

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Forschungsbericht 198

**Ein Beitrag zur Mikromechanik der Interphase
in polymeren Faserverbundwerkstoffen**

Dipl.-Ing. Stefan Meretz



Aufgaben der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

Die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung ist als Bundesoberbehörde im Geschäftsbereich des Bundesministers für Wirtschaft das technisch-wissenschaftliche Staatsinstitut der Bundesrepublik Deutschland für Materialtechnologien, Chemische Analytik und Sicherheitstechnik. Dieser Komplex stellt in allen Industrieländern einen technologischen Schlüsselbereich dar, da Materialien als Konstruktions- und Funktionswerkstoffe die Grundlage der gesamten Technik bilden. Die Materialforschung, die zuverlässige, normengerechte Prüfung und chemische Analyse sowie die sicherheitstechnische Beurteilung von Werkstoffen, Bauteilen und Konstruktionen sind wesentliche Voraussetzungen für eine leistungs- und wettbewerbsfähige Wirtschaft im Hinblick auf die Anforderungen an Qualität und Zuverlässigkeit technischer Produkte, Umweltschutzerfordernisse und die Notwendigkeit der sparsamen Verwendung von Rohstoffen und Energie.

Die Bundesanstalt hat die Aufgabe, die Entwicklung der deutschen Wirtschaft zu fördern, indem sie Werkstoff- und Materialforschung betreibt, die Materialprüfung sowie die chemische Analytik und Sicherheitstechnik stetig weiterentwickelt.

In diesem Rahmen bestehen folgende Arbeitsschwerpunkte:

1. Technisch-wissenschaftliche Grundlagen des Materialwesens, der Sicherheitstechnik und der chemischen Analytik einschließlich zugehöriger Referenzmaterialien und -verfahren

2. Materialsicherung einschließlich Qualitätssicherung, Materialschutz, Recycling
3. Öffentliche technische Sicherheit
4. Technologien im Umwelt- und Gesundheitsschutz
5. Technologien in der Energiesicherung
6. Technologie- und Wissenstransfer

Ihre Arbeiten gliedern sich in:

- A Forschung und Entwicklung, besonders auf denjenigen Gebieten, die der Leistungssteigerung der Wirtschaft, der Sicherheitstechnik sowie der Schaffung und Erhaltung volkswirtschaftlicher Werte dienen,
- B Prüfung und Untersuchung von Stoffen und technischen Produkten auf der Basis von Gesetzen, Verordnungen oder technischen Regeln,
- C Beratung und Information von Bundesministerien sowie Durchführung von Aufgaben, die ihr von diesen im Einvernehmen mit dem Bundesministerium für Wirtschaft übertragen werden, Durchführung von Aufträgen aus der Wirtschaft, Beratung und Information von Wirtschafts- und Verbraucherorganisationen sowie Mitwirkung in nationalen und internationalen Gremien und Normenausschüssen und bei der Technischen Zusammenarbeit mit Entwicklungsländern.

Die Ergebnisse ihrer und fremder wissenschaftlicher Arbeiten hat die Bundesanstalt zu sammeln, zu ordnen und der Allgemeinheit zugänglich und nutzbar zu machen.

Forschungsbericht 198

**Ein Beitrag zur Mikromechanik der Interphase
in polymeren Faserverbundwerkstoffen**

Dipl.-Ing. Stefan Meretz

149 Seiten, 37 Abbildungen, 3 Tabellen

Herausgegeben von der

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Unter den Eichen 87, 12205 Berlin
☒ 12200 Berlin
Telefon (0 30) 81 04-0
Telefax (0 30) 8 11 20 29

Copyright© 1994 by Wirtschaftsverlag NW
Verlag für neue Wissenschaft GmbH, Bremerhaven

Herstellung:
Wirtschaftsverlag NW
Verlag für neue Wissenschaft GmbH
Am Alten Hafen 113-115, 27568 Bremerhaven
☒ Postfach 10 11 10, 27511 Bremerhaven
Telefon (04 71) 4 60 93
Telefax (04 71) 4 27 65

D 83

ISSN 0938-5533
ISBN 3-89429-421-3

Zusammenfassung

Aufbauend auf einer Analyse von Theorien und Methoden zur Bestimmung der mikromechanischen Eigenschaften in polymeren Faserverbundwerkstoffen werden in dieser Arbeit Kombinationen von Glas- und Kohlenstoffasern mit Polyethylenterephthalat und Polyphenylensulfid mit Hilfe von Einzelfaserauszugsmessungen und der neu entwickelten Methode der dynamischen Einzelfaserbelastung untersucht.

Im theoretischen Teil werden die Defizite der immer noch bedeutsamen *Shear-Lag-Theorie* und der auf dieser gegründeten *elastisch-plastischen Analyse* bestimmt. Die auf diesen Theorien aufbauenden vier klassischen mikromechanischen Experimente (Fragmentation-Test, Strip-Off-Test, Einzelfaserauszugs-Test, Indentation-Test) werden bezüglich der Reichweite und Aussagekraft ihrer Ergebnisse eingeschätzt. Dabei zeigt sich, daß die Reduktion der Meßkurven auf einen >Kennwert< unter Verwendung der Shear-Lag-Theorie aufgrund der Vernachlässigung der komplexen Spannungsverhältnisse in der Faser-Matrix-Grenzregion problematisch ist. Insbesondere die Ergebnisse des empirisch-praktisch bewährten Fragmentation-Tests sind grundlagenwissenschaftlich insignifikant. Als günstigste mikromechanische Testmethode wird die an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung entwickelte Einzelfaserauszugstechnik bestimmt. Unter Berücksichtigung der Erkenntnisse aus Finite-Elemente-Simulationen ist eine Unterscheidung duktiler und spröder Interphasenbrüche möglich. Auf Basis der Einzelfaserauszugs-Konfiguration wird die neue nichtzerstörende Technik der dynamischen Einzelfaserbelastung entwickelt. Mit Hilfe eines Dreiphasenmodells lassen sich aus den temperaturabhängigen Dämpfungsmaxima Rückschlüsse auf die Beschaffenheit der Interphase ziehen.

Im experimentellen Teil kann der Einfluß der Morphologie sowohl auf das Bruchverhalten der Interphase im Einzelfaserauszugs-Test als auch auf die Dämpfungseigenschaften der Interphase gezeigt werden. Dabei erweist sich, daß mit steigender Kristallinität des Matrixpolymeren der Modul der Interphase ansteigt, während die Dämpfung abnimmt und plastische Verformungen unwahrscheinlich werden. Fasern, die eine geringere Neigung zur Kristallkeiminduktion zeigen, behindern hierbei eher den Kristallisationsprozeß, was zu einer >weicheren< Interphase mit höherer Dämpfung führt. Fasern, die den Kristallisationsprozeß in der Interphase durch Keimbildung von der Faseroberfläche aus eher befördern, bewirken die Ausbildung einer >harten< Interphase mit geringer Dämpfung. Die Übereinstimmung der Ergebnisse, die mit der Einzelfaserauszugstechnik und der dynamischen Einzelfaserbelastung erzielt werden, ist hoch.

Summery

Theories and methods for the determination of micromechanical properties in fibre reinforced polymers will be analysed in this work. Based on these analyses combinations of glass and carbon fibres with poly(ethyleneterephthalate) and poly(phenylene sulphide) will be investigated with the aid of the single fibre pull-out test and the new developed embedded single fibre dynamic load test.

