sich um einen bidirektional geschichteten Laminatwerkstoff, dessen einzelne Lagen aus einem 8H-Satin Gewebe bestehen. Bei der Herstellung von CF 222 werden die Gewebelagen zuerst mit Phenolharz getränkt und dann in einer (0°/90°) Stapelfolge aufeinander geschichtet und im Autoklaven ausgehärtet. Aus diesem Prozess erhält man kohlenstofffaserverstärkten Kunststoff, welcher bei geringem Sauerstoffpartialdruck pyrolisiert wird, wobei dann der Kunststoff in Kohlenstoff umgewandelt wird. Um die während der Pyrolisierung entstanden Poren zu füllen, wird das Material mehrmals nachver-

dichtet, indem es mit niedrigviskosem Phenolharz reimprägniert wird und anschließend pyrolisiert wird. Durch diesen Vorgang erhöht sich auch die Dichte des Materials. Abschließend wird das Material bei verschiedenen Temperaturniveaus graphitiert, wodurch verschiedene Modifikationen mit unterschiedlicher Dichte und Porosität entstehen (drei Beispiele sind in Tabelle 2.1 angeführt). Handelsüblich ist die Modifikation A, die bei einer Temperatur von 2100°C graphitiert wurde, und die auch für diese Arbeit verwendet wurde.[2],[16]

Materialbezeichnung	Graphitierungstemperatur [°C]	Dichte [gcm ⁻³]	Porosität [%]
A	2100	1,60	8,6
B	2400	1,69	10,0
C	1800	1,49	7,3

Tabelle 2: Materialkennndaten der verschiedenen CF-222 Modifikationen[2]

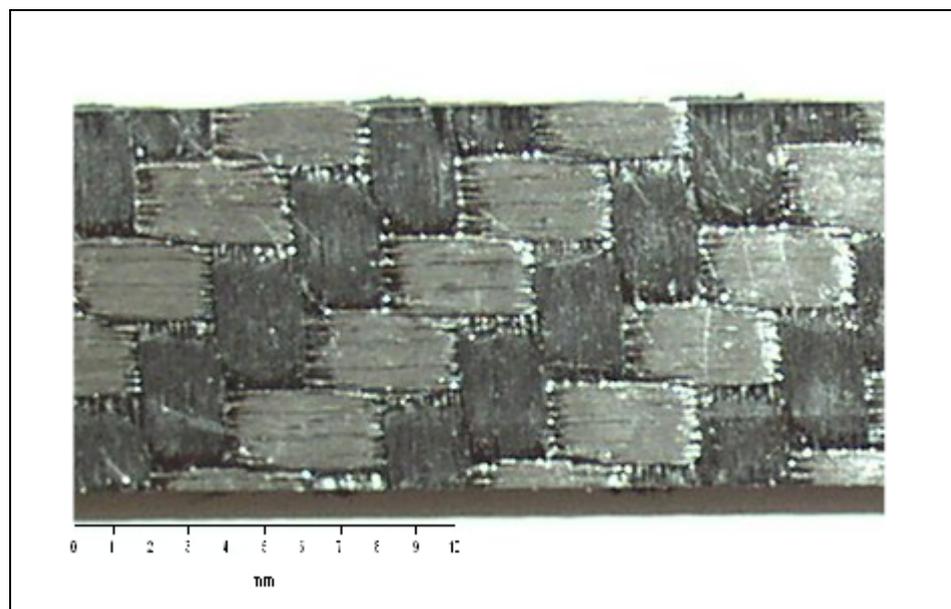


Abbildung 4: verwendetes Probenmaterial CF 222, 8H Satin Gewebe

Die verschiedenen Graphitierungstemperaturen der Materialien A, B und C haben Einfluss auf den interlaminaren Schubmodul des Verbundwerkstoffs.[10] Da sich die Mikrostruktur der Fasern bei der Hochtemperaturbehandlung von hoher Zähigkeit (*high tenacity*, kurz HT) hin zu hohem Modul (*high modulus*, kurz HM) ändert, ändern sich die mechanischen und elastischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffs.[10] Deshalb steigt das Elastizitätsmodul mit zunehmender Graphitierungstemperatur an.[10]

Der interlaminare Schubmodul,- welcher hauptsächlich vom Interface zwischen den Laminebenen abhängt, und somit nicht von der Änderung der Mikrostruktur der Fasern beeinflusst wird,- wird kaum von der Hochtemperaturbehandlung beeinflusst, und zeigt ein Maximum bei einer Graphitierungstemperatur von 2100°C.[10] Durch die zunehmende Porosität des Verbundwerkstoffes nimmt der interlaminare Schubmodul bei höheren Temperaturen als 2100°C wieder ab.[10]

Für den intralaminaren Schubmodul wurde in der Arbeit von Domnanovich et al.[10] auch ein Ansteigen mit höherer Graphitierungstemperatur erwartet. Die Versuche dazu von Domnanovich et al.[10] haben jedoch gezeigt, dass das intralaminare Schubmodul mit zunehmender Graphitierungstemperatur abnimmt.[10] Mögliche Gründe dafür wie die durch Matrixschrumpfung hervorgerufene Reduktion der effektiven Querschnittsfläche, also der Fläche zwischen den Laminebenen die zur Haftung beitragen, werden genauer in deren Arbeit erläutert.[10]

Die Interlaminare Scherfestigkeit ist bei allen Testtemperaturen am höchsten für das Material A($T_G = 2100^\circ\text{C}$) und am niedrigsten für das Material C($T_G = 1700^\circ\text{C}$).[10] Für alle Materialien nimmt die interlaminare Scherfestigkeit bei höheren Versuchstemperaturen zu. Die Versuche wurden von Domnanovich, Peterlik, Wanner und Kromp bei Raumtemperatur, bei 1000°C und bei 1700°C durchgeführt. Beim Abkühlen des Materials treten thermische Spannungen auf, welche im Werkstoff Risse verursachen, wodurch dieser geschwächt wird. Eine mögliche Ursache für die Zunahme der interlaminaren Scherfestigkeit ist das Schließen die-

ser Risse und eine Reduktion der inneren Spannungen je näher die Versuchstemperatur an der Herstellungstemperatur liegt.[10]

2.4.1 CVD – PyC Beschichtungen

Diese Kapitel beschreibt das Beschichtungsverfahren „CVD – PyC Coating“ der für vorliegende Arbeit verwendeten Materialien M5, M6, M7 und M8, welche Modifikationen des CF 222 Verbundwerkstoffs mit Fasern vom Typ HTA 5131 6K sind. Die folgenden Prozesse sind zusammen gefasst aus dem Buch von Weiss.[16] Die Datenblätter der Materialien befinden sich im Anhang.

Die chemische Gasphasenabscheidung (kurz CVD; *chemical vapour desposition*) dient allgemein dazu hochreine Hochleistungsmaterialien herzustellen. Dabei wird aus der erhitzten Oberfläche des Materials aus der Gasphase eine Komponente des Feststoffes abgeschieden. Dies ist nur möglich wenn die Verbindungen der Schichtkomponenten flüchtig sind und die feste Schicht bei einer bestimmten Reaktionstemperatur abscheiden. Das CVD – Verfahren wird bei reduziertem Druck (zwischen 1 – 1000 Pa) durchgeführt, um Gasphasen Reaktionen an der Oberfläche zu fördern und die Bildung von festen Partikeln zu vermeiden. Es kommt zu einer konformen Schichtabscheidung, wodurch es möglich wird auch komplex dreidimensional geformte Oberflächen gleichmäßig zu beschichten.[15],[16]

Um poröse Körper, wie z.B. Faserbündel gleichmäßig beschichten zu können, ist eine Abwandlung des herkömmlichen CVD Verfahrens notwendig; das CVI Beschichtungsverfahren (*chemical vapour infiltration*). [15],[16]

The CVI-process is based on a gas phase pyrolysis of gaseous species deposited on the surface (pore walls) of the fibrous preform. The process itself is controlled by the deposition parameters and the in-pore diffusion rates. The microstructure of the deposits is mainly determined by the surface of the substrates and the deposition parameters. The homogeneity of pore filling with a minimum of

closed porosity is the key factor for fast CVI densification procedures. The most common CVI process is the isothermal impregnation method. [16]

Die für die vorliegende Arbeit verwendeten Materialien wurden durch das isotherme CVI – Verfahren beschichtet. Bei der isothermen CVI – Beschichtung werden die Vorformen der Fasern in einem Hochofen auf die CVI – Temperatur, die zwischen 800°C und 1200°C liegen kann, erhitzt. Die Temperatur und der Druck (typischerweise unter 100mbar) im Hochofen werden während des gesamten Abscheidungsprozesses konstant gehalten. Als Ausgangsmaterial (*precursor*) wird Methan verwendet, welches gleichzeitig für die CVI – Imprägnation und das Aufheizen des Hochofens dient. Das Pyrocarbon (PyC) schließt sehr oft offene poröse Stellen an der Oberfläche noch bevor die endgültige Verdichtung stattgefunden hat. Daher müssen im Zwischenschritt die C/C – Verbundwerkstoffe aus dem Hochofen entnommen werden und die geschlossenen Porositäten maschinell wieder geöffnet werden. Das Material wird danach wieder erhitzt und das CVI – Verfahren bis zur endgültigen Verdichtung durchgeführt. Die Anzahl der Zwischenschritte hängt von der Dicke der C/C – Komponenten ab, die mittels CVI verdichtet werden sollen. Das CVI – Verfahren hat eine exzellente Reproduzierbarkeit und die resultierende PyC – Matrix besitzt eine hohe Dichte, hohe Moduln und gute Graphitierbarkeit.[16]

Die Beschichtungen der in vorliegender Arbeit verwendeten Modifikationen des CF 222; M5, M6, M7 und M8 unterscheiden sich wie folgt:

- Material M5 wurde zusätzlich mit CVD(*chemical vapour deposition*) und PyC(*PyroCarbon*) Verfahren beschichtet.
- Die Fasern des Materials M6 wurden einer Hochtemperaturbehandlung unterzogen (bei 2100°C für eine Stunde ausgelagert) und danach wurde das Substrat zusätzlich durch CVD(*chemical vapour deposition*) und PyC(*PyroCarbon*) Verfahren beschichtet.
- Der Verbundwerkstoff des Materials M7 wurde keiner weiteren Behandlung, wie Hochtemperaturbehandlung oder Beschichtung, unterzogen.

- Die Fasern des Materials M8 wurden vor und nach der CVD-PyC Beschichtung einer Hochtemperaturbehandlung mit 2100°C für eine Dauer von jeweils einer Stunde unterzogen.

3 Theorie

Im folgenden Kapitel werden mathematische und physikalische Grundlagen zu Scherspannung und Reibspannung beim Fibre-Bundle Pull-Out-Test erklärt. Die Spannung τ_{\max} ist die maximale Kraft pro Faser-Matrix Kontaktfläche, und die Reibspannung τ_f ist die durch Reibung entstehende Kraft auf die Kontaktfläche.

3.1 Modelle

Es gibt zwei unterschiedliche mathematisch-physikalische Modelle zur Betrachtung des Faser-Auszug Versuches[7]. Man unterscheidet diese beiden Modelle durch die Betrachtung des Rissvorganges; in dem einen Modell, das so genannte *Shear Lag Modell*, welches COX[8] als einer der ersten verwendet hat, wird davon ausgegangen, dass sich die Faser nach dem Erreichen einer kritischen Scherspannung vollkommen von der Matrix löst, und bei dem anderen Modell geht man von einem bruchmechanischen Ansatz aus, wo die abgelöste Zone als Grenzflächenriss betrachtet wird, und das Fortschreiten dieses Risses ein Energiekriterium, die kritische Energiefreisetzungsrate (*critical energy release rate criterion*) erfüllt.[2]

3.1.1 Das Shear Lag Modell[2],[13]

Folgender Abschnitt beschreibt die Grundlagen des Shear Lag Modells, zusammengefasst aus den Arbeiten von Domnanovich[2] und Chawla[13].

In diesem Modell wird die an der Matrix außen anliegende Kraft nur durch Scherspannungen auf die Faser übertragen. Durch diese Reduzierung können die Spannungsverhältnisse im Interface zwischen Faser und Matrix untersucht werden.

Unter dem Einfluss einer äußeren Last dehnen sich Faser und Matrix unterschiedlich aus. Die Verschiebung der Faser wird im Folgenden mit u und die Ver-

schiebung der Matrix mit v bezeichnet. Die angelegte Last wird durch Scherdehnungen in der Matrix übertragen.

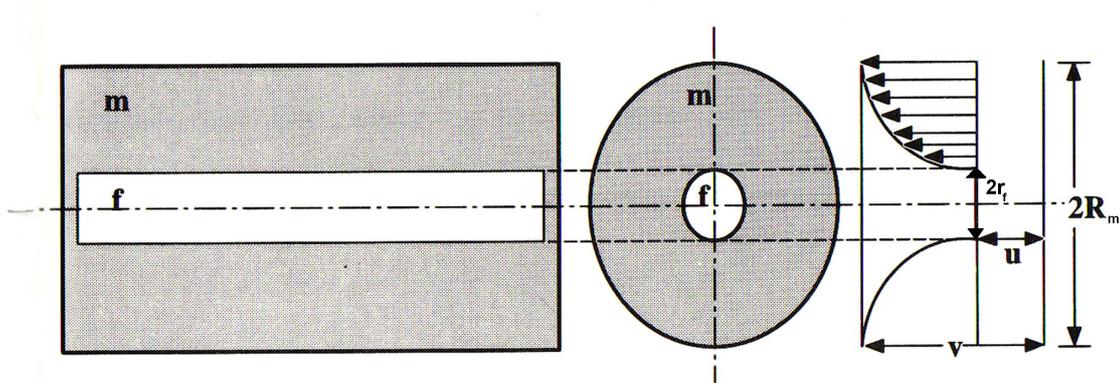


Abbildung 5: Eine in der Matrix m eingebettete Einzelfaser f ; diese Anordnung unter Beanspruchung einer axialen Dehnung und die resultierenden Verschiebungen u und v der Faser und der Matrix. Quelle: Ceramic Matrix Composites, Chawla [13]

Voraussetzungen für das Shear Lag Modell[2]:

- Es besteht ideale Haftung zwischen Faser und Matrix, es gibt kein Gleiten zwischen beiden
- Faser und Matrix haben gleiche Poissonzahlen, dadurch kommt es nicht zu Querspannungen, wenn Last in Faserrichtung angelegt wird
- Die Faser wird nicht direkt belastet, sondern Scherdehnungen in der Matrix und im Interface übertragen die Last auf die Faser
- Die Spannungskonzentrationen an den Faserenden können vernachlässigt werden.

Die Faser mit dem Radius r_F sei in eine zylindrische Matrix mit dem Radius R_M vollkommen eingebettet (siehe Abbildung 5).

Da die Lastübertragung von der Matrix auf die Faser aufgrund der beiden axialen Verschiebungen u und v erfolgt, gilt mit der an die Faser angreifenden Kraft F und der von Geometrie und elastischen Eigenschaften des Verbundes abhängigen Konstanten B :

$$\frac{dF}{dx} = B(u - v) \quad 3.1$$

Eine weitere Differentiation nach x ergibt:

$$\frac{d^2 F}{dx^2} = B\left(\frac{du}{dx} - \frac{dv}{dx}\right) \quad 3.2$$

In einem Abstand von der Faser ist die axiale Dehnung der Matrix

$$\varepsilon = \frac{dv}{dx} \quad 3.3$$

Für die Faser gilt aufgrund des Hookeschen Gesetzes

$$\frac{du}{dx} = \frac{F}{E_f A_f} \quad 3.4$$

F ist die axiale Kraft an die Faser, E_f ist der Elastizitätsmodul der Faser und A_f ist der Querschnitt der Faser. In Gleichung 3.2 eingesetzt folgt damit

$$\frac{d^2 F}{dx^2} = B\left(\frac{F}{E_f A_f} - \varepsilon\right) \quad 3.5$$

Eine Lösung dieser Differentialgleichung ist

$$F = E_f A_f \varepsilon + S' \cosh(\beta x) + T' \sinh(\beta x) \quad 3.6$$

und

$$\sigma_f = \frac{F}{A_f} = E_f \varepsilon + S \cosh(\beta x) + T \sinh(\beta x) \quad 3.7$$

Mit den beliebigen Konstanten S und T , die aus den Randbedingungen bestimmt werden müssen, und

$$\beta = \sqrt{\frac{B}{A_f E_f}} \quad 3.8$$

Um die Konstante S und T zu bestimmen, setzen wir bei $x = 0$ und $x = l$ als Randbedingungen $F = 0$ bzw. $\sigma_f = 0$ ein, weil die Faser an den beiden Enden nicht direkt belastet wird.