In the theoretical part deficits of the still predominant *shear lag theory* and its extention the *elastic plastic analysis* will be determined. The potential and validity of four classical micromechanical experiments (fragmentation test, strip-off test, pull-out test, indentation test) basing on these classical theories will be estimated. It is shown, that the reduction of measured curves to a single ›characteristic value‹ resulting from the application of the shear lag theory is problematic due complex stress conditions in the fibre matrix boundary. Especially results from the empirically and practically well proved fragmentation test are insignificant for fundamental research. The single fibre pull-out test developed at the Federal Institute for Materials Research and Testing is established as the most favourable micromechanical test method. Using findings from finite element simulations, it is possible to distinguish ductile and brittle interphase fractures. Based on the configuration of the single fibre pull-out test the non-destructive technique of the single fibre dynamic load test will be developed. From temperature dependent damping maxima conclusions about the condition of the interphase are possible with the aid of a three phase model.

In the experimental part the influence of the morphology on the fracture behaviour of the interphase as well as on the damping properties of the interphase can be shown. The modul of the interphase increases with increasing crystallinity of the matrix polymer, while the damping deceases and plastic deformations become less possible. Fibres with a minor nucleation ability hinder the crystallization process leading to a ›softer‹ interphase with higher damping. Fibres supporting the crystallization process in the interphase due to nuclei formation on the fibre surface lead to a ›harder‹ interphase with low damping. The correlation of results from the single fibre pull-out test and the embedded single fibre dynamic load test is high.

Inhaltsübersicht

1	Vorwort	7
2.	Theorien	9
2.1	Der kritisch-zustandsorientierte Ansatz	11
2.2	Der kritisch-prozeßorientierte Ansatz	24
2.3	Der subkritische Ansatz	33
3	Verhältnis von Theorien zu mikromechanischen Meßmethoden	45
3.1	Fragmentation-Test	49
3.2	Matrixabstreif-Test	52
3.3	Einzelfaserauszugs-Test	55
3.4	Indentation-Test	63
3.5	Dynanische Einzelfaserbelastung	66
4	Experimente	78
4.1	Experimente im Rahmen des kritisch-zustandsorientierten Ansatzes	82
4.2	Experimente im Rahmen des subkritischen Ansatzes	92
5	Bewertung und Perspektiven	100
	Anhang	108
	Literatur	122

"It is not possible for two things to be fairly united without a third, for they need a bond between them which shall join them both, that as the first is to the middle, so is the middle to the last, then since the middle becomes the first and the last, and the last and the first both become middle, of necessity, all will come to the same, and being the same with another, all will be the unity." (Plato, zit. n. Plueddemann, 1970)

"Das Interface bzw. die Interphase ist von entscheidender Bedeutung für die mechanischen Eigenschaften von Verbundwerkstoffen" - diesen oder einen ähnlichen Satz findet man heute in nahezu jeder Publikation über Verbundwerkstoffe in der Einleitung. Die Rolle des Interface oder der Interphase, also der Kontaktregion zweier separater homogener Stoffphasen, als *zentralem* Schlüssel zum Verständnis von Verbundwerkstoffen hat sich erst in den letzten Jahren deutlich *herauskristallisiert*. Erste ›Keime‹ für ein solches Verständnis liegen zwar schon in den 50er und 60er Jahren, doch erst nach einer langen ›Inkubationszeit‹ kam es in den letzten 5 Jahren zur ›Hauptkristallisation‹. Die vorliegende Arbeit fällt, um im Bild zu bleiben, schon in die Phase der ›Nachkristallisation‹: das grobe Gerüst steht - bei zweikomponentigen Verbundwerkstoffen¹ handelt es sich *immer* um (mindestens) 3-Phasensysteme -, nun kann es an die innere Ausgestaltung und Erforschung dieser Sichtweise auf Verbundwerkstoffe gehen. Diese Arbeit soll einen Beitrag dazu leisten.

Die Geschichte der Erforschung von Faserverbundwerkstoffen ist ein interessantes Beispiel dafür, wie durch analytische Grundbegriffe die *Sichtweise* auf den Forschungsgegenstand strukturiert wird. Bedingt durch die historischen Wurzeln in der Erforschung von Metall-Metall-Verbunden waren zwei zentrale Annahmen jahrzehntelang unumstößlich: Es handelt sich um Zweiphasensysteme, und das Materialverhalten der Komponenten ist linear elastisch. Sie sorgten für den langanhaltenden und noch immer nicht ganz überwundenen ›Erfolg‹ radikal vereinfachender Theorien wie der *Shear-Lag-Theorie* oder der *Kelly-Tyson-Identität* - dazu mehr im 2. Kapitel. Für die Nachhaltigkeit simplifizierender Theorien gibt es gute Gründe: Um die Komplexität der Welt ›in den Griff‹ zu bekommen, wird versucht, Modelle geringer Komplexität zu bilden, die die wahren Verhältnisse hinreichend gut approximieren sollen. Doch durch ihre faktische Widerständigkeit entzieht sich die Realität solcher ›glättender‹ Auffassungen der Welt, und das ist eine Quelle von Veränderung, von Kreativität und von Neuem. Nun soll nicht behauptet werden, in dieser Arbeit läge ›das

¹ In der Folge sind Verbundwerkstoffe gemeint, die aus genau *zwei* Komponenten zusammengesetzt sind.

Neue< - das widerspräche der eben formulierten Auffassung. Mit dieser Arbeit soll versucht werden, die Grundzüge der Theorien über Faserverbundwerkstoffe nachzuzeichnen, um die verschiedenen Sichtweisen auf Verbundwerkstoffe transparent zu machen. Aus dieser in gewisserweise logisch-historischen Analyse sollen dann *Kriterien und Leitlinien* für eine eigene Sichtweise auf Verbundwerkstoffe gewonnen werden, die vor allen Dingen im 3. Kapitel anhand des Verhältnisses von Theorien zu Meßmethoden diskutiert werden. Im experimentellen Teil (Kapitel 4) werden diese Kriterien dann ›umgesetzt‹; der (relative) Erfolg der Umsetzung wird im letzten Kapitel eingeschätzt, Perspektiven werden skizziert und die Problematik von Kennwerten wird diskutiert.

Diese Arbeit ist auch als kurzgefaßte Einführung in die Mikromechanik polymerer Faserverbundwerkstoffe konzipiert. In der Arbeit werden ungenaue, problematische oder metaphorisch verwendete Begriffe zur Kennzeichnung in ›spitze Klammern‹ gesetzt.

Danksagung

Zu dieser Arbeit unmittelbar und mittelbar beigetragen haben Wolfram Auersch, Prof. Dr. Georg Hinrichsen, Kerstin Lahser und Hubertus Nowak vom Fachgebiet Polymerphysik im Institut für Nichtmetallische Werkstoffe der TU Berlin sowie Angela Bertus, Prof. Dr. Andreas Hampe, Martina Hoffmann, Christian Holland, Olaf Hoyer, Gerhard Kalinka, Volker Lehmann, Dr. Christian Marotzke, Dr. Volker Rudolph, Dr. Eckhard Schulz, Klaus Schumacher, Heike Schwarze, Rüdiger Sernow und Antje Stein von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung Berlin.

2. Theorien

Theorien sind zweckgerichtete gedankliche Rekonstruktionen von Ausschnitten realer Weltverhältnisse. Ziel der Bildung von Theorien ist die gegenstandsadäquate und isomorphe Abbildung dieser Ausschnitte in analytischen Begriffen, in *Kategorien*. Das Kriterium der Gegenstandsadäquatheit fordert einerseits die Bestimmung des wissenschaftlichen Gegenstands und seine Abgrenzung von anderen, aber auch, daß die Bestimmung dem Gegenstand angemessen zu erfolgen habe. So wäre zum Beispiel eine Bestimmung des Gegenstands der Verbundwerkstoffe mit der Kategorie "Preis" nicht angemessen. Das Kriterium der Isomorphie fordert eine strukturerhaltende Abbildung der sachlichen und zeitlichen Gegenstandszusammenhänge in Begriffen bezüglich einer festzulegenden Dimension, also des interessierenden Aspekts des Gegenstands. So entsteht ein Modell aus dem Kriterium der Isomorphie, wenn die am realen Werkstoff gemessenen Eigenschaften denen im Modell entsprechen. Das Isomorphiekriterium hängt somit von zwei Faktoren ab: zum einen von der Bezugsdimension - ist sie sehr allgemein oder einfach gewählt, so fällt es nicht schwer, das Kriterium zu erfüllen - und zum zweiten vom Grad der Approximation - jede Art der Näherung, die nicht den Grenzfall der Identität darstellt, entspricht nur einer homomorphen Abbildung. Die Forderung nach Gegenstandsadäquatheit und Isomorphie können in der Theorienbildung widerstreitende Ziele darstellen, wie am Beispiel der Theorien über Verbundwerkstoffe gezeigt werden kann und soll.

Die Kategorien, also die analytischen Begriffe, in denen der Gegenstand abgebildet ist, strukturieren den forschenden Zugriff auf diesen Gegenstand. In den Theorien über Faserverbundwerkstoffe gibt es unterschiedliche Kategoriensysteme, die folglich den Zugriff auf den Forschungsgegenstand Verbundwerkstoff auch unterschiedlich strukturieren. Diese sind auch abhängig vom Zweck der Theorienbildung. So ist *ein* Zweck der Theorienbildung über Verbundwerkstoffe, Aussagen über mechanische Eigenschaften von Verbundwerkstoffen derart zu gewinnen, daß diese mit denen anderer Werkstoffe verglichen werden können. Für den Einsatz als Bauteil ist die geometrische und physikalische Integrität von entscheidender Bedeutung. Der Zweck einer solchen Herangehensweise an Verbundwerkstoffe ist, zu fragen, wie lange das Bauteil z.B. definierte mechanische oder thermische Anforderungen unter bestimmten Bedingungen erfüllt, oder - laxer formuliert - zu fragen, wann das Bauteil ›kaputt geht‹. Eine solche Herangehensweise an die Verbundwerkstoffforschung ist in Abb. 1 als *kritischer Ansatz* bezeichnet worden, da die primäre Dimension die der mechanischen Grenzeigenschaften ist. Demgegenüber soll eine Herangehensweise, die den Werkstoff zunächst einmal theoretisch ›intakt‹ läßt und die physikalischen Eigenschaften unterhalb der kritischen Belastung bestimmen will,

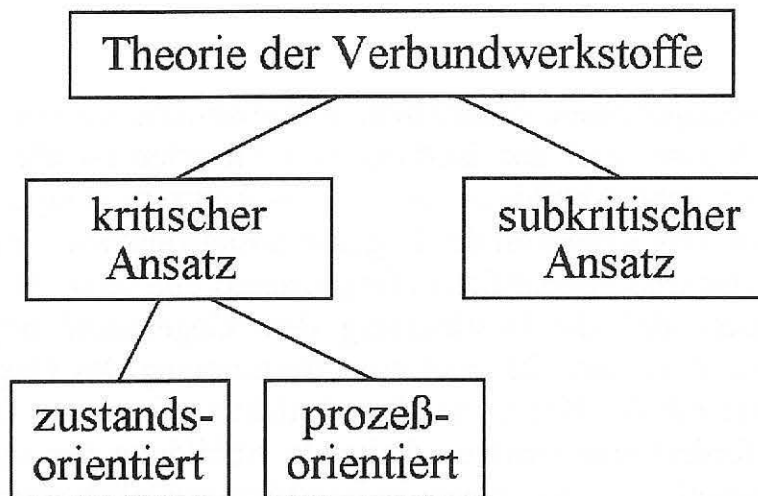


Abb. 1: Kategoriale Systeme in der Verbundwerkstofftheorie.

als *subkritischer Ansatz* bezeichnet werden. Ein subkritischer Ansatz hat in erster Linie nicht den Einsatz des Werkstoffs als Bauteil im Blickpunkt, sondern versucht zunächst einmal quasi ›von innen‹, die strukturellen Abhängigkeiten zu erforschen, um mit einem solchen Verständnis später auch Grenzeigenschaften betrachten zu können. Demgegenüber sind strukturelle Abhängigkeiten ›im‹ Verbundwerkstoff bei einem Herangehen mit einem kritischen Ansatz nur dann von Interesse, wenn deren Aufklärung einen Beitrag zum Verständnis der Grenzeigenschaften leistet. Es ist klar, daß es einen ›diffusen‹ Bereich zwischen den beiden Herangehensweisen gibt, dennoch ist es erstaunlich, wie sehr die mit diesen unterschiedlichen Ansätzen verbundenen Forschungslinien historisch getrennt verlaufen sind².

Die Vorgehensweise mit dem kritischen Ansatz teilt sich weiter in eine Linie, die als *zustandsorientiert* und eine Linie, die als *prozeßorientiert* bezeichnet werden soll. Die zustandsorientierte Herangehensweise betrachtet das Erreichen und Überschreiten des kritischen Bereichs des Werkstoffes als separate Zeitpunkte, die jeweils durch einen Zustand definiert sind. Besonders interessant ist dabei der singuläre Punkt, an dem die kritische Belastung des Werkstoffes erreicht ist und der kritische Bereich beginnt, an dem sich äußere Belastung und innere Werkstoffintegrität im ›punktuellen Gleichgewicht‹ befinden. In der Literatur wird dieses Herangehen oft als *Kräfte-Balance-Ansatz* bezeichnet. Die prozeßorientierte Herangehensweise interessiert sich vor allem für den Bereich, der nach dem kritischen ›Gleichgewicht‹ beginnt und im Zeitverlauf

² Dies kann man z.B. anhand der wechselseitigen Referenzen (oder eben gerade *nicht* vorhandenen Referenzen) in den Literaturlisten der Veröffentlichungen ablesen.

verschiedene Transformationen durchläuft. Für die kritisch-prozeßorientierte Betrachtungsweise ist der Werkstoff eigentlich schon ›zerstört‹, die Frage ist, welchen ›Widerstand‹ der Werkstoff einer fortschreitenden Zerstörung entgegenzusetzen kann. Diese Betrachtungsweise wird zumeist als *Bruchmechanik-* oder *Energie-Bilanz-Ansatz* bezeichnet.

Entsprechend der obigen Unterteilung ist das weitere Kapitel gegliedert. Die skizzierten Thesen sollen im folgenden diskutiert und belegt werden.

2.1. Der kritisch-zustandsorientierte Ansatz

Ein Körper, der einer äußeren Belastung unterworfen wird, verformt sich oder anders formuliert: ein Körper, der verformt wird, setzt dieser Verformung einen Widerstand entgegen. Für den Einsatz von Werkstoffen als mechanisch belastbare Bauteile ist von entscheidender Bedeutung, ob die Verformung reversibel oder irreversibel erfolgt, ob der Körper *elastisch* oder *plastisch* bei einer bestimmten Belastung verformt wird. Ein solcher Zusammenhang ist aus einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm ablesbar (Abb. 2).