Mit $F = 0$ bei $x = 0$ folgt

$$\begin{aligned} 0 &= E_f \varepsilon + S \\ S &= -E_f \varepsilon \end{aligned} \quad 3.9$$

Und mit $F = 0$ bei $x = l$

$$\begin{aligned} 0 &= E_f \varepsilon + S \cosh \beta l + T \sinh \beta l = E_f \varepsilon - E_f \varepsilon \cosh \beta l + T \sinh \beta l \\ T &= E_f \varepsilon \frac{(\cosh(\beta l) - 1)}{\sinh(\beta l)} = E_f \varepsilon \tanh\left(\frac{\beta l}{2}\right) \end{aligned} \quad 3.10$$

Und daraus

$$\sigma_f = E_f \varepsilon \left[1 - \cosh(\beta x) + \tanh\left(\frac{\beta l}{2}\right) \sinh(\beta x) \right] \quad 3.11$$

Mit dem Theorem für halbe Winkel folgt für Zugspannung in der Faser

$$\sigma_f = E_f \varepsilon \left[1 - \frac{\cosh \beta \left(\frac{l}{2} - x \right)}{\cosh \beta \frac{l}{2}} \right] \quad \text{für} \quad 0 < x < \frac{l}{2} \quad 3.12$$

Die maximal mögliche Dehnung in der Faser ist die erzwungene Dehnung ϵ und die maximale Spannung ist $E_f \epsilon$. Das Shear-Lag Modell sagt also voraus, dass die Spannung in der Faser von beiden Enden her bis zum maximalen Wert $E_f \epsilon$ ansteigt, wenn die Faser lang genug ist. Die mittlere Spannung in einer Faser der Länge l ist somit

$$\bar{\sigma} = \frac{1}{l} \int_0^l \sigma dx = E_f \epsilon \left[1 - \frac{\tanh\left(\frac{\beta l}{2}\right)}{\frac{\beta l}{2}} \right] \quad 3.13$$

Man erhält den Verlauf der Scherspannung τ am Faser-Matrix Interface unter Berücksichtigung der Gleichgewichtskräfte die in Faserrichtung an einem Element dx der Faser mit dem Radius r_f wirken. Somit folgt mit Abbildung 6

$$\left(\frac{dF}{dx} \right) dx = 2\pi r_f dx \tau \quad 3.14$$

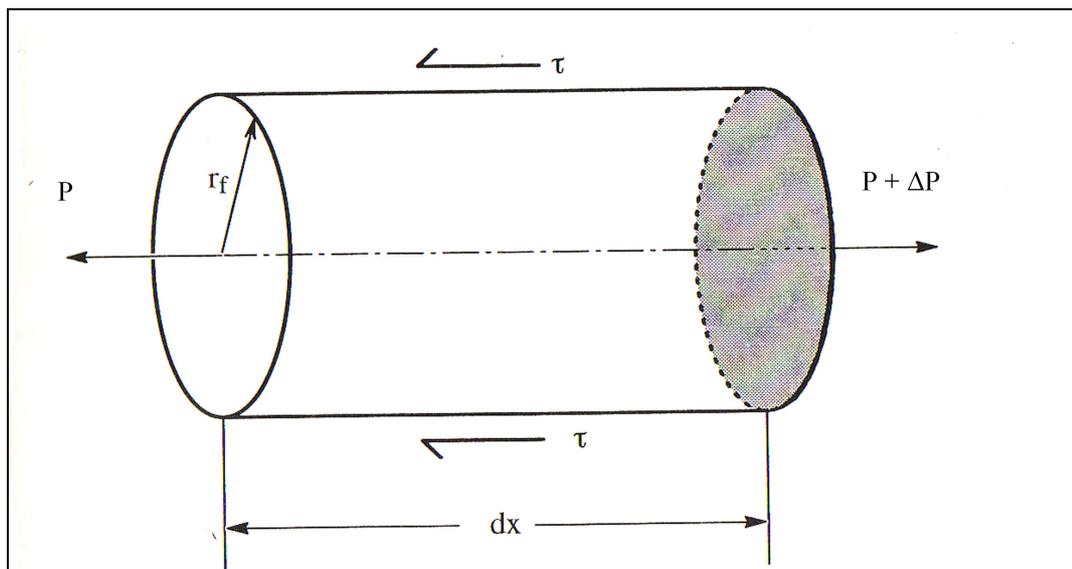


Abbildung 6: Kräftegleichgewicht an einem Element dx der Faser mit Radius r_f . Quelle: Ceramic Matrix Composites, Chawla [13]

Die axiale Kraft an die Faser F entspricht $\pi r_f^2 \sigma_f$. In Gleichung 3.14 eingesetzt erhält man

$$\frac{d\sigma}{dx} = \frac{2\tau}{r_f} \quad 3.15$$

Aus den Gleichungen 3.12 und 3.15 folgt dann

$$\tau = \frac{E_f r_f \beta \epsilon}{2} \frac{\sinh \beta \left[\frac{l}{2} - x \right]}{\cosh \frac{\beta l}{2}} \quad 3.16$$

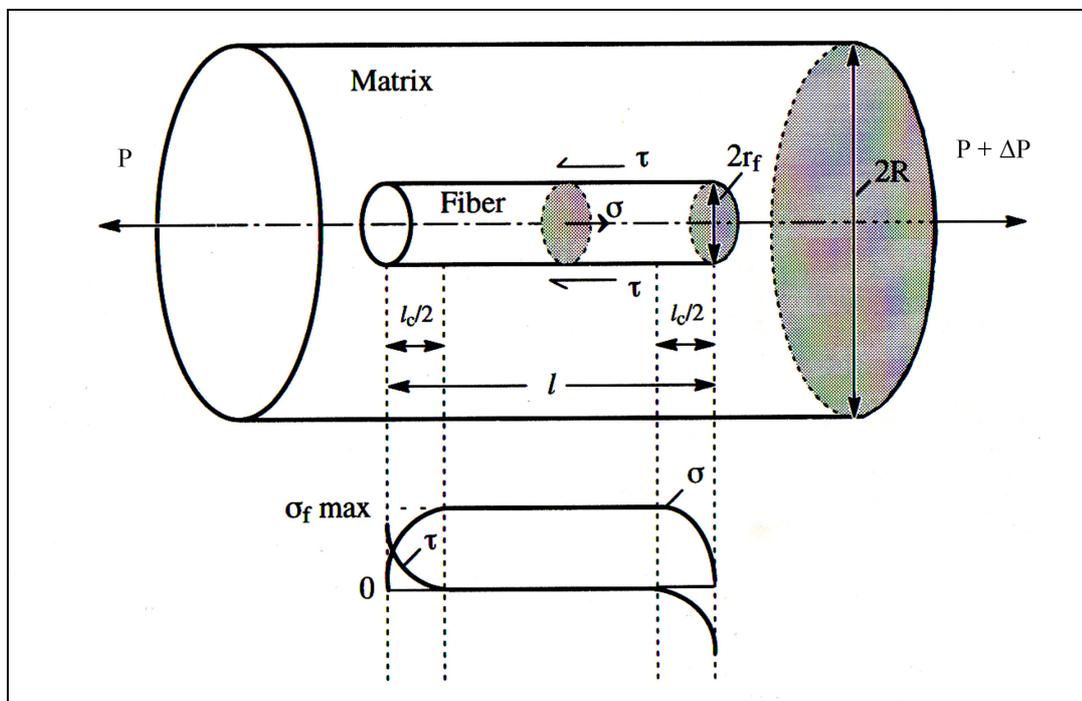


Abbildung 7: Veränderung der Zugspannung σ und der Scherspannung τ entlang des Faser/Matrix Interface. Quelle: Ceramic Matrix Composites, Chawla [13]

Abbildung 7 zeigt die Änderung von σ_f und τ mit der Länge x entlang der Faser. Die maximale Scherspannung in Gleichung 3.16 kann sowohl die Schubschergrenze der Matrix, sowie die Scherfestigkeit des Faser-Matrix Interface sein. In Verbundwerkstoffen mit keramischer Matrix, ist die Scherfestigkeit des Faser-Matrix Interface erwartungsgemäß kleiner als die Festigkeit der Matrix. Daher kann τ mit Sicherheit als Scherfestigkeit des Interface angenommen werden.

Um die Konstante B zu bestimmen, die wie bereits oben schon erwähnt von der Geometrie der Faseranordnung abhängt, lassen wir die Faserlänge l wesentlich größer werden als den Radius r_f . Wenn man einen Verbund mit dem Radius R_m betrachtet in den die Faser eingebettet ist, dann ist $2R_m$ der kleinstmögliche Abstand zwischen der zentralen Achse zweier Fasern. Wenn man die Scherspannung in Faserrichtung in einer Distanz r von der Faserachse mit $\tau(r)$ bezeichnet, so kann man an der Faseroberfläche wo $r = r_f$ ist schreiben

$$\frac{dF}{dx} = -2\pi r_f \tau(r_f) = B(u - v) \quad 3.17$$

Somit folgt für B

$$B = -\frac{2\pi r_f \tau_f}{(u - v)} \quad 3.18$$

Es sei w die tatsächliche Verschiebung der Matrix und nachdem am Faser-Matrix Interface das Gleiten ausgeschlossen sein soll, ist $w = u$. In einem Abstand R vom Zentrum der Faser, unter der Annahme dass die Faser in einem Zylinder eingebettet ist, ist die Verschiebung der Matrix von der Faser unberührt und $w = v$. Die Gleichgewichtskräfte die so auf das Matrixvolumen zwischen r_f und R wirken sind

$$2\pi r \tau(r) = const. = 2\pi r_f \tau(r_f) \quad 3.19$$

oder

$$\tau(r) = \frac{\tau(r_f)r_f}{r} \quad 3.20$$

Für die Scherspannung in der Matrix kann mit dem Matrix-Schermodul G_m das Hookesche Gesetz als $\tau(r) = G_m\gamma$ geschrieben werden und

$$\gamma = \frac{dw}{dr} = \frac{\tau(r)}{G_m} = \frac{\tau(r)r_f}{G_m r} \quad 3.21$$

Man bekommt dann mit der Integration von r_f bis R

$$\Delta w = \int_{r_f}^R dw = \frac{\tau(r_f)r_f}{G_m} \int_{r_f}^R \frac{1}{r} dr = \frac{\tau(r_f)r_f}{G_m} \ln\left(\frac{R}{r_f}\right) \quad 3.22$$

Laut Definition gilt ebenso

$$\Delta w = (v - u) = -(u - v) \quad 3.23$$

Aus Gleichung 3.22 und 3.23 erhalten wir

$$\frac{\tau(r_f)r_f}{(u - v)} = -\frac{G_m}{\ln\left(\frac{R}{r_f}\right)} \quad 3.24$$

Weiters folgt mit Gleichung 3.18 und 3.24

$$B = \frac{2\pi G_m}{\ln\left(\frac{R}{r_f}\right)} \quad 3.25$$

Somit kann man für den Lasttransferparameter β schreiben

$$\beta = \sqrt{\frac{B}{E_f A_f}} = \sqrt{\frac{2\pi \cdot G_m}{E_f A_f \ln\left(\frac{R}{r_f}\right)}} \quad 3.26$$

Der Term R/r_f entspricht der Faser-Packungsdichte. Für eine kubische Packung der Fasern folgt

$$\ln\left(\frac{R}{r_f}\right) = \frac{1}{2} \ln\left(\frac{\pi}{V_f}\right) \quad 3.27$$

Und für die hexagonale Packung

$$\ln\left(\frac{R}{r_f}\right) = \frac{1}{2} \ln\left(\frac{2\pi}{\sqrt{3}V_f}\right) \quad 3.28$$

Mit der maximalen Packungsdichte ϕ_{max} kann der Term für die Faser-Packungsdichte verallgemeinert werden, und in Gleichung 3.28 eingesetzt folgt für den Lasttransferparameter

$$\beta = \sqrt{\frac{4\pi \cdot G_m}{E_f A_f \ln\left(\frac{\phi_{max}}{G_m}\right)}} \quad 3.29$$

Umso größer das Verhältnis von G_m/E_f , umso größer ist auch β und umso schneller steigt die Last auf die Faser, ausgehend von den Faserenden. Eine Schlussfolgerung der Shear - Lag Analyse ist, dass die Scherfestigkeit aus Gleichung 3.17 groß sein muss, um eine Faser bis zur maximalen Festigkeit belasten zu können. In Verbundwerkstoffen mit keramischer Matrix erwartet man, dass die Scherfestigkeit des Faser-Matrix Interface die maximale Scherfestigkeit vorgibt. Wenn jedoch Faser und Matrix unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten besitzen, so ist das Interface einem radialen Druck q ausgesetzt. Es gilt

dann $\tau_i = q\mu$, wobei μ der Coulombsche Reibungskoeffizient ist. Bei nochmaliger Betrachtung der Gleichgewichtskräfte auf dem Stück $L/2$ der Faser folgt dann

$$\sigma_f \frac{\pi d^2}{4} = \tau_i \pi d \frac{L}{2} \quad 3.30$$

Oder

$$\frac{L}{d} = \frac{\sigma_f}{2\tau_i} \quad 3.31$$

Weil die Faser von beiden Enden belastet wird, wird hier $L/2$ und nicht L herangezogen. Wenn die Faser lang genug ist und das Interface fest genug ist, sollte es möglich sein die Faser bis zur maximale Spannung, also zur Bruchspannung σ_{fu} , zu belasten. Um dies zu erreichen sei nun $(L/d)_c$ das Verhältnis von minimaler Faserlänge zu Faserdurchmesser. Wir nennen das Verhältnis (L/d) den Formfaktor, und das Verhältnis $(L/d)_c$ den kritischen Formfaktor um die Bruchspannung σ_{fu} zu erreichen. Dies kann man schreiben als

$$\left(\frac{L}{d}\right)_c = \frac{\sigma_{fu}}{2\tau_i} \quad 3.32$$

Für einen vorgegebenen Faserdurchmesser d können wir nun die kritische Faserlänge L_c einführen.

$$L_c = \frac{d\sigma_{fu}}{2\tau_i} \quad 3.33$$

Dies besagt dass die Faserlänge größer oder gleich L_c sein muss, damit man sie überhaupt bis zur maximalen Spannung belasten kann und dass die Lastübertragungslänge einer Faser unabhängig von der Gesamtlänge der Faser ist. Da die durchschnittliche Belastung in der Faser kleiner sein wird als die maximale Belas-

tung die auf das Faserzentrum wirkt, kann die durchschnittliche Spannung in der Faser geschrieben werden als

$$\bar{\sigma}_f = \frac{1}{L} \int_0^L \sigma_f dx = \frac{1}{L} [\sigma_f (L - L_c) + \beta \sigma_f L_c] = \frac{1}{L} [\sigma_f L - L_c (\sigma_f - \beta \sigma_f)] \quad 3.34$$

Oder

$$\bar{\sigma}_f = \sigma_f \left(1 - \frac{L - L_c}{L} \beta \right) \quad 3.35$$

Das Shear – Lag Modell sagt also voraus, dass sich die Spannung und die Verschiebung von beiden Enden der Faser her über einer Länge $L/2$ aufbaut. Die Faser trägt den größten Teil der Spannung, da lokale Verschiebungen über $L/2$ in Faser und Matrix gleich sind.

3.1.2 Das Modell von GAO[14]

In folgendem Kapitel wird ein bruchmechanisches Modell für das Ablösen der Faser aus der Matrix vorgestellt unter Bezugnahme der Reibung in der abgelösten Region. Dieses Modell wurde von GAO[14] entwickelt und wurde aus dessen Arbeit[14] zusammengefasst.

3.1.2.1 Stab-Zylinder Analyse (*Rod-cylinder analysis*)

Die Faser-Matrix Ablösung lässt sich als einfaches Shear-Lag Modell, angewendet auf einen Stab(Faser) der in einem Zylinder(Matrix) eingebettet ist, darstellen (siehe Abbildung 8). Die Probe ist an dem einen Ende, bei $y = s$ befestigt und

an dem anderen Ende, bei $y = 0$ wird die Faser mit einer Kraft F belastet. Der Radius R_m des Matrixzylinders ist definiert durch

$$R_m = \frac{r_f}{\sqrt{c_f}}$$

3.36

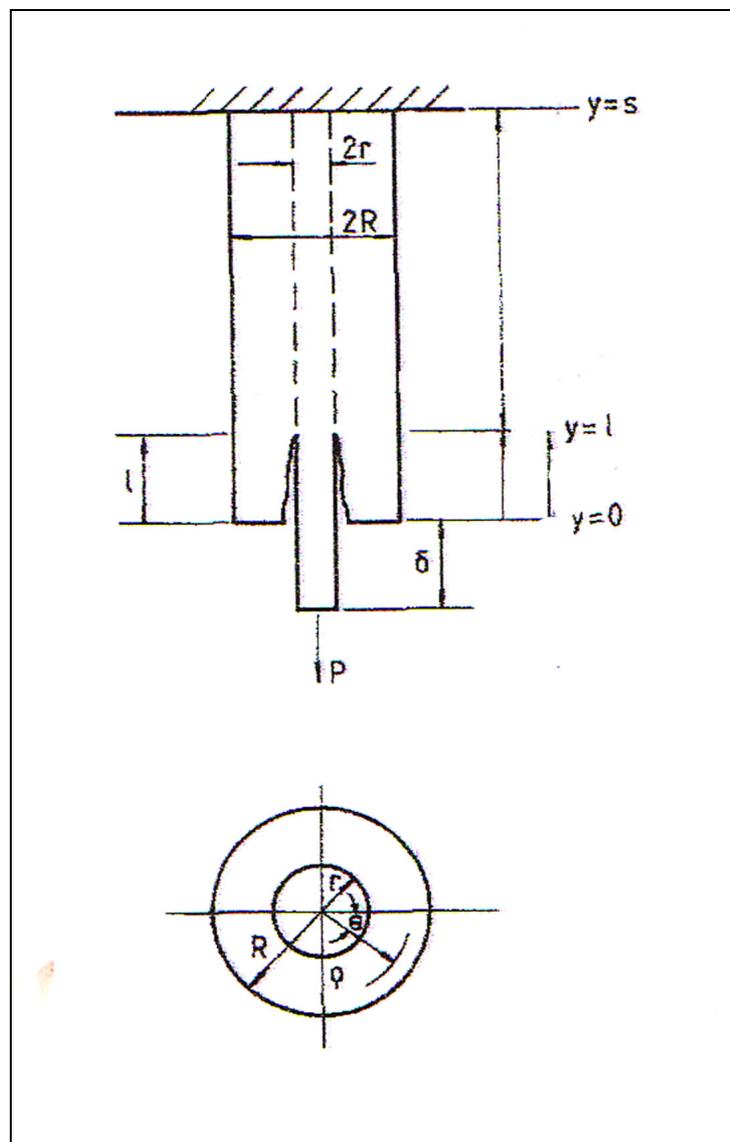


Abbildung 8: Faser-Matrix System mit teilweise abgelöster Einzelfaser. Quelle: GAO[14]

Mit dem Faserradius r_f und dem Volumsanteil c_f der Faser. Es sei nun l die anfangs abgelöste Länge der Faser und τ_s die durch den Druck des Interface auf die abgelöste Zone wirkende Scherspannung. Auf Faser und Matrix wirken die Zugkräfte T_m, T_f die die zugehörigen Verschiebungen $u_m(y), u_f(y)$ verursachen. Mit den Elastizitätsmodulen E_m, E_f und den Poissonzahlen ν_m, ν_f für Matrix und Faser folgen für die abgelöste Zone $y < l$ folgende Gleichgewichtsbedingungen

$$\frac{dT_m}{dy} = -\frac{dT_f}{dy} = 2\pi r \tau_s \quad 3.37$$

Und Spannungs-Dehnungsbeziehungen

$$\frac{du_f}{dy} = \frac{T_f}{\pi r_f^2 E_f} - \frac{2\nu_f}{E_f} q^* \quad 3.38$$

$$\frac{du_m}{dy} = \frac{\gamma T_m}{\pi r_f^r E_m} + \frac{2\nu_m}{E_m} \gamma q^* \quad 3.39$$

Mit

$$\gamma = \frac{r_f^2}{(R_m^2 - r_f^2)} = \frac{c_f}{c_m} \quad 3.40$$

Der Volumsanteil der Matrix ist c_m , wobei $(c_f + c_m)=1$, und $-q^*$ ist der zusätzliche Druck am Interface der abgelöste Zone durch T_f und T_m . Für das Verhältnis zwischen dem Interfacedruck q^* und den Zugkräften T_f und T_m untersuchen wir einen beliebigen Querschnitt der Probe. Mit den Polarkoordinaten ρ, θ bezeichnen $\sigma_\rho, \sigma_\theta$ die Belastung in der Ebene des Querschnitts, und σ_y die Belastung normal auf die Ebene. Für die Verzerrung in der Ebene folgen als Ausdrücke für Last und Verzerrung der Faser in einem kreisförmigen Gebiet

$$\sigma_\rho = \sigma_\theta = A \quad 3.41$$

Und

$$u_\rho = \frac{1+\nu_f}{E_f}(1-2\nu_f)A\rho - \frac{\nu_f}{E_f}(\sigma_y - 2\nu_f A)\rho \quad 3.42$$