Bei isotropen linear-elastischen Werkstoffen sind Verformungen durch positiv steigende Geraden repräsentiert. Im eindimensionalen Fall gilt die Relation

$$\sigma = E \varepsilon, \quad (1)$$

wobei die Geradensteigung E als Hooke'scher Elastizitätsmodul bezeichnet wird. E ist ein spezi-

fischer Kennwert, eine Konstante ideal-elastischer Werkstoffe. Auf atomarer Ebene korrespondiert ein elastisches Werkstoffverhalten mit reversiblen Prozessen wie z.B. der Änderung von Abständen oder Bindungswinkeln zwischen Ato-

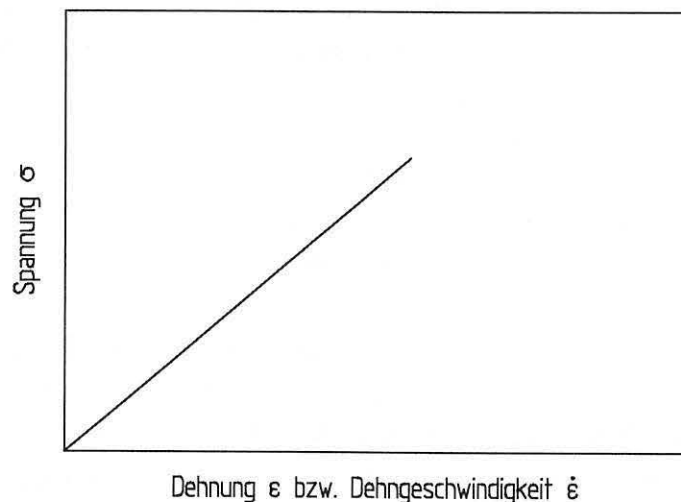


Abb. 2: Spannungs-Dehnungs-Proportionalität bei einem elastischen Körper bzw. Spannungs-Dehngeschwindigkeits-Proportionalität bei einer viskosen Flüssigkeit.

men. Die auf diesem Zusammenhang aufbauende Theorie wird Elastizitätstheorie genannt.

Bei plastischen Verformungen kommt es zu bleibenden Veränderungen z.B. durch atomare Platzwechselforgänge, Abgleiten von Gitterebenen, Konformationsänderungen etc. Im Extremfall läßt sich ein solcher Werkstoff als hochviskose Flüssigkeit auffassen. Bei ideal-viskosen Flüssigkeiten ist die Spannung proportional zur Dehngeschwindigkeit, unabhängig vom Absolutwert der Dehnung. Im Spannungs-Dehngeschwindigkeits-Diagramm ergibt sich ebenfalls eine Gerade (Abb. 2), die Proportionalitätskonstante η in der ein-dimensionalen Betrachtung wird als Newton'sche (dynamische) Viskosität bezeichnet:

$$\sigma = \eta \frac{d\varepsilon}{dt} = \eta \dot{\varepsilon} . \quad (2)$$

Reale Festkörper oder Flüssigkeiten sind durch das Hooke'sche bzw. Newton'sche Gesetz nur idealisiert beschreibbar, zumeist gibt es Abweichungen von den idealen Fällen. So kann zum einen der Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung bzw. Dehngeschwindigkeit nichtlinearer Natur sein, andererseits können Dehnung *und* Spannung von der Zeit abhängen. Hängt das Verhältnis von Spannung und Dehnung nur von der Zeit ab (und nicht von der Höhe der Spannung), so liegt *linear-viskoelastisches* Verhalten vor. Für polymere Werkstoffe ist dies nur für den Bereich kleiner Dehnungen angenähert gültig, im gesamten Deformationsbereich sind Polymere *nichtlinear viskoelastisch* oder genauer: *nichtlinear viskoelastisch-plastisch*³. Die Approximation durch ein ideal-elastisches Materialverhalten stellt mithin eine noch stärkere Idealisierung dar, als dies schon bei Annahme der linearen Viskoelastizität der Fall ist.

Um dennoch zu Modellierungen der Matrix in polymeren Verbundwerkstoffen zu kommen, werden starke Vereinfachungen vorgenommen. Während bei der *Shear-Lag-Theorie* die Materialkomponenten, also auch die Matrix, als ideal-elastisch angenommen werden, wird bei der *elastisch-plastischen Analyse* die Matrix unterhalb des kritischen Spannungsniveaus als elastisch modelliert, während im kritischen Bereich die Fließgrenze der Matrix (der *Yieldpunkt*) den

³ *Viskoelastische* Stoffe mit einem viskosen und elastischen Verzerrungsanteil sind reversibel umformbar, d.h. bei umgekehrter Spannung wieder rückstellbar. Bei *viskoelastisch-plastischen* Stoffen mit einem viskoelastischen und einem plastischen Verformungsanteil sind die Deformationen irreversibler Natur. Letzteres trifft auf polymere Werkstoffe zu, dennoch werden sie in der Regel als viskoelastische Werkstoffe bezeichnet.

elastischen Bereich beendet und als dehnungsunabhängige Konstante die Belastungsgrenze des Werkstoffes markiert. Beide theoretischen Ansätze sind sehr verbreitet und werden bis heute zur Modellierung von Verbundwerkstoffen verwendet. Ihre Basisannahmen und ein Ausschnitt der zahlreichen Modifikationen werden im folgenden Überblick vorgestellt und diskutiert.

Shear-Lag-Theorie

Die Shear-Lag-Elastizitätstheorie basiert auf den Arbeiten von Cox (1952), der ein idealisiertes Modell einer in einer Matrix eingebetteten Faser entwickelte (vgl. Abb. 3), wobei folgende Annahmen gelten:

1. Faser und Matrix sind zylindrisch, ideal-elastisch und perfekt miteinander verbunden;
2. die Schubspannung, die die Matrix auf die Faser überträgt, entspricht der Differenz der gedachten relativen Verschiebung der gedehnten Matrix *mit* Faser und der Matrix *ohne* Faser an der gleichen Position (einer Position im Faser-Matrix-Interface);
3. es wird keine Kraft über die Faserenden übertragen.

Mit den drei Annahmen läßt sich das mathematische Modell entwickeln. Im folgenden seien dabei alle Spannungsbetrachtungen auf die Faserachse (z -Achse) bezogen, sofern nichts anderes erwähnt wird. Aufgrund des im Vergleich zur Faser geringeren E -Moduls würde sich die Matrix ohne Faser stärker dehnen als mit Faser. Cox nahm an, daß die sich daraus ergebende Scherkraft S proportional zur gedachten Verschiebung eines betrachteten Punkts im Inter-

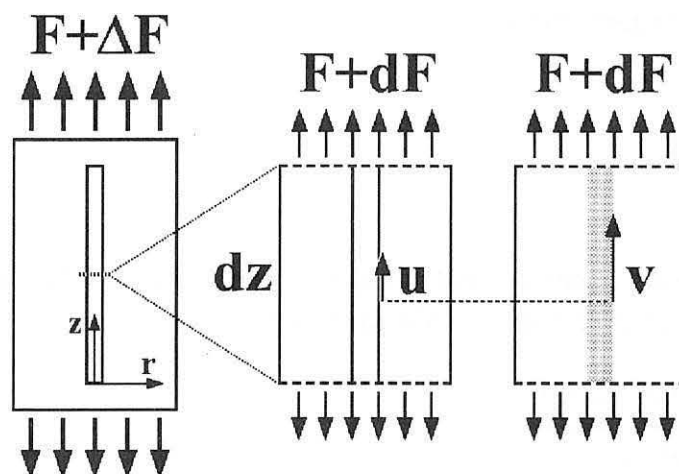


Abb. 3: Eingebettete Einzelfaser als Grundmodell für die Shear-Lag-Theorie.