A ist die zu bestimmende Konstante. E_f , ν_f sind die elastischen Konstanten der Faser. Für das ringförmige Gebiet der Matrix folgt

$$\sigma_\rho = \frac{B}{\rho^2} + C \quad 3.43$$

$$\sigma_\theta = \frac{-B}{\rho^2} + C \quad 3.44$$

$$u_\rho = -\frac{1}{E_m} \left[\frac{1+\nu_m}{\rho} B + (1+\nu_m)(1-2\nu_m)C\rho \right] - \frac{\nu_m}{E_m}(\sigma_y - 2\nu_m C)\rho \quad 3.45$$

Die Konstanten B , C sind zu bestimmen und E_m , ν_m sind die elastischen Konstanten der Matrix. Die Randbedingungen lauten

$$[\sigma_\rho]_{\rho=R_m} = 0$$

$$[\sigma_\rho]_{\rho=r_f+0} - [\sigma_\rho]_{\rho=r_f-0} = 0 \quad 3.46$$

$$[u_\rho]_{\rho=r_f+0} - [u_\rho]_{\rho=r_f-0} = 0$$

Bei Verzerrungen in der Ebene ist σ_y überall konstant, im kreisförmigen Bereich (siehe Abbildung 8) ist $\sigma_y = \sigma_f$, und im ringförmigen Bereich ist $\sigma_y = \sigma_m$. Aus den Gleichungen 3.42, 3.45 und den oben angeführten Randbedingungen folgt

$$\begin{aligned}
B &= \gamma R_m^2 A \\
C &= -\gamma A \\
A &= \frac{(\alpha v_f \sigma_f - v_m \sigma_m)}{[\alpha(1-v_f) + 1 + v_m + 2\gamma]}
\end{aligned}
\tag{3.47}$$

Mit γ aus Gleichung 3.41 und

$$\alpha = \frac{E_m}{E_f}
\tag{3.48}$$

Folgt nun

$$\sigma_f = \frac{T_f}{\pi r^2}
\tag{3.49}$$

$$\sigma_m = \frac{T_m}{\pi(R_m^2 - r_f^2)}$$

Und daraus folgt für den zusätzlichen Druck am Interface in der abgelösten Zone

$$q^* = [\sigma_\rho]_{\rho=r_f} = A = \frac{1}{\pi r_f^2} \left[\frac{\alpha v_f T_f - \gamma v_m T_m}{\alpha(1-v_f) + 1 + v_m + 2\gamma} \right]
\tag{3.50}$$

Die Scherspannung τ_s am Interface wird durch den anfänglichen Druck q_0 und den zusätzlichen Druck q^* durch Poisson Kontraktion bei Belastung der Faser erzeugt. q_0 wird als konstant angenommen und durch die Volumskontraktion des Harzes und die differentielle thermische Ausdehnung der Faser und der Matrix während der Produktion des Verbundwerkstoffes erzeugt. Daher folgt mit dem Reibungskoeffizienten μ

$$\tau_s = \mu(q_0 - q^*)
\tag{3.51}$$

Unter Verwendung der Randbedingungen

$$\begin{aligned} T_f(0) &= P \\ T_m(0) &= 0 \end{aligned} \quad 3.52$$

und der Gleichungen 3.37, 3.50 und 3.51 erhalten wir die Kräfte auf Faser und Matrix in der abgelösten Zone $y < l$.

$$T_m = \left(\frac{\alpha v_f}{\alpha v_f + \gamma v_m} \right) (P' - P)(e^{\gamma \lambda} - 1) \quad 3.33$$

$$T_f = P - T_m \quad 3.54$$

Die Konstanten P' und λ sind gegeben durch

$$P' = \frac{q_0 r^2 \pi}{\alpha v_f} [\alpha(1 - v_f) + 1 + v_m + 2\gamma] \quad 3.55$$

$$\lambda = \frac{2\mu}{r} \left(\frac{\alpha v_f + \gamma v_m}{\alpha(1 - v_f) + 1 + v_m + 2\gamma} \right) \quad 3.56$$

Um die Verschiebungen zu berechnen muss man sowohl die abgelöste Zone wie auch die Zone in der zwischen Faser und Matrix noch keine Gleiten aufgetreten ist, wo $u_f(y) = u_m(y)$ für $l < y < s$ ist, berücksichtigen. Daher folgt

$$\frac{du_f}{dy} = \frac{du_m}{dy} \quad 3.57$$

und aus den Spannungs-Dehnungs Relationen

$$\frac{du_f}{dy} = \frac{1}{E_f} [\sigma_f - \nu_f (\sigma_\rho + \sigma_\theta)] = \frac{1}{E_f} (\sigma_f - 2\nu_f A) \quad 3.58$$

$$\frac{du_m}{dy} = \frac{1}{E_m} [\sigma_m - \nu_m (\sigma_\rho + \sigma_\theta)] = \frac{1}{E_m} (\sigma_m + 2\nu_m \gamma A) \quad 3.59$$

Durch die Gleichgewichtsbedingungen folgt

$$T_m + T_f = P \quad 3.60$$

Unter Verwendung der Gleichungen 3.49 und 3.57 – 3.60 ist nun für die nicht abgelöste Zone

$$\frac{du_f}{dy} = \frac{du_m}{dy} = \left(\frac{1}{E_f r_f^2 \pi} \right) \frac{\gamma P}{\alpha + \gamma - 2k(\alpha \nu_f + \gamma \nu_m)} \left[1 - \frac{2(\alpha \nu_f^2 + \gamma \nu_m^2)}{\alpha(1 - \nu_f) + 1 + \nu_m + 2\gamma} \right] \quad 3.61$$

wobei

$$k = \frac{\alpha \nu_f^2 + \gamma \nu_m^2}{\alpha(1 - \nu_f) + 1 + \nu_m + 2\gamma} \quad 3.62$$

Mit Gleichung 3.61 und den Randbedingungen $u_f(s) = u_m(s) = 0$ kann gezeigt werden, dass für $l < y < s$ gilt

$$u_f = u_m = \frac{-(s - y)}{\pi r_f^2 E_f} \left[\frac{\gamma P}{\alpha + \gamma - 2k(\alpha \nu_f + \gamma \nu_m)} \right] \cdot \left[1 - \frac{2(\alpha \nu_f^2 + \gamma \nu_m^2)}{\alpha(1 - \nu_f) + 1 + \nu_m + 2\gamma} \right] \quad 3.63$$

und für die abgelöste Region, wo $y < l$ ist, erhält man nach Verwendung von Gleichungen 3.38, 3.39, 3.50, 3.53 und 3.54

$$\begin{aligned}
u_f = & \frac{-(s-l)}{\pi r_f^2 E_f} \left[\frac{\gamma P}{\alpha + \gamma - 2k(\alpha v_f + \gamma v_m)} \right] \cdot \left[1 - \frac{2(\alpha v_f^2 + \gamma v_m^2)}{\alpha(1-v_f) + 1 + v_m + 2\gamma} \right] \\
& - \frac{P(l-y)}{\pi r_f^2 E_f} \cdot \left[1 - \frac{2\alpha v_f^2}{\alpha(1-v_f) + 1 + v_m + 2\gamma} \right] \\
& + \frac{1-2kv_f}{\pi r_f^2 E_f} (P'-P) \alpha v_f \frac{\lambda^{-1}(e^{\lambda l} - e^{\lambda y}) - l + y}{\alpha v_f + \gamma v_m}
\end{aligned} \tag{3.64}$$

Das relative Gleiten zwischen Faser und Matrix ist gegeben durch

$$\begin{aligned}
v(y) = |u_f(y) - u_m(y)| = & \frac{P(l-y)}{\pi r_f^2 E_f} (1 - 2kv_f) \\
& - \frac{\alpha + \gamma - 2k(\alpha v_f - \gamma v_m)}{\pi r_f^2 E_f (\alpha v_f + \gamma v_m)} v_f (P'-P) \left[\frac{1}{\lambda} (e^{\lambda l} - e^{\lambda y}) - l + y \right]
\end{aligned} \tag{3.65}$$

3.1.2.2 Das Faser Ablösungskriterium (*The fiber debonding criterion*)

Das sukzessive Ablösen der Faser kann man als Ausbreitung des Risses entlang des Interface ansehen. Der Widerstand ξ gegen das Ablösen ist gegeben durch

$$\xi = \frac{P_d^2}{2} \frac{\partial C}{\partial A} \tag{3.66}$$

mit der kritischen Last P_d , ab der das Ablösen einsetzt und der Fläche A der abgelösten Zone, mit $A = 2\pi r l$. Eine genaue Lösung der Funktion C , als Funktion der abgelösten Länge ist im Modell von GAO[14] nicht angegeben, jedoch kann durch Näherungen die kritische Spannung für das Ablösen σ_d geschrieben werden als

$$\sigma_d = \frac{P_d}{r_f^2 \pi} = 2 \sqrt{\frac{E_f \xi}{r_f}} \quad 3.67$$

Gleichung 3.67 ist nicht exakt, da die Reibung am abgelösten Interface vernachlässigt wird und angenommen wird, dass c_f viel kleiner als c_m ist. Die für das Ablösen aufgebrauchte Arbeit ist vollständig bestimmt durch die Änderung der Verzerrungsenergie der Faser. Um die Reibung ins *debonding criterion* mit einzubeziehen, gehen wir davon aus, dass es ein eingerissener Körper mit dem Volumen V mit den Zugkräften T und τ_s an den Oberflächen S_T und S_f , mit den zugehörigen Verzerrungen δu und δv (siehe Abbildung 9), belastet wird.

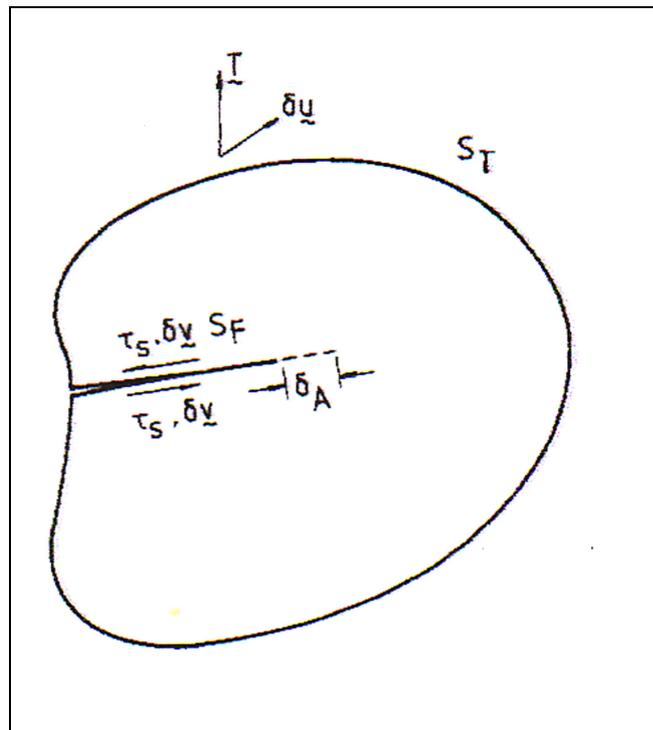


Abbildung 9: Schema zur Bestimmung des *debonding criterion* aus Gleichung 3.50.

Quelle: GAO[14]

Für die Rissausbreitung dA entlang der Reibungsfläche S_f folgt aus der Energieerhaltung

$$\int_{S_T} T duds = g dA + \int_{S_F} \tau_s dv ds + dU \quad 3.68$$

mit der spezifischen Brucharbeit g und der gespeicherten inneren Energie U und der Reibungsarbeit $\int \tau_s dv ds$. Für elastische Systeme gilt

$$dU = \frac{1}{2} \int_{S_T} T duds - \frac{1}{2} \int_{S_F} \tau_s dv ds \quad 3.69$$

Kombiniert man Gleichungen 3.68 und 3.69 so erhält man das *fracture criterion*

$$g = \frac{1}{2} \frac{\partial}{\partial A} \int_{S_T} T duds - \frac{1}{2} \frac{\partial}{\partial A} \int_{S_F} \tau_s dv ds \quad 3.70$$

Wenn die Zugkraft T aus n Kräften P_1, \dots, P_n und dazugehörigen Verschiebungen $\Delta_1, \dots, \Delta_n$ besteht, dann folgt aus Gleichung 3.70

$$g = \frac{1}{2} \left[\sum_{i=1}^n P_i \frac{\partial \Delta_i}{\partial A} - \int_{S_F} \tau_s \frac{\partial v}{\partial A} ds \right] \quad 3.71$$

Man kann also den Vorgang des Ablösens als Rissausbreitung entlang des Faser-Matrix Interface betrachten. Die Kraft am Faserende ist dann mit $g = \xi$, $A = 2\pi r l$, $ds = 2\pi r dy$ und $P_i (=P)$ gegeben. Mit dem Shear Lag Modell aus Kapitel 3.1.2.1 erhalten wir $u(y)$ aus Gleichung 3.65 und $\Delta_i = -u_f(0)$ aus Gleichung 3.64. Das *debonding criterion* können wir nun schreiben als

$$\xi = \frac{-P}{4r\pi} \left(\frac{\partial u_f(0)}{\partial l} \right) - \frac{1}{2} \int_0^l \tau_s \frac{\partial v(y)}{\partial l} dy \quad 3.72$$

Der erste Term auf der rechten Seite in Gleichung 3.72 ist identisch mit Gleichung 3.65 weil $C = -u_f(0)/P$ ist und der zweite Term auf der rechten Seite von Gl. 3.72 ist der Reibungsanteil von ξ , welcher in voran gegangenen Betrachtungen des Problems vernachlässigt worden war. Mit den Ableitungen von $u_f(0)$ und $v(y)$ bezüglich l erhalten wir

$$4\pi^2 r^3 E_f (1 + \beta) \xi = (1 - 2k\nu_f) [P - (1 + \beta)Q]^2 \quad 3.73$$

mit

$$Q = T_m(l) = \frac{\alpha\nu_f (P' - P)}{\alpha\nu_f + \gamma\nu_m} (e^{y\lambda} - 1) \quad 3.74$$

und

$$\beta = \frac{\gamma(1 - 2k\nu_m)}{\alpha(1 - 2k\nu_f)} \quad 3.75$$

Gleichung 3.73 ist das endgültige *debonding criterion*, das zeigt dass die Belastung beim Ablösen abhängt von:

- der Länge der Ablösung
- der Poisson Kontraktion
- dem Reibungskoeffizienten am Interface
- dem Volumsanteil der Faser und der Matrix
- den E-Modulen der Faser und der Matrix

Wenn man die Reibung am Interface vernachlässigt, also $\mu = 0$ ist, dann wird $\lambda = 0$ und $Q = 0$. Damit wird die reibungsfreie Ablösungs – Last P_0

$$P_0 = 2r^2\pi \left[\frac{E_f \xi (1 + \beta)}{1 - 2k\nu_f} \right]^{\frac{1}{2}} \quad 3.76$$

und für die Ablösungs – Spannung σ_0 folgt

$$\sigma_0 = \frac{P}{r^2\pi} = 2 \left[\frac{E_f \xi (1 + \beta)}{r(1 - 2k\nu_f)} \right]^{\frac{1}{2}} \quad 3.77$$

σ_0 aus Gleichung 3.77 ist jedoch nicht identisch mit Gleichung 3.67 in der die Reibung am Interface auch vernachlässigt wird. Nur wenn man die Poissonzahlen ν_f , ν_m und β nicht berücksichtigt werden die Ablösungs – Spannungen σ_0 und σ_d gleich. Für Faserverbundwerkstoffe mit niedrigem c_f und E_f hat das Vernachlässigen dieser Parameter kaum merklichen Einfluss auf die Ablösungs – Spannung. Für Werkstoffe mit hohem c_f und E_f müssen sie jedoch berücksichtigt werden. Allgemein sollten also die Effekte der Reibung am Interface nicht vernachlässigt werden. Die relative Verschiebung δ am Faserende, bei $y = 0$, erhalten wir mit Gleichung 3.65.

$$\delta = v(0) = \frac{1 - 2k\nu_f}{r^2\pi E_f \lambda} \left\{ \left[P + \frac{P' - P}{K} \right] \ln \left(1 + \frac{K(P - P_0)}{P' - P} \right) - P + P_0 \right\} \quad 3.78$$

4 Experimentelle Durchführung

In diesem Kapitel wird die Durchführung des Fibre-Bundle Pull-Out-Tests erklärt.

Die Ergebnisse der Messungen sind abschließend im Vergleich zu den Werten für Reibspannung und Maximalspannung aus der Arbeit von BRANDSTETTER[1] dargestellt. Die Datenblätter zu den verschiedenen CF 222 Modifikationen befinden sich im Anhang.

4.1 Proben

Für die Tests wurden folgende vier Materialien (M5, M6, M7, M8) untersucht.

Die Reibspannung τ_f des Interface wird bei den Fibre-Bundle Pull-Out-Tests als Parameter für den reibungsgesteuerten Teil angegeben und die maximale Spannung τ_{max} wird für den Beginn der Ablösung des Faserbündels von der Matrix herangezogen.[1] Für die Bestimmung der Grenzflächenparameter wurde weder das Shear-Lag Modell noch das Modell von GAO herangezogen, sondern ein einfacheres Modell welches in der Arbeit von Brandstetter[1] bereits eingeführt wurde, da die wesentlichen Unterschiede der Temperaturbehandlung aus diesem einfachen Modell ersichtlich sind und die Poissonzahlen einen vernachlässigbaren Einfluss haben.

Die untersuchten Materialien wurden von der Firma Schunk hergestellt. Der Fasertyp bei allen waren C-Fasern des Typs HTA 5131 6K der Firma Tenax. Es wurde für alle derselbe Herstellungsprozess durchlaufen, der im Grunde aus Imprägnieren, Carbonisieren und Graphitieren besteht. Die Materialien unterschieden sich nur durch den Behandlungstyp der Fasern, wie in folgender Übersicht dargestellt wird.[1]

- **M5:** CVD-PyC Coating
- **M6:** Hochtemperaturbehandlung des Materials – CVD-PyC Coating

- **M7:** keine zusätzliche Behandlung
- **M8:** Hochtemperaturbehandlung des Materials – CVD-PyC Coating – nochmalige Hochtemperaturbehandlung des Materials

Für die Messung wurden von jedem der vier Materialien Proben mit unterschiedlichen Auszugslängen von 2mm, 2,5mm, 3mm, 3,5mm und 4mm hergestellt.

4.2 Versuchsaufbau

Die Proben wurden in einer speziell hergestellten Haltevorrichtung (Abbildung 11) eingespannt und in einem Induktionsofen auf 1000°C erhitzt. Die Temperatur wurde mit einem Pyrometer von Testotherm gemessen. Da der Kohlenstoff zwar hochtemperaturbeständig ist, jedoch bei 1000°C an der Luft zu brennen beginnen würde, wurden die Versuche im Vakuum bei 10^{-4} mbar durchgeführt. Für die Erzeugung des Vakuums stand eine Turbopumpenpumpe der Firma Snecma zur Verfügung. Es wurde wie schon bei den Messungen von BRANDSTETTER[1] als Zugmaschine eine hydraulische Prüfmaschine der Firma Schenk verwendet.

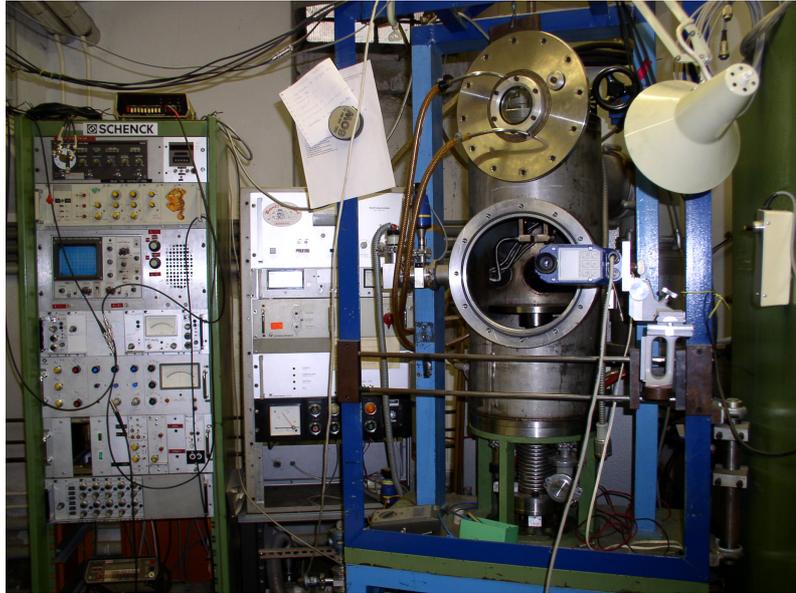


Abbildung 10 : Versuchsaufbau (v. li. nach re.); Steuerschrank, Vakuumeinheit, Vakuumkessel mit Induktionsofen



Abbildung 11: Haltevorrichtung für Probe

Die Messdaten Kraft und Verschiebung wurden mit einer Messrate von 10 Messwerten pro Sekunde mit dem Programm CATMAN32 aufgenommen. Mit diesem Programm ist es schon während der Messung möglich die Kraft-Weg-Kurve am Bildschirm zu verfolgen, was den Vorteil hatte, dass Messungen bei denen die Probe abrupt abgerissen ist vor Ablauf der herkömmlichen Messdauer zu beenden. Die Gründe für dieses abrupte Abreißen können Fehler bei der Präparation,

eine nicht exakte Einspannung oder eine bereits bestehende Beschädigung der Probe sein.

4.2.1 Kurzbeschreibung des Hydraulikaggregats

Die Grundvoraussetzungen für hochwertige servohydraulische Systeme sind dass das Drucköl, welches als Medium für die Energieübertragung dient, einen hohen Reinheitsgrad und konstanten Betriebsdruck besitzt. Das Aggregat liefert einen Förderstrom von 12l/min mit konstantem Betriebsdruck von ca.280 bar. Der maximal zulässige Betriebsdruck beträgt für dieses Aggregat 315 bar. Die Hochdruck-Konstantpumpe ist ins Öl getaucht und wird mit einem 7,5 kW-Drehstrommotor angetrieben. Die optimale Betriebstemperatur für das Öl liegt zwischen 30°C und 40°C und wurde durch einen Öl/Wasserwärmetauscher geregelt. Das Drucköl fließt von der Hochdruckpumpe über den Hochdruckfilter zum servohydraulischen Prüfsystem und dann zurück über den Niederdruckfilter und den Kühler in den Öltank.

Durch verschmutztes Öl wird die einwandfreie Funktion des Servoventils (siehe Kap.4.2.2) behindert. Wegen starker Verschmutzung des Betriebsöls wurde das Aggregat vor den Messungen entleert und gereinigt. Anschließend wurde von der Firma PAL eine Schmutzteilchenanalyse durchgeführt.

4.2.2 Kurzbeschreibung des Hydropulssystems

Der vom Hydraulikaggregat erzeugte Ölstrom wird über das elektrohydraulische Servoventil einem doppelt wirkenden Längszylinder zugeführt. Das Servoventil regelt die verlangte Belastung am Prüfkörper. Die Prüfkraft wird mit einer Kraftmessdose gemessen und in einem Messverstärker in elektrische Spannung umgewandelt. Die Spannung verhält sich proportional zur Prüfkraft. Der Istwert der Spannung wurde mit einem Voltmeter sichtbar gemacht. Die Spannung wird im Regelverstärker mit dem vom Sollwertgeber (für vorliegende Arbeit war dies die HTM Steuerung) kommenden Sollwert verglichen. Die Differenz von Soll- und

Istwert wird im Regelverstärker verstärkt und dem Servoventil als Regelabweichung zugeführt.

4.2.3 Kurzbeschreibung des Hochfrequenzgenerators

Die hohen Temperaturen im Werkstück wurden durch induktive Erhitzung durch einen Hochfrequenzgenerator erzeugt. Die Leistung die im Werkstück entwickelt wird, hängt vom Wirkungsgrad der belasteten Arbeitsspule und der Anpassung der Spule an die Oszillatortröhre ab.

Für vorliegende Arbeit verwendete Spule (Abb. 6) war eine hohle Kupferröhre mit 5 Windungen, einem Außendurchmesser von 5cm und einer Wandstärke von 1cm. An der Außenseite der Spule fließt Hochfrequenzstrom entlang. Da Strom den Weg der geringsten Impedanz sucht, tritt die größte Stromdichte an der Seite der Spulenröhre auf, die zum Werkstück hin gerichtet ist. Im Werkstück fließt wegen des Skin-Effekts auch an der Außenseite Strom und die größte Stromdichte tritt zur Spule hin auf. Dadurch dass beide Ströme möglichst nahe beieinander fließen sind die Voraussetzungen für die Kopplung von Spule und Werkstück optimal. Damit die Probe gleichmäßig erhitzt wird ist es wichtig, dass das Werkstück vollkommen symmetrisch in Bezug auf die Arbeitsspule aufgestellt wird. Das heißt, dass die Achsen von Probe und Spule zusammen fallen müssen, damit der Abstand zwischen der Außenseite des Werkstücks und der Innenseite der Spule über die ganze Länge gleich groß ist.



Abbildung 12: Arbeitsspule mit Probe in Haltevorrichtung

5 Ergebnisse

Die Fibre-Bundle Pull-Out-Tests wurden jeweils bei einer Temperatur von 1000°C durchgeführt.

5.1 Auswertung

Die Messdaten wurden mit dem Programm CATMAN 32 aufgenommen und mit ORIGINPRO 7.5. graphisch dargestellt. Im folgenden Abschnitt sind die Kraft - Weg Kurven verschiedener Proben und die Mikroskopaufnahmen nach dem Auszugsversuch abgebildet. Eine gesamte Übersicht über Messwerte inklusive der Reibflächen aller untersuchten Proben findet sich im Anhang.

5.1.1 Material M5

Material M5 wurde zusätzlich durch CVD(*chemical vapour deposition*) und PyC(*PyroCarbon*) Verfahren beschichtet.

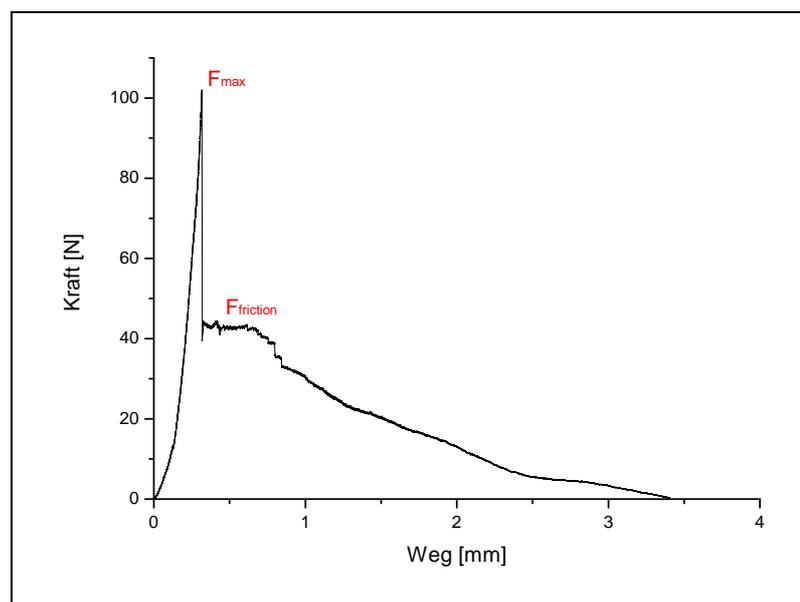


Abbildung 13: M5 mit einer Auszugslänge von 3,55mm

An dieser Kurve (Abbildung 13) ist das Ablösen des Faserbündels aus der Matrix bei $F_{max} = 102\text{N}$ sehr gut zu erkennen. Durch die Reibung am Faser-Matrix Interface, wird die Reibkraft $F_{friction} = 42,8\text{N}$ auf die Matrix übertragen.

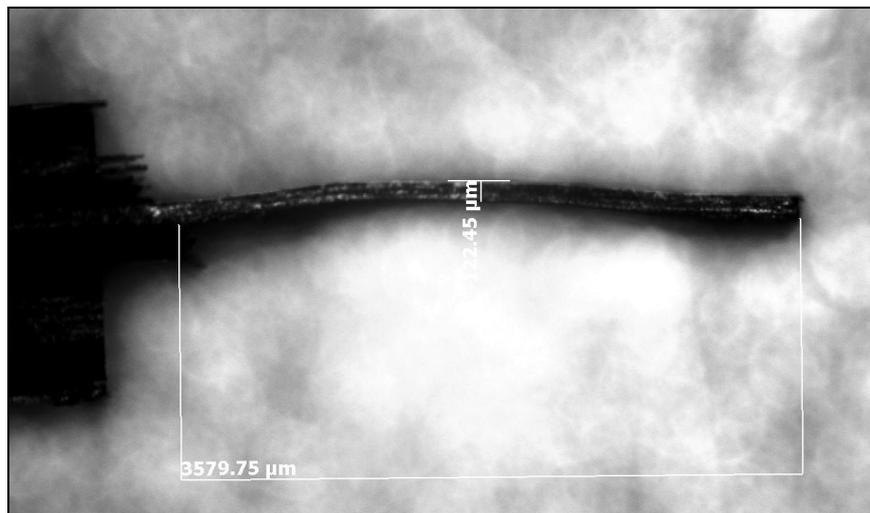


Abbildung 14: Mikroskopbild Probe M5, $l_{fb} = 3,55\text{mm}$

Bei dieser Probe wurde tatsächlich nur ein Faserbündel aus dem Verbund ausgezogen.

Da

$$\tau_{max} = \frac{F_{max}}{A} \tag{5.1}$$

$$\tau_f = \frac{F_f}{A}$$

folgt mit einer Reibungsfläche A von $15,22\text{mm}^2$ folgt für die maximale Scherspannung τ_{max} und für den Reibungswert der Scherspannung τ_f

Material	Auszugslänge [mm]	τ_{max} [MPa]	τ_f [MPa]
M5	3,55	6,7	2,8

Tabelle 3: Ergebnisse für M5 mit $l = 3,55\text{mm}$

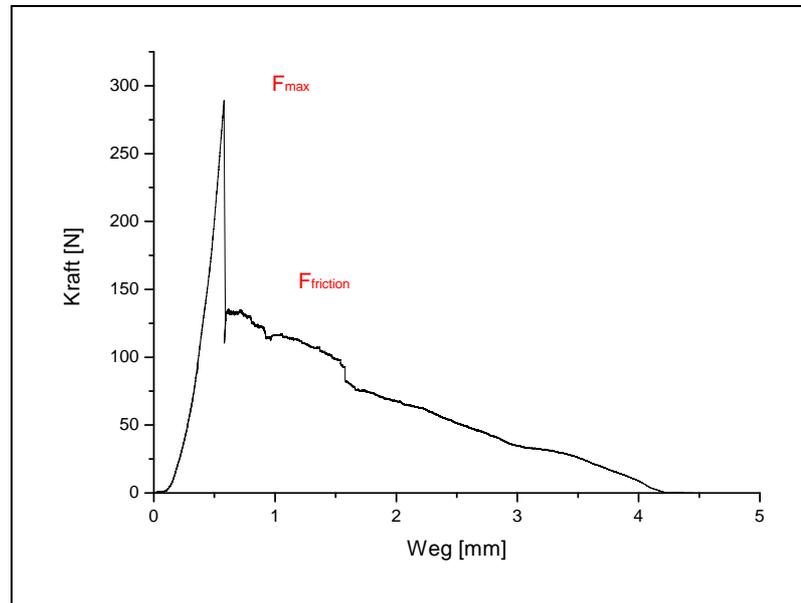


Abbildung 15: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M5, mit $l = 4\text{mm}$

Die Probe M5 mit der Auszugslänge $l = 4\text{mm}$, hat wesentlich höhere Werte für die maximale Scherspannung und die reibungsbedingte Scherspannung als für diese Auszugslänge zu erwarten gewesen wäre. Grund dafür ist, dass hier nicht nur ein Faserbündel aus dem Verbund ausgezogen wurde, sondern mehrere (Abbildung 16). Dadurch war die Reibungsfläche größer; $A = 32\text{mm}^2$, und es musste auch mehr Kraft für das Ablösen aufgewendet werden.

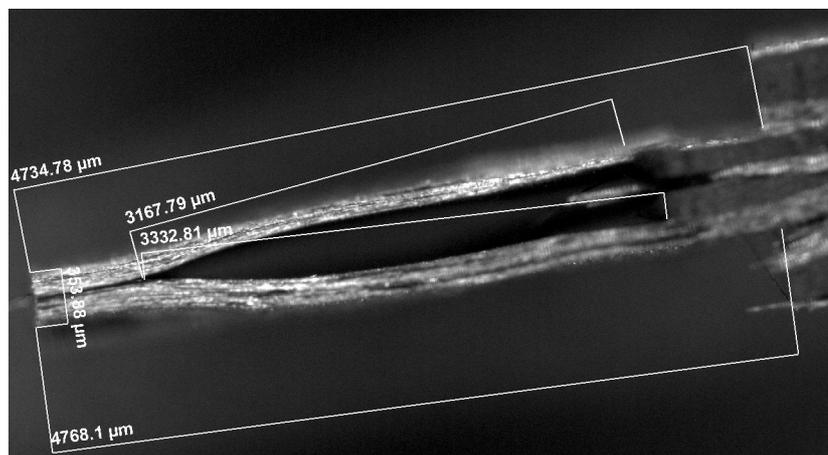


Abbildung 16: Mikroskopaufnahme; M5 mit $l = 4\text{mm}$

Material	Auszugslänge [mm]	τ_{max} [MPa]	τ_f [MPa]
M5	4	8,8	4,0

Tabelle 4: Ergebnisse für M5 mit $l = 4\text{mm}$

5.1.2 Material M6

Die Fasern des Materials M6 wurden einer Hochtemperaturbehandlung unterzogen und danach wurde das Substrat zusätzlich durch CVD (*chemical vapour deposition*) und PyC (*PyroCarbon*) Verfahren beschichtet.

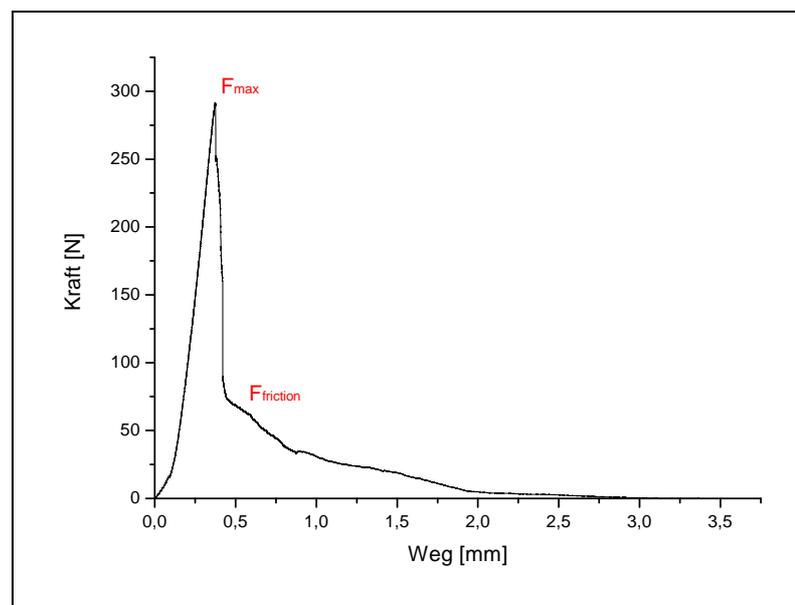


Abbildung 17: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M6, mit $l = 3\text{mm}$

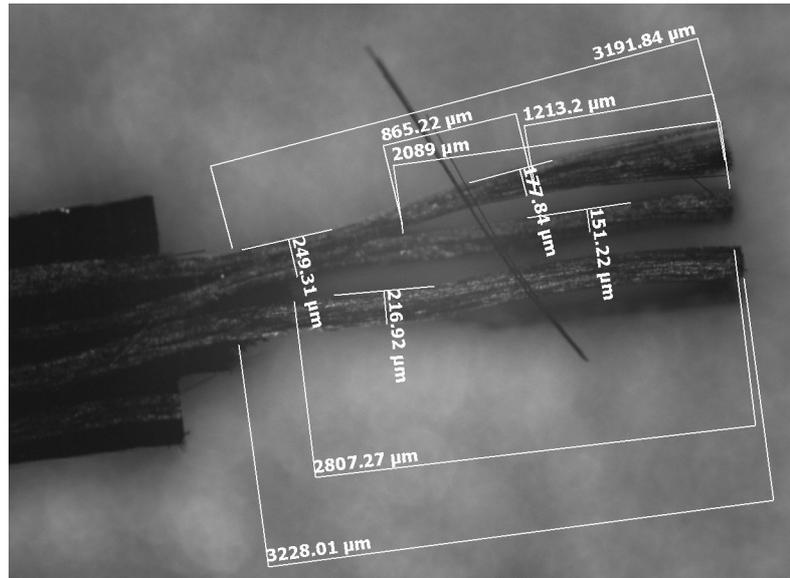


Abbildung 18: Mikroskopaufnahme; M6 mit $l = 3\text{mm}$

Anhand von Abbildung 18 erkennt man, dass hier 3 Faserbündel ausgezogen wurden, wovon die beiden oberen im Bild auf einer Länge von 1mm miteinander verbunden sind. Abbildung 19 ist die Mikroskopaufnahme des Verbundes aus dem ausgezogen wurde. Hier sieht man wie die drei Faserbündel mit unterschiedlicher Breite in der Matrix eingebettet waren.