face ist, d.h. $S=H(u-v)$, wobei die Proportionalitätskonstante H neben geometrischen Größen (r_f : Faserradius, r_m : mittlerer Abstand zu den Nachbarfasern) den Matrixschermodul G_m als Materialkennwert enthält:

$$H = \frac{2\pi G_m}{\ln(r_m/r_f)} . \quad (3)$$

Bezogen auf einen Abschnitt dz des Faser-Matrix-Zylinders, auf den die Kraft F wirkt, ergibt sich die Scherkraft S (die auf die Fasermantelfläche wirkende Schubspannung τ_i) damit zu:

$$S = H(u-v) = \frac{dF}{dz} = 2\pi r_f \tau_i . \quad (4)$$

Um aus den Verschiebungen u und v die Dehnung von Faser und Matrix bzw. deren Dehndifferenz bei einer Kraftänderung dF zu ermitteln, ist (4) zu differenzieren:

$$\frac{d^2F}{dz^2} = H \left(\frac{du}{dz} - \frac{dv}{dz} \right) = H(\varepsilon_f - \varepsilon_m) , \quad (5)$$

wobei ε_f und ε_m die gedachten Faser- bzw. Matrixdehnungen in z -Richtung sind. Die Differentialgleichung (5) hat die Lösung

$$\sigma_f = E_f \varepsilon + K \sinh \alpha z + L \cosh \alpha z , \quad (6)$$

wobei E_f den axialen Fasermodul, ε die aufgebrachte Dehnung und K bzw. L Konstanten bezeichnen, die durch die Randbedingungen bestimmt werden. Die Konstante α ist definiert durch

$$\alpha = \sqrt{\frac{H}{\pi r_f^2 E_f}} . \quad (7)$$

Mit der Annahme der Spannungsfreiheit der Faser an den Enden, also $F=0$ für $z=0$ und $z=l_e$ (l_e : Einbettlänge), ergibt sich somit

$$\sigma_f = E_f \varepsilon \left(1 - \frac{\cosh \alpha (l_e/2 - z)}{\cosh \alpha l_e/2} \right) . \quad (8)$$

Die Kraftbalancegleichung (4) läßt sich mit $\sigma = F/(r_f^2 \pi)$ auch formulieren als

$$\frac{d\sigma_f}{dz} = \frac{2\tau_i}{r_f} . \quad (9)$$

Wird nun (8) differenziert, so läßt sich mit (9) die Grenzflächenschubspannung τ_i ableiten:

$$\tau_i = -\frac{1}{2} E_f r_f \varepsilon \alpha \frac{\sinh \alpha (l_e/2 - z)}{\cosh \alpha l_e/2} . \quad (10)$$

Cox, der das Modell aus der Untersuchung der Festigkeit von ›Fasermatten‹ (Papier) ableitete, verwendete als Beispiel ein fiktives ideal-elastisches Harzfasersystem. Beim Shear-Lag-Modell von Cox wird das dreidimensionale Spannungsfeld auf eine Betrachtung der Spannungen in nur einer Richtung reduziert⁴, radiale und Umfangsspannungen werden ausgeklammert. Darüber hinaus werden die radiale Abhängigkeit der Schubspannung in der Matrix und die radiale Abhängigkeit der Faserspannung in der Regel nicht betrachtet (vgl. Hsueh, 1992b); sie sind, obwohl nicht offensichtlich, dennoch im klassischen Shear-Lag-Ansatz enthalten.

Die Abhängigkeit der Schubspannung in der Matrix vom radialen Faserabstand läßt sich schnell ableiten. Angenommen, die Schubspannung habe für ein Element dz (vgl. Abb. 3) im Faser-Matrix-Interface den Wert τ_i , und in endlicher Entfernung $r > r_f$ betrage die Schubspannung in der Matrix noch τ_m , dann läßt sich damit die Gleichgewichtsbedingung in z -Richtung durch

$$2\pi r_f \tau_i dz = 2\pi r \tau_m dz \quad (11)$$

formulieren, was umgeformt ergibt:

$$\tau_m(r) = \frac{r_f}{r} \tau_i . \quad (12)$$

Eine in vielen Analysen nicht explizit genannte, dennoch in der Shear-Lag-Theorie enthaltene Annahme ist demzufolge die der invers-linearen radialen Schubspannungsabhängigkeit. Sie ist ein Resultat der Komplexitäts-, d.h. der

⁴ Nairn (1992) spricht von einer *eindimensionalen Analyse*, da nur faseraxiale Zug- und Schubspannungen (nur die Spannungen bezüglich der z -Richtung) berücksichtigt werden.

Dimensionsreduktion. Während die meisten Gruppen diese *zentrale Implikation* nicht ausdrücklich erwähnen (Petermann und Rieck (1987), Jahankhani und Galiotis (1988, 1991), Eitan und Wagner (1991), Favre et al. (1991)), beziehen andere sie explizit in ihre Analysen mit ein (Hsueh, 1988a, 1991a, 1992a+b). Piggott (1980) machte diese Annahme zum Ausgangspunkt einer eigenen Ableitung der Shear-Lag-Theorie. Diese Ableitung, die das gleiche Ergebnis wie die von Cox liefert, ist in Anhang 1 dokumentiert. Sie hat den Vorteil, daß dort die bei Cox etwas willkürlich erscheinende Einführung der Konstanten H in die Ableitung einbezogen ist.

Eine weitere Inkonsistenz innerhalb der Shear-Lag-Theorie wird deutlich, wenn die oben gezeigte Implikation der invers-linearen radialen Schubspannungsabhängigkeit (12) mit der allgemeinen Gleichgewichtsbedingung für die Spannungen in radialer Richtung (Timoshenko und Goodier, 1951)

$$\frac{\partial \tau_m(r,z)}{\partial r} + \frac{\tau_m(r,z)}{r} + \frac{\partial \sigma_{zz}(r,z)}{\partial z} = 0 \quad (13)$$

kombiniert wird. Aus (13) wird mit (12)

$$\frac{\partial \sigma_{zz}(r,z)}{\partial z} = 0, \quad (14)$$

was bedeutet, daß die axialen Spannungen in der Matrix *nicht* von der z -Richtung abhängen. Dies kann jedoch in Fasernähe nicht der Fall sein wie Abb. 4a zeigt. Wenn die axiale Fasertension in Faserrichtung inhomogen ist, so kann aufgrund der Kontinuitätsbedingung die Matrixspannung in unmittelbarer Nachbarschaft im Interface nicht homogen sein (Marotzke, 1993).

Trotz oder möglicherweise gerade wegen der simplifizierenden Betrachtungsweise wurde die Shear-Lag-Theorie vielfältig aufgegriffen und immer wieder modifiziert. Das klassische Shear-Lag-Modell (Abb. 3) entspricht in der Belastungskonfiguration dem *Fragmentation-Test* (vgl. Kap. 3.1.), bei dem die Matrix belastet wird und die Spannungen auf die Faser überträgt. Abb. 4 zeigt Simulationsrechnungen⁵ für die Shear-Lag-Theorie nach Cox/Piggott für ein Glasfaser-Polycarbonat-System für die axiale Fasertension (Abb. 4a) und die Grenzflächenschubspannung (Abb. 4b). Abb. 5 gibt Resultate von Simulationen

⁵ Das Windows-Simulationsprogramm, mit dem die Abbildungen 4 und 5 erzeugt wurden, umfaßt 15 verschiedenen Shear-Lag-Theorie-Modifikationen und ist an der BAM im Labor 3.31 "Physik der Faserverbundwerkstoffe" erhältlich.