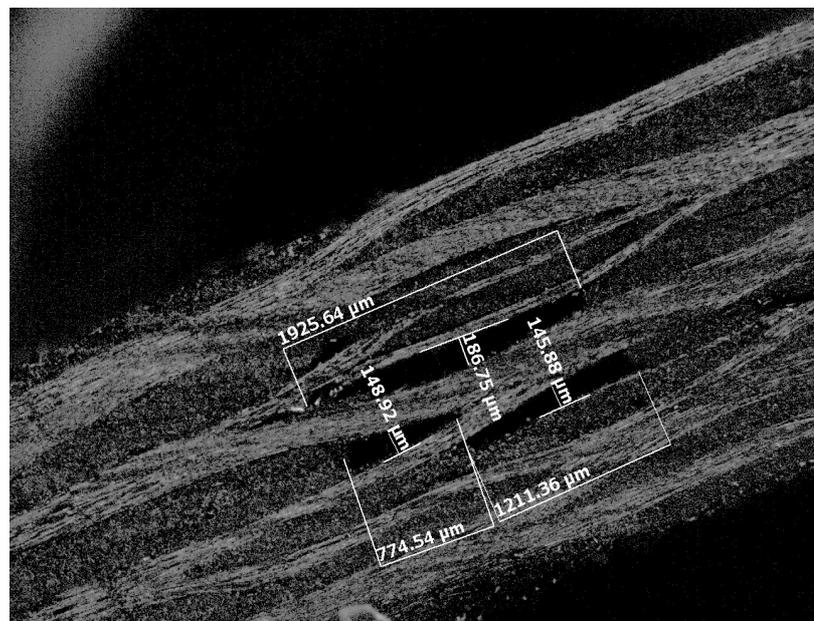


Abbildung 19: Mikroskopaufnahme der Oberseite des Verbundes aus dem ausgezogen wurde; M6 mit $l = 3\text{mm}$

Mit der Auszugslänge $l = 3\text{mm}$, einer Reibfläche von $22,4\text{mm}^2$, einer Maximalkraft $F_{max} = 291,7\text{N}$ und der Reibkraft $F_f = 72,8\text{N}$ folgt mit Formel 5.1

Material	Auszugslänge [mm]	τ_{max} [MPa]	τ_f [MPa]
M6	3	13,0	3,25

Tabelle 5: Ergebnisse für M6 mit $l = 3\text{mm}$

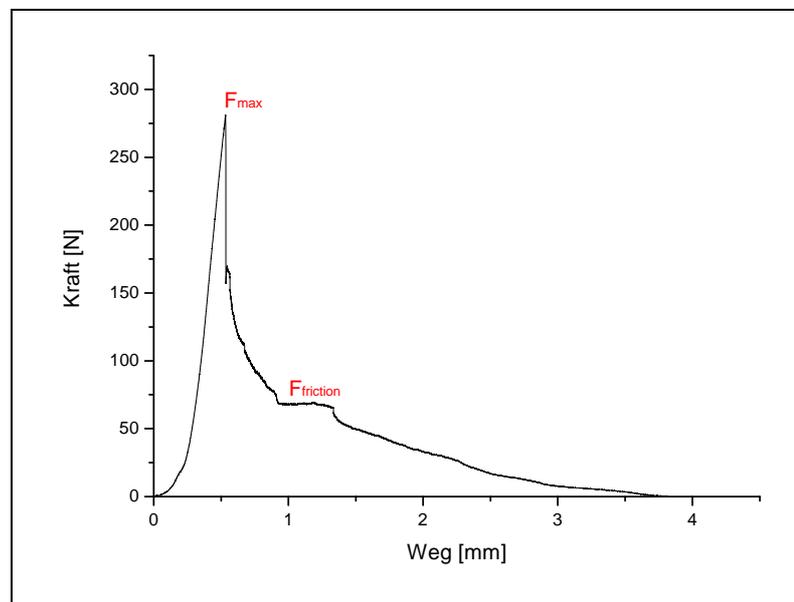


Abbildung 20: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M6, mit $l = 4\text{mm}$

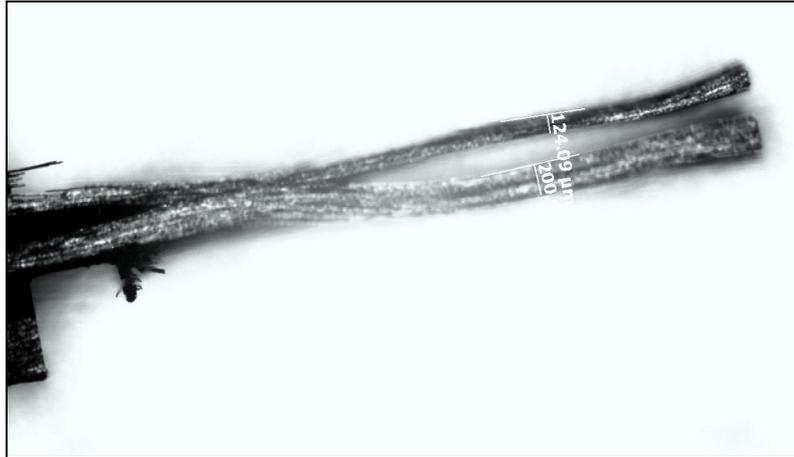


Abbildung 21: Mikroskopaufnahme; M6 mit $l = 4\text{mm}$

Mit der Auszugslänge $l = 4\text{mm}$, einer Reibfläche von $29,01\text{mm}^2$, einer Maximalkraft $F_{max} = 281,24\text{N}$ und der Reibkraft $F_f = 70,2\text{N}$ folgt mit Formel 5.1

Material	Auszugslänge [mm]	τ_{max} [MPa]	τ_f [MPa]
M6	4	9,7	2,42

Tabelle 6: Ergebnisse für M6 mit $l = 4\text{mm}$

5.1.3 Material M7

Der Verbundwerkstoff des Materials M7 wurde keiner weiteren Behandlung, wie Hochtemperaturbehandlung oder Beschichtung, unterzogen.

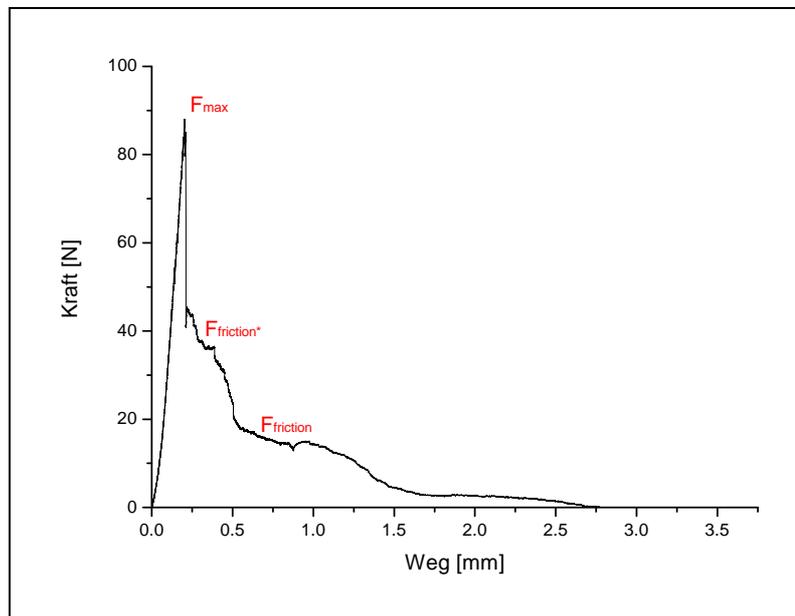


Abbildung 22: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M7, mit $l = 3\text{mm}$

Bei der Probe M7 mit Auszugslänge $l = 3\text{mm}$, war am ausgezogenen Faserbündel am oberen Ende ein Teil des Faserbündels abgespalten (siehe Abbildung 23). Der in Abbildung 22 mit F_{friction^*} bezeichnete Kurvenabschnitt zeigt die durch diesen Teil zusätzliche durch Reibung hervorgerufene Scherspannung an.

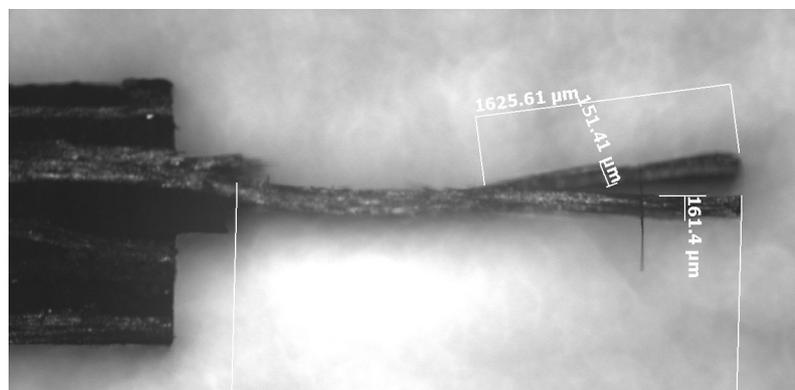


Abbildung 23: Mikroskopaufnahme; M7 mit $l = 3\text{mm}$

Mit einer Reibungsfläche von $A = 13,9\text{mm}^2$ folgt

Material	Auszugslänge [mm]	τ_{max} [MPa]	τ_f [MPa]
M7	3	6,33	2,64

Tabelle 7: Ergebnisse für M7 mit $l = 3\text{mm}$

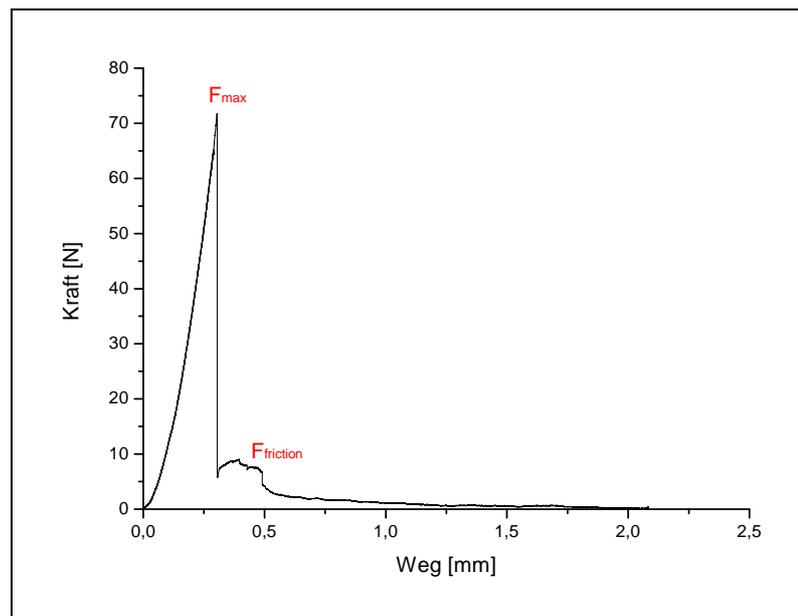


Abbildung 24: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M7, mit $l = 2\text{mm}$

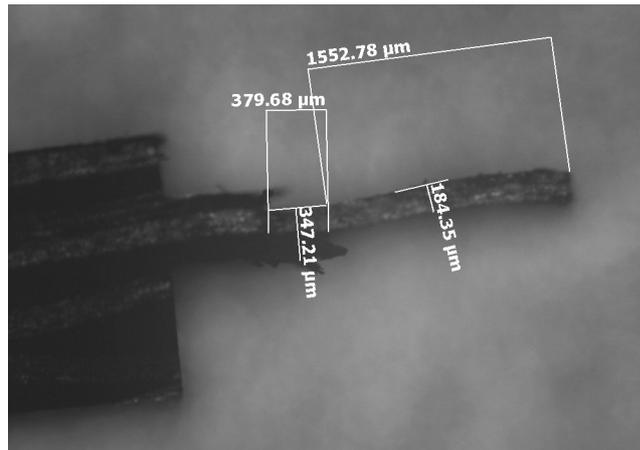


Abbildung 25: Mikroskopaufnahme; M7 mit $l = 2\text{mm}$

Bei dieser Probe wurde genau ein Faserbündel ausgezogen (Abbildung 25). Daher ist der reibungsabhängige Term in Abbildung 24 sehr gut zu erkennen.

Die Reibungsfläche war bei dieser Probe $A = 10,52\text{mm}^2$ mit einer Auszugslänge $l = 2\text{mm}$. Mit $F_{\max} = 71,76\text{N}$ und $F_f = 9,69\text{N}$ folgt

Material	Auszugslänge [mm]	τ_{\max} [MPa]	τ_f [MPa]
M7	2,0	6,82	0,92

Tabelle 8: Ergebnisse für M7 mit $l = 2\text{mm}$

5.1.4 Material M8

Die Fasern des Materials M8 wurden vor und nach der CVD-PyC Beschichtung einer Hochtemperaturbehandlung unterzogen.

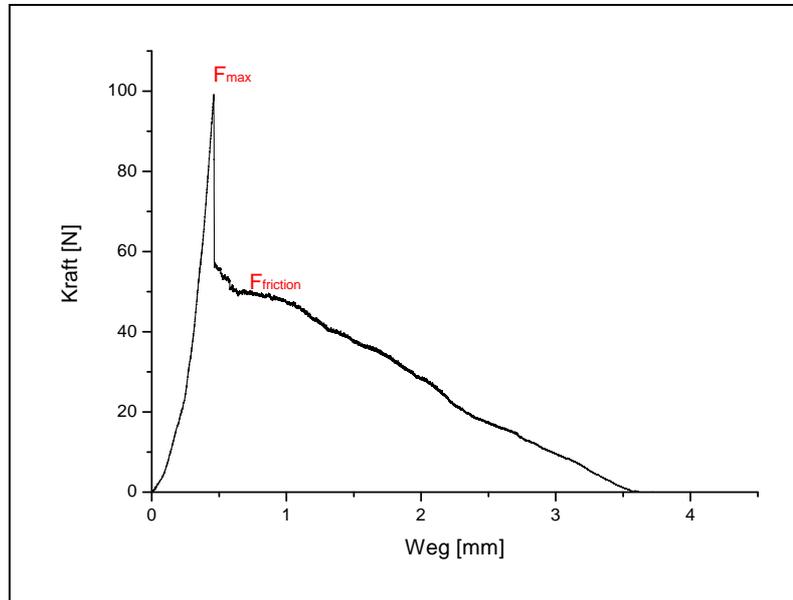


Abbildung 26: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M8, mit $l = 3,55\text{mm}$



Abbildung 27: Mikroskopaufnahme; M8 mit $l = 3,55\text{mm}$

Wie man in Abbildung 27 erkennt, wurde bei dieser Probe exakt ein Faserbündel ausgezogen. Mit einer Reibungsfläche von $A = 13,75\text{mm}^2$ und $F_{\text{max}} = 99,2\text{N}$ und $F_f = 50,3\text{N}$ folgt

Material	Auszugslänge [mm]	τ_{max} [MPa]	τ_f [MPa]
M8	3,55	7,2	3,66

Tabelle 9: Ergebnisse für M8 mit $l = 3,55\text{mm}$

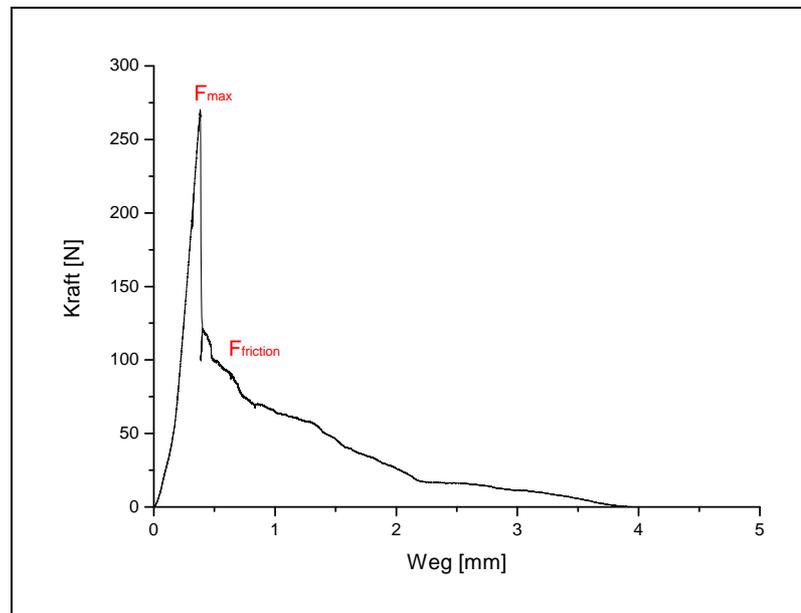


Abbildung 28: Kraft-Weg Kurve einer Probe vom Material M8, mit $l = 4\text{mm}$

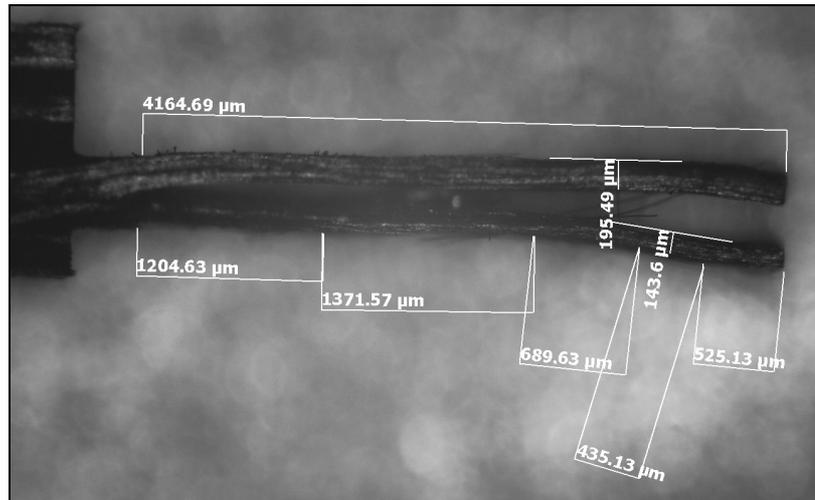


Abbildung 29: Mikroskopaufnahme; M8 mit $l = 4\text{mm}$

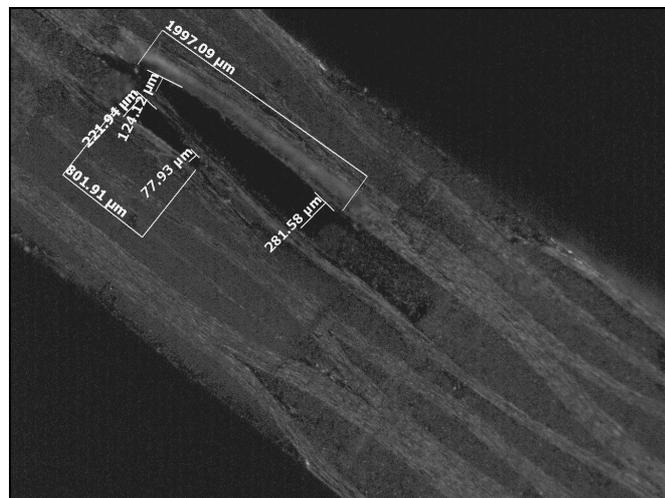


Abbildung 30: Mikroskopaufnahme der Oberseite des Verbundes aus dem ausgezogen wurde; M8 mit $l = 4\text{mm}$

Hier wurden zwei Faserbündel, wovon eines wesentlich schmäler war, aus dem Verbund ausgezogen (Abbildung 29, Abbildung 30). Mit $F_{\text{max}} = 270,3\text{N}$, $F_f = 121\text{N}$ und einer Reibfläche von $A = 27,7\text{mm}^2$ folgt

Material	Auszugslänge [mm]	τ_{max} [MPa]	τ_f [MPa]
M8	4,0	9,76	4,37

Tabelle 10: Ergebnisse für M8 mit $l = 4\text{mm}$

5.2 Resultate

Die Parameter τ_{\max} und τ_f wurden berechnet indem der Quotient aus Maximalkraft bzw. Reibkraft zur Faser-Matrix Kontaktfläche gebildet wurde (Formel 5.1). Die Kontaktflächen wurden unter dem Lichtmikroskop Axioplan von Zeiss, mit dem Programm AxioVisio Rel. 4.4 vermessen.

Bezeichnung	Probenanzahl	τ_{\max} [MPa]	τ_f [MPa]
M5	6	$6,46 \pm 1,5$	$2,7 \pm 1,0$
M6	4	$9,2 \pm 2,8$	$2,41 \pm 0,86$
M7	4	$6,48 \pm 0,31$	$1,97 \pm 0,82$
M8	8	$9,2 \pm 2,0$	$4,2 \pm 1,2$

Tabelle 11: Ergebnisse der Messungen

Es konnten keine weiteren Messungen mehr an derselben Apparatur durchgeführt werden, da diese wegen technischer Mängel nicht mehr in Betrieb genommen werden kann.

Weiters wurde bei der Ausmessung der Kontaktflächen unter dem Mikroskop festgestellt, dass sich bei manchen Proben nicht exakt ein Faserbündel aus der Matrix gelöst hatte, sondern das Bündel in mehrere Teile gesplittet war oder sogar aus zwei oder mehr Faserbündeln bestand. Dadurch ist bei diesen Proben die Kontaktfläche zwischen Faser und Matrix größer, was eine größere Maximalkraft und größere Reibkraft zu Folge hat. Dies könnte unter anderem eine Ursache für die relativ breite Streuung der Messwerte sein.

Der Faserbündel Auszugsversuch wurde für die Materialien M5, M6, M7 und M8 bereits von BRANDSTETTER[1] bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Maximalspannung τ_{\max} und die Reibspannung τ_f sind dort wesentlich geringer als bei der Hochtemperaturmessung.

5.3 Diskussion

Bei den Hochtemperaturmessungen ist die Maximalspannung τ_{\max} und die Reibspannung τ_f größer als bei den Raumtemperaturmessungen von Brandstetter[1]. Verantwortlich sind dafür vermutlich der Abbau innerer Spannungen und Rissschließungseffekte, welche auftreten je näher die Versuchstemperatur an der Herstellungstemperatur liegt, wodurch es zu einer Erhöhung der effektiven lastübertragenden Fläche kommt.[2]. Diese Risse treten im Werkstoff beim Abkühlen des Materials durch thermische Spannungen auf. Ein Vergleich der Ergebnisse zwischen den aus vorliegender Arbeit bei Hochtemperatur erhaltenen Werte für Maximal- und Reibspannung zu jenen die bei Raumtemperatur von Brandstetter[1] gemessen wurden findet sich in Tabelle 12.

Die Parameter für die maximale Spannung τ_{\max} und die Reibspannung τ_f sind alle bei den Hochtemperaturmessungen im Vergleich zu den Raumtemperaturmessungen von Brandstetter[1] erhöht (siehe Tabelle 12). Eine mögliche Ursache für die Zunahme können Wachstumsprozesse in der Grenzschicht sein, die durch die Oberfläche der Faser und innere Spannungen induziert werden.

Der größte Wert für die Maximalspannung wurde für die Materialien M6 und M8 gemessen. Die Fasern dieser Materialien wurden einer Hochtemperaturbehandlung unterzogen. Bei M6 wurden diese für eine Stunde bei 2100°C ausgelagert, und danach im CVD – PyC Verfahren beschichtet, und bei M8 im Unterschied zu M6 nach dem CVD – PyC Coating noch einmal der Hochtemperaturbehandlung unterzogen. Auch bei den Raumtemperaturmessungen von Brandstetter[1] erreichten diese beiden Materialien den größten Wert für τ_{\max} . Es ist denkbar, dass diese beiden Materialien die höchsten Werte für die maximale Spannung aufweisen, da sie beide einer Hochtemperaturbehandlung unterzogen worden waren.

Das vollkommen unbehandelte Material M7 und das Material M5, welches nur im CVD – PyC Prozess beschichtet wurde, erreichten niedrigere Werte für die Maximalspannung τ_{\max} . Dies ist auch in Raumtemperaturmessungen von

Brandstetter[1] der Fall. Es kann also davon ausgegangen werden, dass die Hochtemperaturbehandlung Einfluss auf die Maximalspannung hat.

Auch die Werte für die Reibspannung τ_f sind bei der Hochtemperaturmessung sowie bei der Raumtemperaturmessung von Brandstetter[1] am größten für die Hochtemperaturbehandelten Materialien M6 und M8. Es liegt die Vermutung nahe, dass eine Hochtemperaturbehandlung auch auf τ_f Einfluss hat, hierzu müssten jedoch weitere Messungen durchgeführt werden.

Das Material M8, welches vor und nach dem Coating der Hochtemperaturbehandlung unterzogen wurde, hat die höchsten Werte für Maximalspannung und Reibspannung. Wie oben bereits erwähnt führt die Hochtemperaturbehandlung des Coatings vermutlich zum Aufwachsen orientierter Strukturen auf die Faser, wodurch die Faser – Matrix Haftung verbessert wird.

Bezeichnung	τ_{\max} [MPa] T_H	τ_f [MPa] T_H	τ_{\max} [MPa] T_R	τ_f [MPa] T_R
M5	6,46 ± 1,5	2,7 ± 1,0	5,48 ± 1,91	1,54 ± 0,41
M6	9,2 ± 2,8	2,41 ± 0,86	6,98 ± 2,08	3,99 ± 0,92
M7	6,48 ± 0,31	1,97 ± 0,82	5,25 ± 1,69	1,86 ± 0,33
M8	9,2 ± 2,0	4,2 ± 1,2	6,44 ± 1,86	3,48 ± 0,63

Tabelle 12: Hochtemperaturtests aus vorliegender Arbeit und Raumtemperaturtests (mit T_R bezeichnet) von Johann Brandstetter[1], Seite 51

6 Resümee

Die Eigenschaften des Interface zwischen Faser und Matrix sind grundlegend für das Bruchverhalten eines Endlosfaserverbundwerkstoffes. Um diese Eigenschaften zu untersuchen werden häufig der Single Fibre Pull Out Test und der Single Fibre Push Out bzw. Push Through Test durchgeführt. Diese Tests sind jedoch nicht charakteristisch für das tatsächliche Versagen eines Werkstoffes, da nur einzelne Fasern aus dem Verbund gezogen werden. Um reales Materialversagen beschreiben zu können ist der Fibre-Bundle Pull-Out Test geeigneter, da das Probenmaterial denselben Produktionsvorgang wie das tatsächlich in technischen Anwendungen benutzte Material durchläuft und ganze Faserbündel abgelöst werden.

Häufig werden für die Berechnung der Interface Parameter das Shear Lag Modell und das Modell von GAO[14] verwendet. Die theoretischen Aussagen über shear lag Parameter stimmen in beiden Modelle jedoch gegenüber experimentellen Ergebnissen nicht gut genug überein. Deshalb wurde eine vereinfachte Methode (BRANDSTETTER[1]) zur Bestimmung der Parameter herangezogen.

Die aus den Messkurven ermittelten Werte für F_{\max} und F_f wurden mit Formel 5.1 in Verhältnis zu Reibungsfläche gesetzt und so die maximale Spannung τ_{\max} und die Reibspannung τ_f ermittelt.

In vorliegender Arbeit wurden die maximale Spannung τ_{\max} und die Reibspannung τ_f verschieden beschichteter 2D C/C – Verbundwerkstoffe der Firma Schunk bei Hochtemperatur ($T = 1000^\circ\text{C}$) untersucht.

Die höchsten Werte für die maximale Spannung τ_{\max} wurden bei den Proben M6 und M8 festgestellt. Diese Proben wurde im CVD – PyC Verfahren beschichtet und die Fasern wurden einer Hochtemperaturbehandlung unterzogen. Es liegt die Vermutung nahe, dass das Ansteigen der Interfaceparameter durch Wachstumsprozesse in der Grenzschicht, welche durch die Oberfläche der Faser und innere Spannungen induziert werden, verursacht wurde. Dies nachzuweisen ist Aufgabe

zukünftiger Strukturanalysen, wie zum Beispiel mit dem Rasterelektronenmikroskop oder mit Durchstrahlungsmikroskopie.

Anhand der Reibwerte kann man ersehen, dass die Testtemperatur Einfluss auf die Reibspannung τ_f hat, und diese bei den Hochtemperaturtests für alle Proben größer war als bei den Raumtemperaturtests[1]. Jedoch lässt sich kein Einfluss der Auslagerung der Fasern, oder der Beschichtung auf die Werte der Reibspannung τ_f erkennen. Hierzu müssten noch weitere Messungen gemacht werden.

Es wird empfohlen die Anzahl der Proben bei zukünftigen Messungen wesentlich zu erhöhen, um die Streuung der Messwerte zu verringern. Die in vorliegender Arbeit beschriebene Messmethode eignet sich sehr gut zur Bestimmung der Interfaceparameter τ_{max} und τ_f , kann allerdings durch die Verwendung neuerer Apparaturen optimiert werden.

Literaturverzeichnis

ALLGEMEINE LITERATUR

- [1] J. BRANDSTETTER Dissertation an der Universität Wien „Untersuchung des mechanischen Verhaltens der Grenzschicht zwischen Faser und Matrix in keramischen Verbundwerkstoffen“ , April 2005
- [2] A. DOMNANOVICH Dissertation an der Universität Wien „Untersuchung des Schädigungsverhaltens von Verbundwerkstoffen mit keramischer Matrix“ , 1995
- [3] E.FITZER, L.M.MANOCHA „Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites“ 1.Auflage, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York 1998
- [4] J.BRANDSTETTER, K.KROMP, H.PETERLIK, R.WEISS „Effect on surface roughness on friction in fibre-bundle pull-out tests“, *Comp. Sci. and Techn.* **65** (2004) 981-988
- [5] D.LOIDL, S.PUCHEGGER, K.KROMP, J.ZESCHKY, P.GREIL, M.BOURGEON, H.PETERLIK „Elastic Moduli of Porous and Anisotropic Composites at High Temperatures“, *Advanced Ingeering Materials* 2004, **6**, No.3 138-141
- [6] J. BRANDSTETTER, H. PETERLIK, K. KROMP, R. WEISS „A new fibre-bundle pull-out test to determine interface properties of a 2d-woven carbon/carbon composite“ *Comp. Sci. and Techn.* **63** (2002) 653-660
- [7] J.-K. KIM, C. BAILLE, Y.-W. MAI, „Interfacial Debonding and Fibre Pull-Out Stresses – Part I Critical Comparison of Existing Theories with Experiments“ *J.Mater.Sci.* **27** (1991) 3143-3154.
- [8] H.L. COX, “The Elasticity of Papers and Other Fibrous Materials” *Brit.J.Appl.Phys.* **3** (1952) 72-79.
- [9] A.DOMNANOVICH, H.PETERLIK, K.KROMP “Determination of Interface Parameters for Carbon/Carbon Composites by the Fibre-Bundle Pull-Out Test” *Comp. Sci. and Techn.* **56** (1996) 1017-1029.
- [10] A.DOMNANOVICH, H.PETERLIK, A.WANNER, K.KROMP “Elastic Moduli and Interlaminar Shear Strength of a Bidirectional Carbon/Carbon Composite after Heat Treatment” *Comp. Sci. and Techn.* **53** (1995) 7-12

- [11] J.BRANDSTETTER, K.KROMP, H.PETERLIK, R.WEISS „Measurement of shear lag parameter β for a fibre bundle pull-out geometry“, *Comp. Sci. and Techn.* **64** (2004) 65-70
- [12] J.-K. KIM, C. BAILLIE, Y.W. MAI „Interfacial debonding and fibre pull-out stresses, Part II “*J.Mater.Sci.* **27** (1991) 3155-3166
- [13] K.K. CHAWLA “Ceramic Matrix Composites” 1st Edition, Chapman&Hall, London 1993
- [14] Y.C. GAO, Y.W. MAI, B. COTTERELL, “Fracture of fiber-reinforced materials”, *Journal of Appl. Math. And Physics* **39** (1988) 550-572
- [15] www.wikipedia.com
- [16] ROLAND WEISS, “Carbon/Carbons and their industrial applications”, *Ceramic Matrix Composites*, Edited by Walter Krenkel, Wiley-Vch(2008) Weinheim 69-113
- [17] K.R. JIANG, L.S. PENN, “Improved analysis and experimental evaluation of the single filament pull-out test” *Comp. Sci. and Techn.***42** (1992) 89-103
- [18] A. HAMPE, C. MAROTZKE, “Experimental results of a pull-out test performed with single- and mutli-fibre samples” *J. Adhesion* **78** (2002) 167-87
- [19] Y. FURUKAWA, H. HATTA, Y. KOGO, „Interfacial shear strength of C/C composites“ *Carbon* **41** (2003) 1819-26
- [20] P. GOPAL, L.R. DHARANI, N. SUBRAMANIAM, F.D. BLUM, „Bundle-debond technique for characterizing fibre/matrix interfacial adhesion” *J.Mater.Sci.* **29** (1994) 1185-90
- [21] L. VALETTE, D. ROUBY, C. TALLARON, „Analysis of pull-out and failure of unidirectional bundles in a laminated carbon/carbon composite“ *Comp. Sci. and Techn.* **62** (2002) 513-8
- [22] M. SAKAI, R. MATSUYAMA, T. MIYAJIMA, „The pull-out and failure of a fibre bundle in a carbon fibre reinforced carbon matrix composite” *Carbon* **38** (2000) 2123-2131
- [23] www.kohlenstoff.org
- [24] M. PAPENBURG, K.K.O. BÄR, „Anwendungsbezogene Herstellungsmöglichkeiten und mechanische Eigenschaften von C/C - Verbundwerkstoffen” *Forschungsbericht der Deutschen Keram.Ges.* **9** (1994) 91-129
- [25] T. MIYAJIMA, M. SAKAI, „Fiber Bridging of a Carbon Fiber-Reinforced Carbon Matrix Lamina Composite” *J. Mater Res.* **6** (1991) 539-547

- [26] G. SAVAGE, „Carbon-Carbon Composites” *Chapman & Hall* (London 1993)

Anhang

Übersicht Messwerte

M5	Reibfläche[mm ²]	F _{max} [N]	F _f [N]	T _{max} [MPa]	T _f [MPa]
1	11,8	66,7	30,2	5,7	2,6
2	26,2	191,0	96,1	7,3	3,7
3	15,2	102,0	42,8	6,7	2,8
4	32,0	281,5	127,5	8,8	4,0
5	28,2	132,2	44,0	4,7	1,6
6	33,2	186,0	52,0	5,6	1,6

Tabelle 13: Übersicht Messwerte Modifikation M5

M6	Reibfläche[mm ²]	F _{max} [N]	F _f [N]	T _{max} [MPa]	T _f [MPa]
1	22,4	291,7	72,8	13,0	3,3
2	29,0	281,2	70,2	9,7	2,4
3	40,4	281,1	91,8	7,0	2,7
4	28,6	206,6	35,1	7,2	1,2

Tabelle 14: Übersicht Messwerte Modifikation M6

M7	Reibfläche[mm ²]	F _{max} [N]	F _f [N]	T _{max} [MPa]	T _f [MPa]
1	10,1	62,1	26,4	6,1	2,6
2	13,9	88,0	36,7	6,3	2,6
3	18,9	126,2	32,5	6,7	1,7
4	10,5	71,7	9,7	6,8	0,9

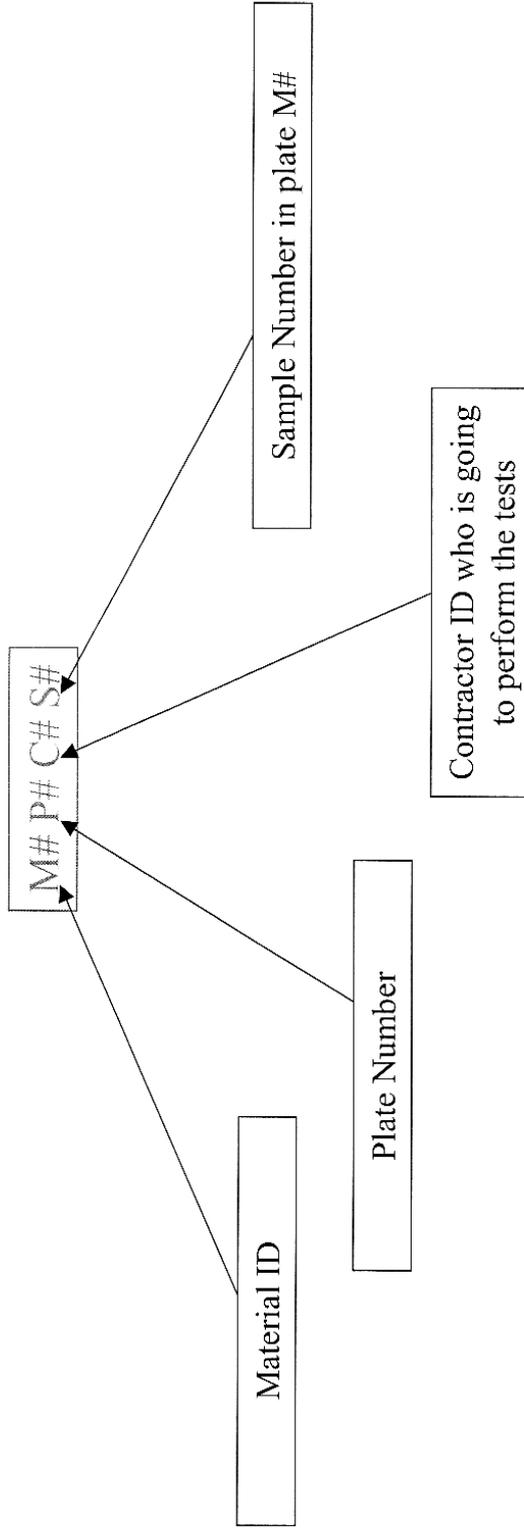
Tabelle 15: Übersicht Messwerte Modifikation M7