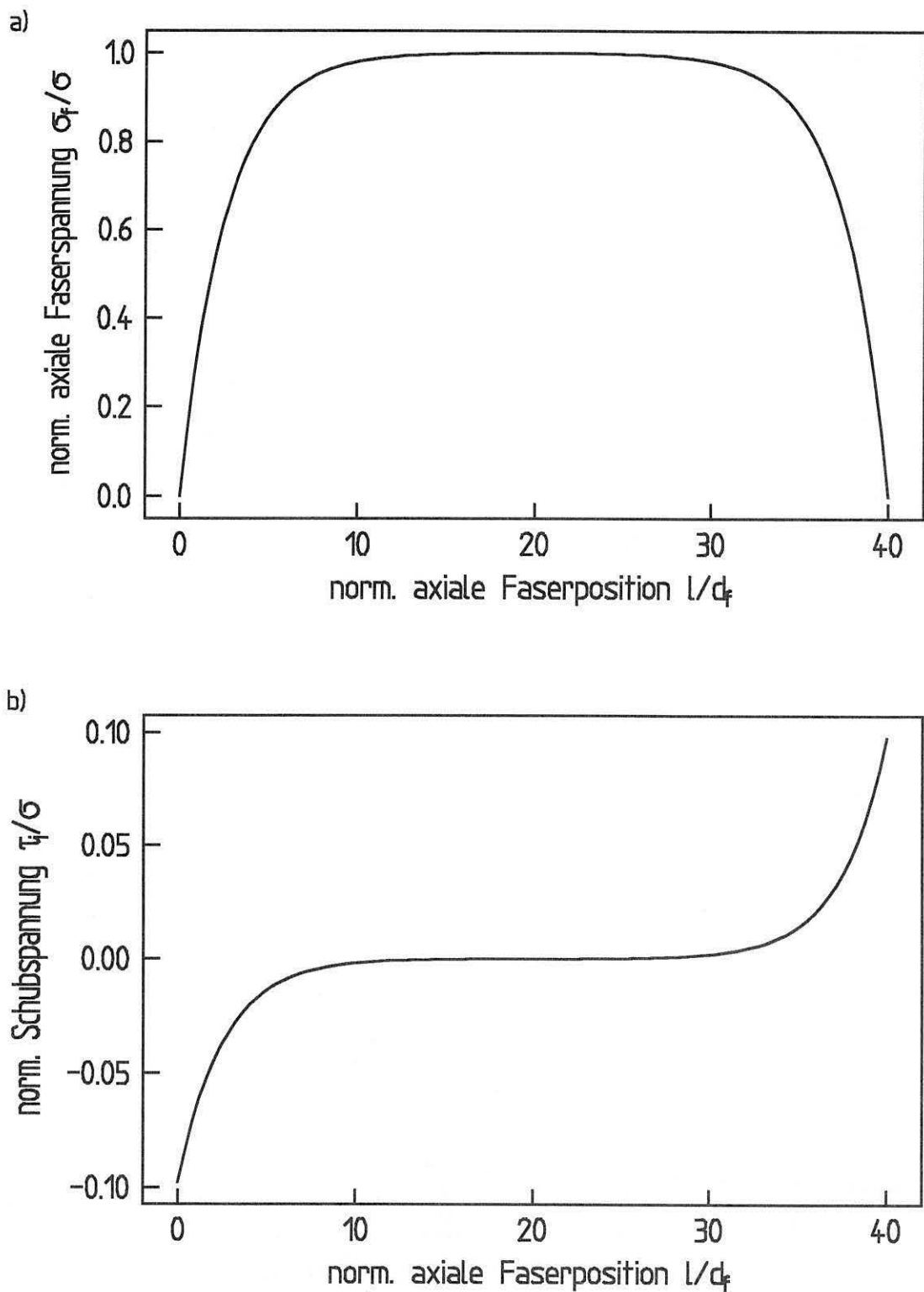


Abb. 4: Simulationsrechnungen entsprechend der Shear-Lag-Theorie nach Cox (1952) bzw. Piggott (1980) für ein Glasfaser-Polycarbonat-System mit *Matrixbelastung* ($E_f=70$ GPa, $E_m=3$ GPa); a) axiale Faserspannung, b) Grenzflächenschubspannung. d_f : Faserdurchmesser, σ : vorgegebene Probenspannung.

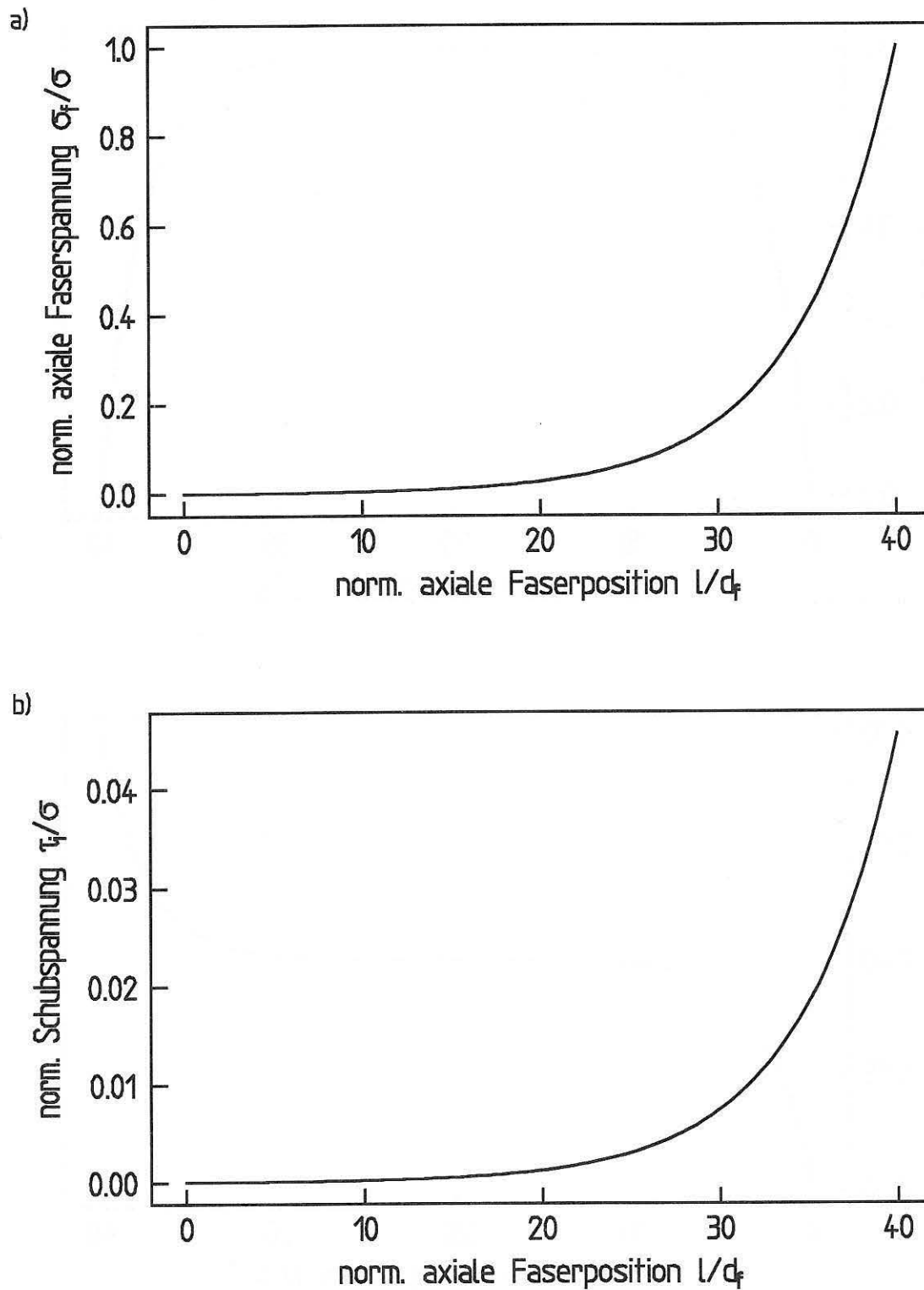


Abb. 5: Simulationrechnungen entsprechend der Shear-Lag-Theorie nach Chua und Piggott (1985a, vgl. Anhang 2) für ein Glasfaser-Polycarbonat-System mit *Faserbelastung* ($E_f=70$ GPa, $E_m=3$ GPa); a) axiale Faserspannung, b) Grenzflächenschubspannung. d_f und σ wie in Abb. 4.

auf Basis einer Shear-Lag-Ableitung von Chua und Piggott (1985a) mit ›umgekehrter‹ Belastungskonfiguration wieder: die Faser wird gedehnt und überträgt die Last über ihre Grenzfläche auf die Matrix. Dies entspricht den anderen drei bekannten mikromechanischen Modellversuchen, dem *Matrix-Abstreiftest*, dem *Einzelfaserauszugs-Test* und dem *Indentation-Test* (vgl. Kap. 3.2. bis 3.4.). Es existieren sehr viele Modifikationen der Shear-Lag-Theorie, die jedoch alle die genannten immanenten Beschränkungen nicht überwinden. Eine Auswahl abgeleiteter Formeln ist im Anhang 2 dokumentiert.

Diskussion des Shear-Lag-Modells

Bei der Vorstellung der Shear-Lag-Theorie wurden schon einige theorieimmanente Reduktionen angesprochen. Sie sollen hier noch einmal zusammengetragen und in ihren Konsequenzen ausgeleuchtet werden. Dabei sollen die Idealisierungen des Modells schrittweise in Richtung auf reale polymere Faserverbundwerkstoffe benannt werden.

Das komplexe dreidimensionale Spannungsfeld im Faser-Matrix-Grenzbereich wird von der klassischen Shear-Lag-Theorie auf die Betrachtung der Spannungen in nur einer Richtung reduziert. Insbesondere die Vernachlässigung der radialen Zugspannungen führt zu erheblichen Fehleinschätzungen der Verhältnisse im Verbundwerkstoff. Scheer und Nairn (1992) finden bei einer theoretischen Untersuchung der Top-Load-Konfiguration des Abstreifversuches (vgl. Kap. 3.2.) mittels Variationsrechnungen eine gegenüber den Grenzflächenschubspannungen doppelt so hohe Werte der radialen Zugspannungen. Atkinson et al. (1982) konnten bei Untersuchungen der Energiefreisetzungsrates für die Konfiguration des Einzelfaserauszugs (vgl. Kap. 3.3.) durch FEM-Simulationen zeigen, daß am Fasereintritt der rißöffnende, in radialer Faserrichtung wirkende Mode-I-Spannungsanteil⁶ vorherrscht und erst nach der Rißinitiierung durch einen überwiegenden Mode-II-Schubspannungsanteil abgelöst wird. Zu entsprechenden Ergebnissen kam auch Marotzke (1991) bei der Untersuchung des Spannungszustandes für verschiedene Phasen des Risses beim Einzelfaserauszug. Interessant sind auch die photoelastischen Untersuchungen der Schubspannungen in Einzelfaser-Modellverbunden (Stahldraht/Epoxy mit $E_f/E_m=21,5$) von Tyson und Davies (1965). Sie konnten die extreme Unterschätzung der Schubspannungsmaxima an den Faserenden (Abb. 6) durch die Shear-Lag-Theorie

⁶ Der Mode I bezeichnet den Zugspannungsanteil und der Mode II den Schubspannungsanteil einer komplexen Spannung.

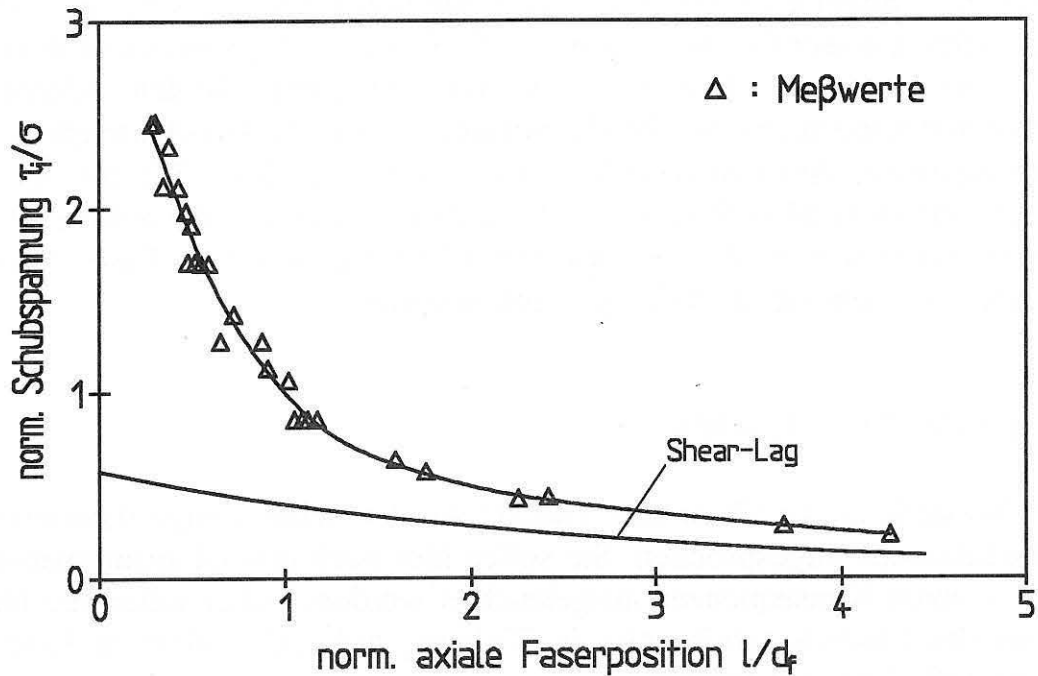


Abb. 6: Axiale Grenzflächenschubspannungsverteilung (normiert mit der Proben Spannung σ) für ein Stahldraht-Epoxy-System (nach Tyson und Davies, 1965) im Vergleich zur Shear-Lag-Theorie.

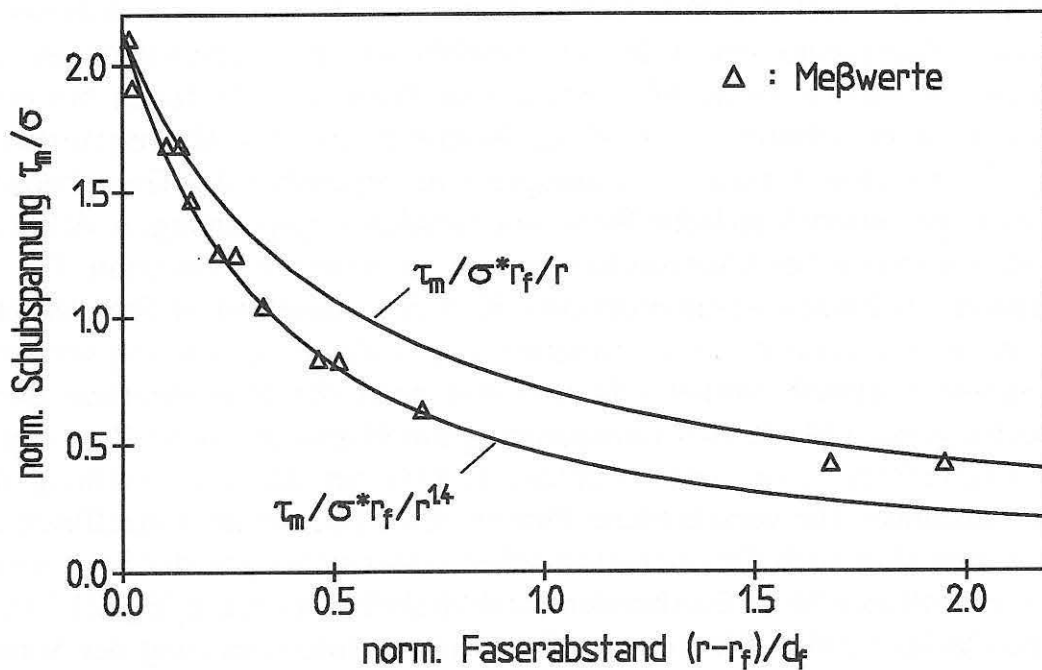


Abb. 7: Matrixschubspannung (normiert mit der Proben Spannung σ) in Abhängigkeit vom normierten radialen Faserabstand gemessen bei der axialen Position $l/d_f=0.375$ (nach Tyson und Davies, 1965) im Vergleich zu r^n -proportionalen berechneten Kurven ($n=1$: Shear-Lag-Theorie, $n=1,4$: eigene Approximation).