M8	Reibfläche[mm ²]	F _{max} [N]	F _f [N]	T _{max} [MPa]	T _f [MPa]
1	14,4	172,8	70,7	12,0	4,9
2	22,4	205,1	95,4	9,2	4,3
3	27,7	270,3	121	9,8	4,4
4	13,5	155,4	74,9	11,5	5,6
5	13,8	99,2	50,3	7,2	3,7
6	13,3	112,9	52,4	8,5	3,9
7	15,7	81,8	27,5	5,2	1,8
8	16,7	164,8	82,9	9,8	5,0

Tabelle 16: Übersicht Messwerte Modifikation M8

Values for Bulk Density and Porosity									
n	Oven-dry mass G_i [g]	Impregnated with water, weighed in air $G_{L,W}$ [g]	water absorption $G_{L,W} - G_i$ [g]	Impregnated with water, weighed under water G_{ww} [g]	Volume V [cm ³] $(G_{L,W} - G_{ww})/r_w$	Bulk Density r [g/cm ³] $r = \frac{G_L}{V}$	Porosity P [%] $P = \frac{G_{sv}G_L \cdot 10}{G_w G_w}$		
Plate 230x230x3 mm Project VAFTEM after first graphitization									
M5 P1	205,51	238,60	33,09	91,50	147,100	1,40	22,49%		
M5 P2	191,56	224,40	32,84	85,40	139,000	1,38	23,63%		
M6 P1	193,17	225,00	31,83	86,00	139,000	1,39	22,90%		
M6 P2	197,76	231,80	34,04	88,20	143,600	1,38	23,70%		
M7 P1	194,90	219,30	24,40	80,80	138,500	1,41	17,62%		
M7 P2	200,40	225,40	25,00	84,80	140,600	1,43	17,78%		
M8 P1	197,64	233,60	35,96	88,50	145,100	1,36	24,78%		
M8 P2	192,44	230,00	37,56	85,30	144,700	1,33	25,96%		
Plate 230x230x3 mm Project VAFTEM after final graphitization									
M5 P1	237,76	249,96	12,20	102,21	147,750	1,61	8,26%		
M5 P2	219,07	230,20	11,13	94,17	136,030	1,61	8,18%		
M6 P1	219,98	228,26	8,28	91,49	136,770	1,61	6,05%		
M6 P2	226,11	234,68	8,57	93,49	141,190	1,60	6,07%		
M7 P1	217,30	228,63	11,33	89,49	139,140	1,56	8,14%		
M7 P2	223,76	234,56	10,80	93,68	140,880	1,59	7,67%		
M8 P1	227,05	236,00	8,95	93,58	142,420	1,59	6,28%		
M8 P2	223,62	234,90	11,28	94,14	140,760	1,59	8,01%		

References of the Test Samples for WP5



Material reference number

Composites	Provider	Quantity	Material
C/SiC 1(C2/PyC1/SiC CVI)	Snecma	2 plates 210*200*3	M1
C/SiC 2(C2/PyC2/SiC CVI)	Snecma	2 plates 210*200*3	M2
C/C A (C4+phenolic)	CEA	2 plates 210*200*3	M3
C/C B (C5+phenolic)	CEA	2 plates 210*200*3	M4
C/C C (C6+PyC CVI)	SCHUNK	2 plates 210*200*3	M5
C/C D (C6+PyC CVI)	SCHUNK	2 plates 210*200*3	M6
C/C E (C6 reference)	SCHUNK	2 plates 210*200*3	M7
C/C F (C6+PyC CVI)	SCHUNK	2 plates 210*200*3	M8

210 mm : warp direction

200 mm : fill direction



Contractor reference number

Contractor	Reference number
ICE-HT	C1
IST	C2
INSA	C3
IMP UWNIEN	C4
LCTS	C5
CEA	C6



Code of each type of tests

- Each Provider will keep two as-received specimens : 80*10 mm²
- Push-out tests : Push-out (task 5.3)
- Notched bending tests at room temperature : N, RT (task 5.4)
- Notched bending tests at high temperature (cold grips) : N, HT (task 5.4)
- Double-edge notched tests at room temperature : DEN, RT (task 5.4)
- Double-edge notched tests at high temperature (cold grips) : DEN, HT (task 5.4)
- Dumb-bell shaped tests at room temperature : DBS, RT (task 5.4)
- Dumb-bell shaped tests at high temperature (hot grips) : DBS, HT (task 5.4)
- Bundle pull-out tests at high temperature (cold grips) : BPO, HT (task 5.4)
- Tensile tests at room temperature : TT, RT (task 5.5)



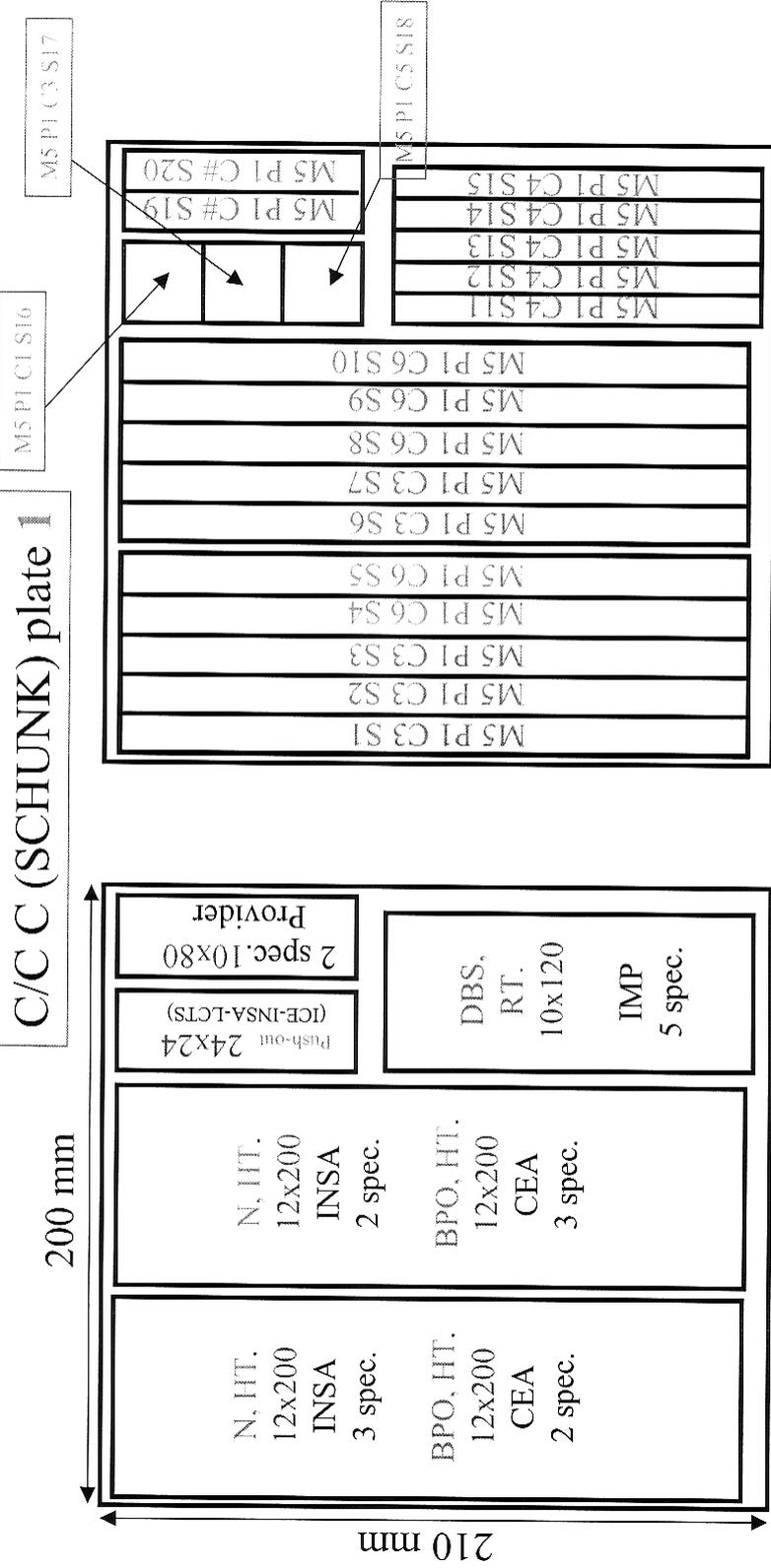
Procurement, Machining of Test Samples for WP5 (tasks 4 and 5)

Composites - Dimensions of the test specimens

- Each Provider will keep two as-received specimens : 80*10 mm²
- Notched (N) specimens (bending tests) : 100*12 mm² (RT) and 200*12 mm² (HT) (cold grips) (*task 5.4*)
- Double-edge notched (DEN) specimens (tensile tests) : 100*12 mm² (RT) and 200*12 mm² (HT) (cold grips) (*task 5.4*)
- Dumb bell shape (DBS) tests specimens (tensile tests) : 100*10 mm² (w:8) (*task 5.4*)
- Bundle pull-out (BPO) specimens (tensile tests) : 200*12 mm² (HT) (cold grip) (*task 5.4*)
- Tensile tests (TT) : 120*10 mm² (w:8) (EN 658-1) (RT on C/SiC) (*task 5.5*)



Machining and distribution of Test Samples for WP5



VaFTeM - WP2

Cutting plan

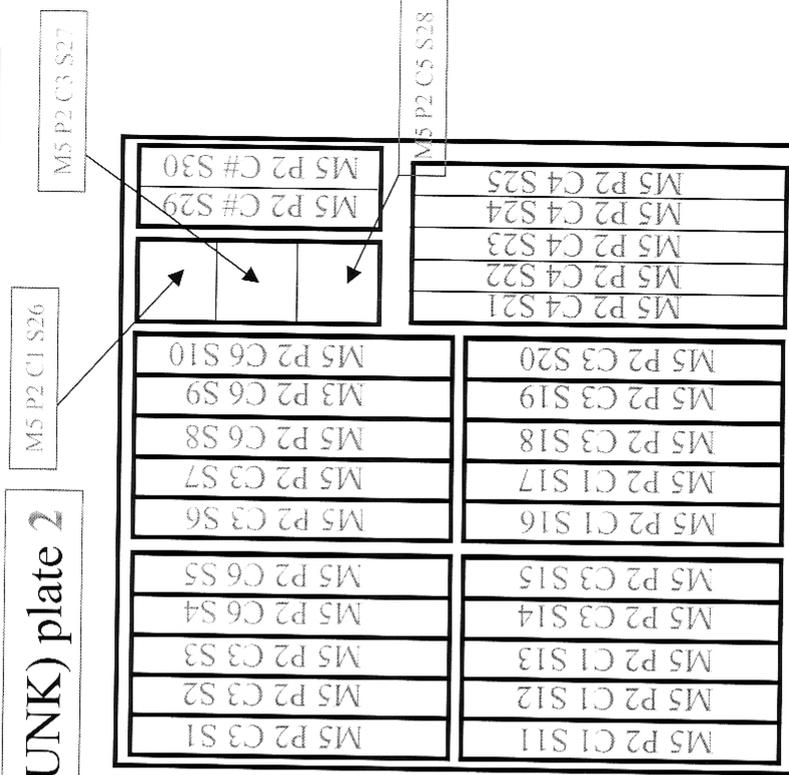
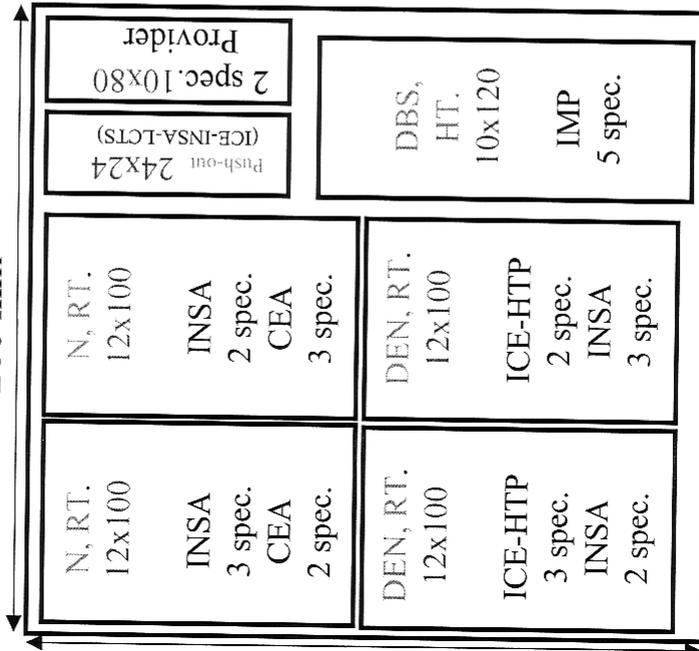


- Le Ripault

Machining and distribution of Test Samples for WP5

C/C C (SCHUNK) plate 2

200 mm



VaFTeM - WP2

Cutting plan



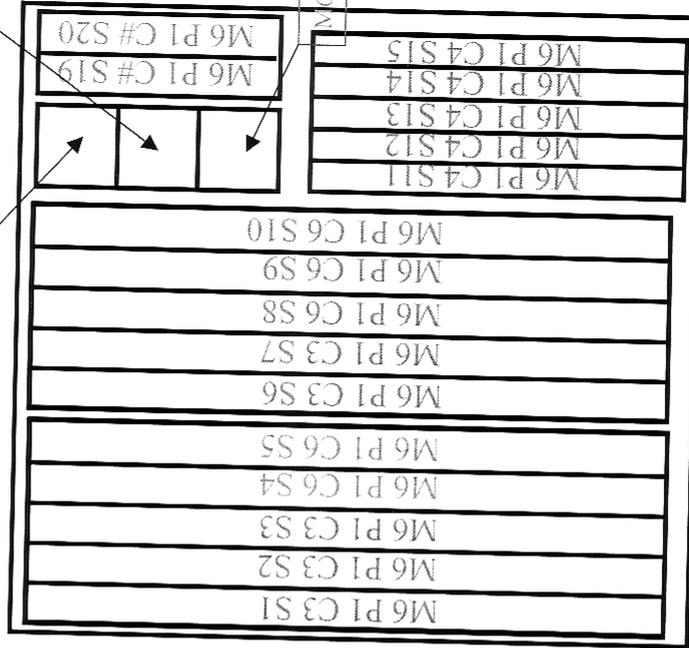
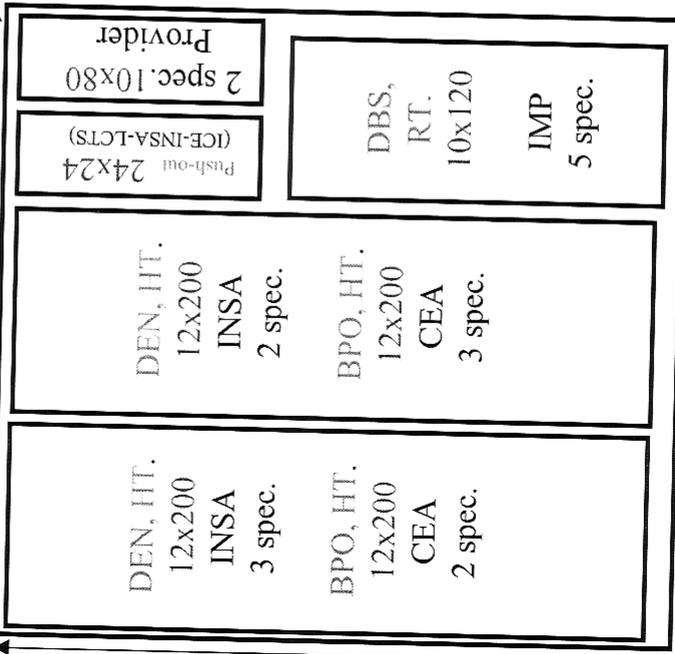
- Le Ripault

Machining and distribution of Test Samples for WP5

C/C D (SCHUNK) plate 1

200 mm

210 mm



M6 P1 C1 S16
M6 P1 C3 S17
M6 P1 C5 S18



VaFTeM - WP2

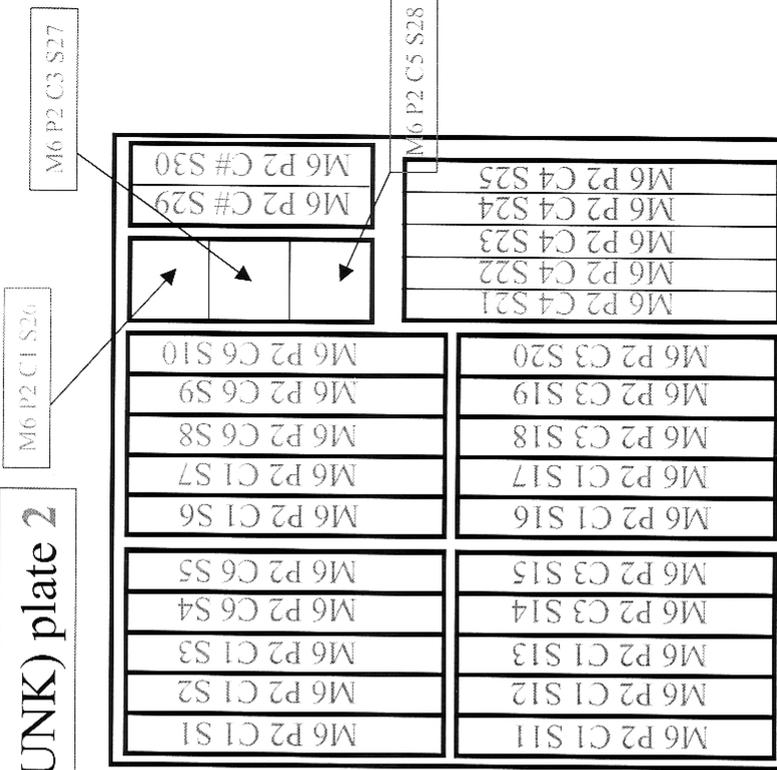
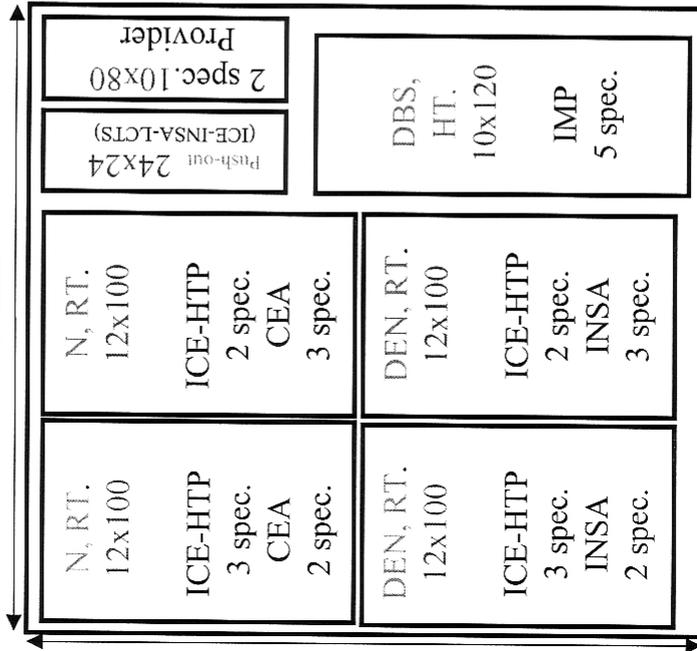
Cutting plan



Machining and distribution of Test Samples for WP5

C/C D (SCHUNK) plate 2

200 mm



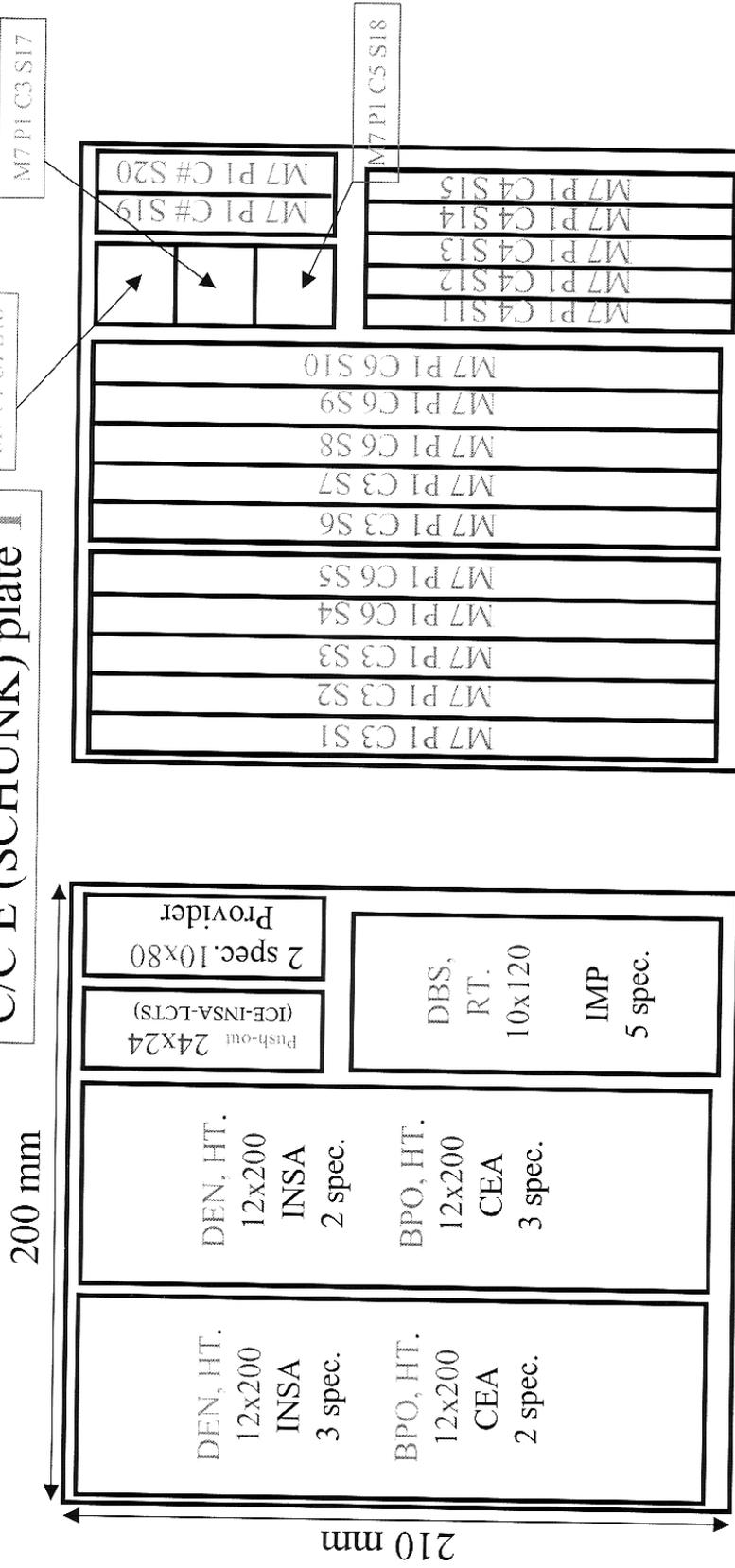
VaFTeM - WP2

Cutting plan



Machining and distribution of Test Samples for WP5

C/C E (SCHUNK) plate 1



VaFTeM - WP2

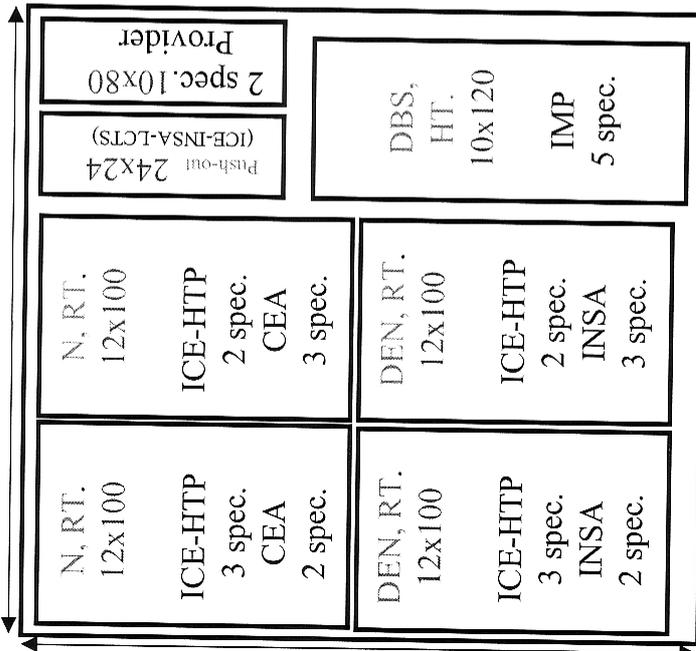
Cutting plan



Machining and distribution of Test Samples for WP5

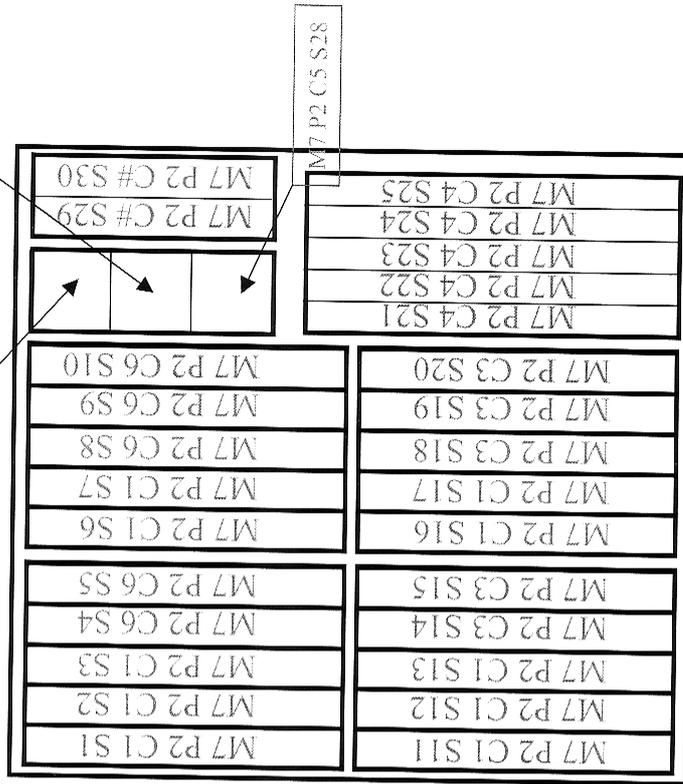
C/C E (SCHUNK) plate 2

200 mm



M7 P2 C1 S26

M7 P2 C3 S27



VaFTeM - WP2

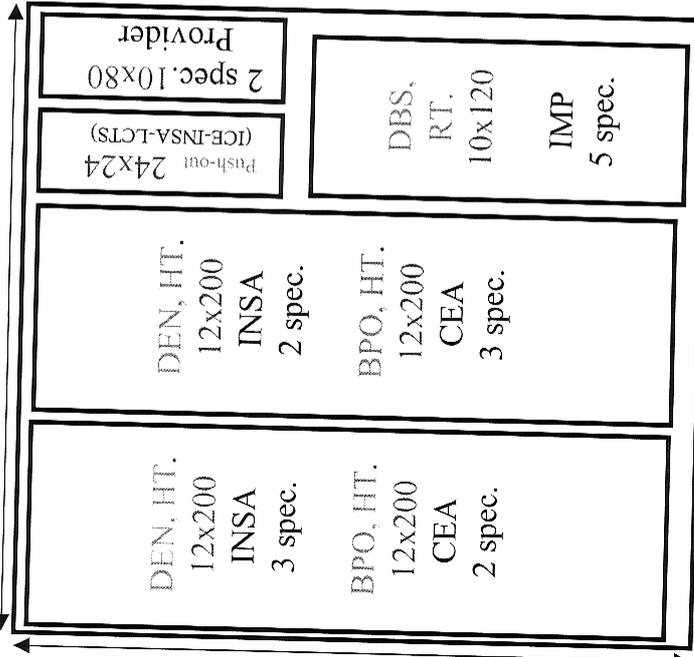
Cutting plan



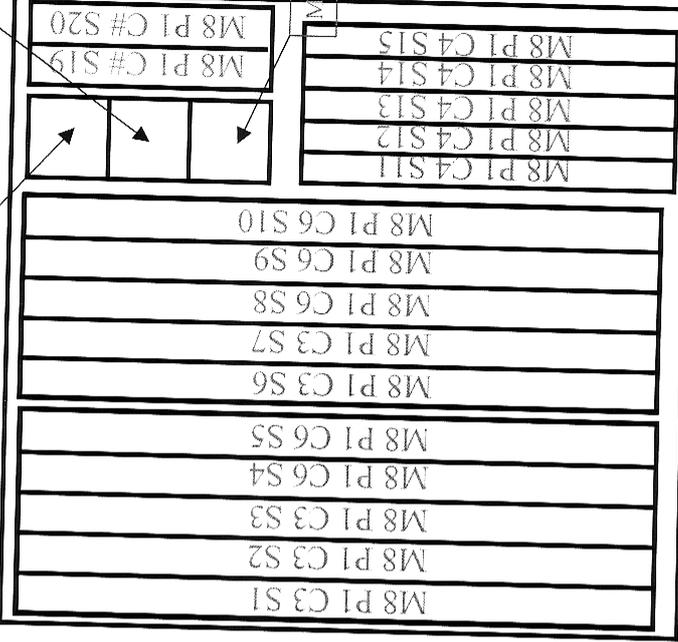
Machining and distribution of Test Samples for WP5

C/C F (SCHUNK) plate 1

200 mm



210 mm



M8 P1 C3 S17

M8 P1 C1 S16

M8 P1 C5 S18

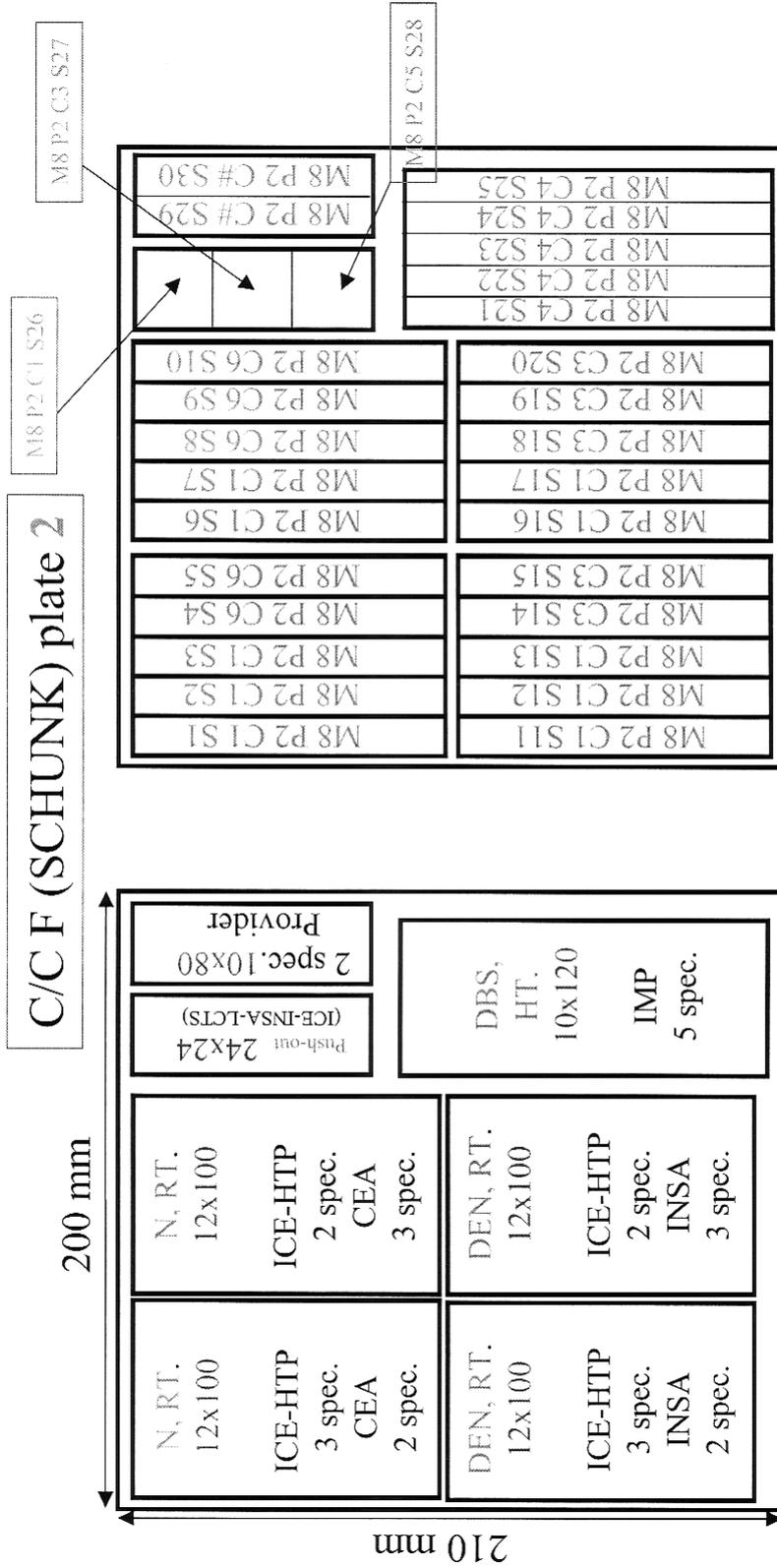


VaFTeM -WP2

Cutting plan

CEA - Le Ripault

Machining and distribution of Test Samples for WP5



VaFTeM - WP2

Cutting plan



- Le Ripault

Lebenslauf

Persönliche Daten:

Petra Fürst

31.01.1981 in Graz geboren

ledig

eine Tochter, geboren am 18.11.2002

Berufstätigkeit:

Seit Sept. 2009	Mathematiklehrerin AHS – Oberstufe, Al Azhar International School, 1210 Wien
Sept. 2008 – März 2009	Studienassistentin, Fakultät für Physik
März 2006 – Sept. 2007	Praktikum am Institut für Materialphysik

Ausbildungsweg und Schule:

Seit 2009	Mathematik – Lehramtsstudium
2002 - 2009	Diplomstudium Physik an der Universität Wien
31.01.2002	Matura am BRG Henriettenplatz
1999 – 2002	Abendstudium am BRG Henriettenplatz
1987 – 1997	Volksschule und Gymnasium in Graz

Danksagung

Der Anreiz, eine Arbeit über die Bestimmung der Interface Parameter eines C/C - Verbundwerkstoffes zu verfassen, entstand aus Anregungen meines Diplomarbeitsbetreuers Herrn Dr. Herwig Peterlik. Auch für die wertvolle Unterstützung während des Diplomarbeitsprozesses möchte ich mich bei ihm bedanken.

Ganz besonders bedanke ich mich bei Herrn Dr. Johann Brandstetter, der mich von Anfang an bei der Präparation der Proben, beim Versuchsaufbau und bei der Auswertung tatkräftig unterstützt hat. Auch hat er mich mit wertvollem Feedback beim Schreiben der vorliegenden Arbeit unterstützt.

Herrn Ing. Daniel Gitschthaler, Herrn Gerald Prager und Herrn Dr. Roland Weiß, welche mich bei meiner Diplomarbeit in technischen Angelegenheiten wie die Beschaffung von Material sowie bei der Probenpräparation und dem Versuchsaufbau wesentlich unterstützt haben, gilt außergewöhnlicher Dank. Für die Beratung und wertvolle Unterstützung bei der Informationsbeschaffung bedanke ich mich bei Herrn Dr. Karl Kromp und Herrn Roland Weiß.

Für die Lösung von EDV Problemen bedanke ich mich herzlich bei Herrn Dr. Stefan Puchegger. Meiner Schwester, Frau Mag. (FH) Judith Fürst, gilt für die Unterstützung bei der formellen Ausgestaltung dieser Diplomarbeit ebenfalls großer Dank.

Meiner Familie und meinem Lebenspartner, welche/r mir im Rahmen meines Studiums und auch vor allem zur Zeit der Verfassung der vorliegenden Arbeit, mit großem Engagement zur Seite standen, möchte ich herzlichen Dank aussprechen.