zeigen und stellten auch eine Abweichung von der invers-linearen Schubspannungsabhängigkeit in radialer Richtung (Abb. 7) fest⁷. Zu vergleichbaren Ergebnissen kamen auch Herrera-Franco und Drzal (1992) bei photoelastischen Untersuchungen der Schubspannungsverteilung bei der Droplet-Top-Load-Konfiguration des Matrix-Abstreifversuches (vgl. Kap. 3.2.). Eine *Annäherung* theoretischer Analysen an Shear-Lag-Abschätzungen fanden Smith und Spencer (1970) für ein Silicafaser/Aluminium-System mit einem *sehr kleinen* Steifigkeitsverhältnis von $E_f/E_m=1,04$. Carrara und McGarry (1968) konnten mit FEM-Simulationen den erheblichen Einfluß der *Faserendengeometrie* auf die Spannungsverteilung zeigen.

Die Annahme einer invers-linearen radialen Schubspannungsabhängigkeit führt zu einer Inkonsistenz innerhalb der Shear-Lag-Theorie. Sie impliziert die Homogenität der axialen Matrixspannungen, was aufgrund der Kontinuitätsbedingung im Interface mit einer inhomogenen axialen Faserspannung unvereinbar ist.

Durch die Vernachlässigung der radialen Spannungen werden in den meisten Analysen auch die durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten induzierten Druckspannungen (Matrixschumpf auf die Faser) ausgeblendet. Versuche, solche Einflüsse miteinzubeziehen (Piggott, 1978, Piggott und Dai, 1988, Chua und Piggott, 1985a-c), führten jedoch zu keiner entscheidenden Verbesserung der Ergebnisse. Der klassische Ansatz von Cox (1952) enthält ferner die Annahme eines mittleren Abstands der betrachteten Einzelfaser zu *Nachbarfasern*. Einzelfaserversuche können auf diese Weise nicht oder nur sehr stark idealisiert modelliert werden (Nairn, 1992).

Die Annahme eines linear-elastischen Materialverhaltens ist für Polymere eine grobe Vereinfachung. Schon im Bereich der unterkritischen Belastung, erst recht aber im Bereich des Materialversagens verliert diese Approximation ihren Aussage- und Verallgemeinerungswert. Auch bei sonst als spröde klassifizierten Matrices kommt es im kritischen Bereich zu lokalen plastischen Deformationen (Morris et al., 1989).

Die Shear-Lag-Theorie beruht auf der Annahme einer Balance zwischen aufgebrachtener Außen- und induzierter Materialspannung. Eine solche Gleichgewichtsbetrachtung schließt die Annahme der Zeitunabhängigkeit und System-

⁷ Da die Faser in ein *flaches* Matrixprofil eingebettet wurde, ist eine direkte Vergleichbarkeit mit den radial-symmetrischen Modellen von Atkinson et al. und Marotzke nicht gegeben.

abgeschlossenheit ein. Die Zeitabhängigkeit und damit der Prozeßcharakter eines komplexen Vorgangs wie dem des Materialversagens ist damit nicht beschreibbar. Die Annahme einer Systemabgeschlossenheit ist ebenfalls dann fragwürdig, wenn die Meßkonfiguration (alle Bedingungen der Anordnung und der Versuchsdurchführung) die Ergebnisse auch qualitativ beeinflusst.

Elastisch-plastische Analyse

Die Shear-Lag-Theorie war zunächst vor allem im Bereich der Metall-Metall-Faserverbundwerkstoffe von Bedeutung. Für Metalle schien die Annahme eines linear-elastischen Materialverhaltens für den subkritischen Bereich eine akzeptable Näherung darzustellen, im kritischen Bereich jedoch war die Annahme aufgrund des Yieldings der Metalle offensichtlich nicht angemessen. So lag es nahe, die Fließgrenze als besonderen Punkt in der Spannungs-Dehnungs-Relation auch theoretisch einzuführen. Dabei wurde angenommen, daß das Yielding zu einer Homogenisierung der Schubspannungen im Faser-Matrix-Bereich führt (vgl. Abb. 8 für Polypropylen). Kelly und Tyson (1965, 1966) waren es, die die

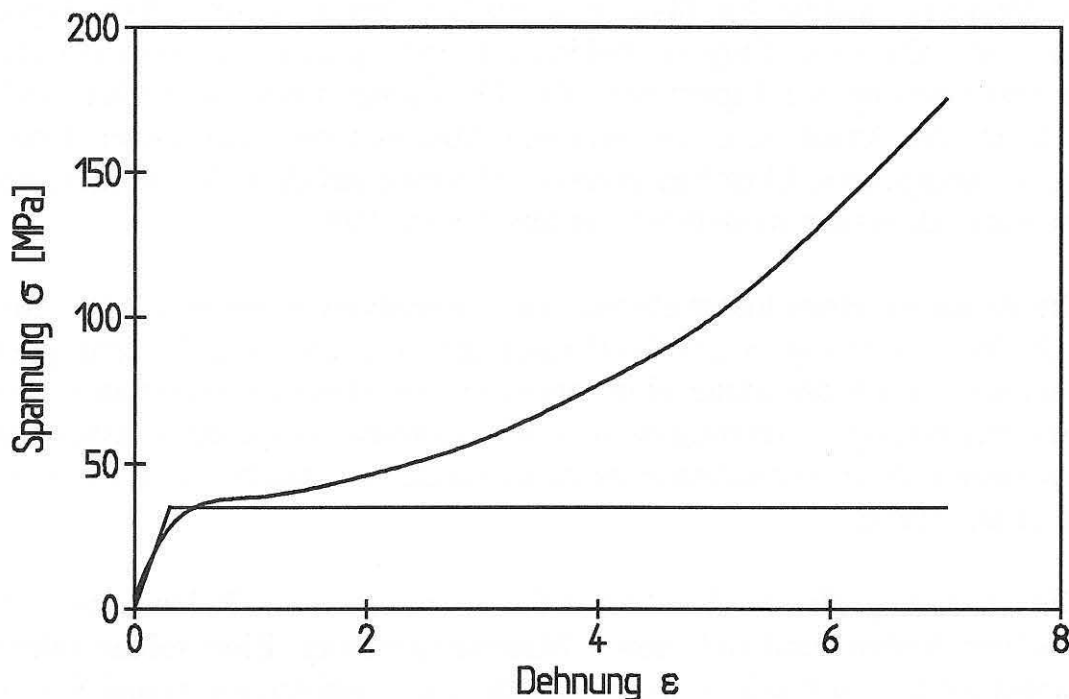


Abb. 8: Spannungs-Dehnungs-Relation für it-Polypropylen (aus Elias, 1990) und Approximation durch die elastisch-plastische Analyse. Dargestellt sind die *wahren* Spannungen (vgl. auch Pukánsky, 1990).

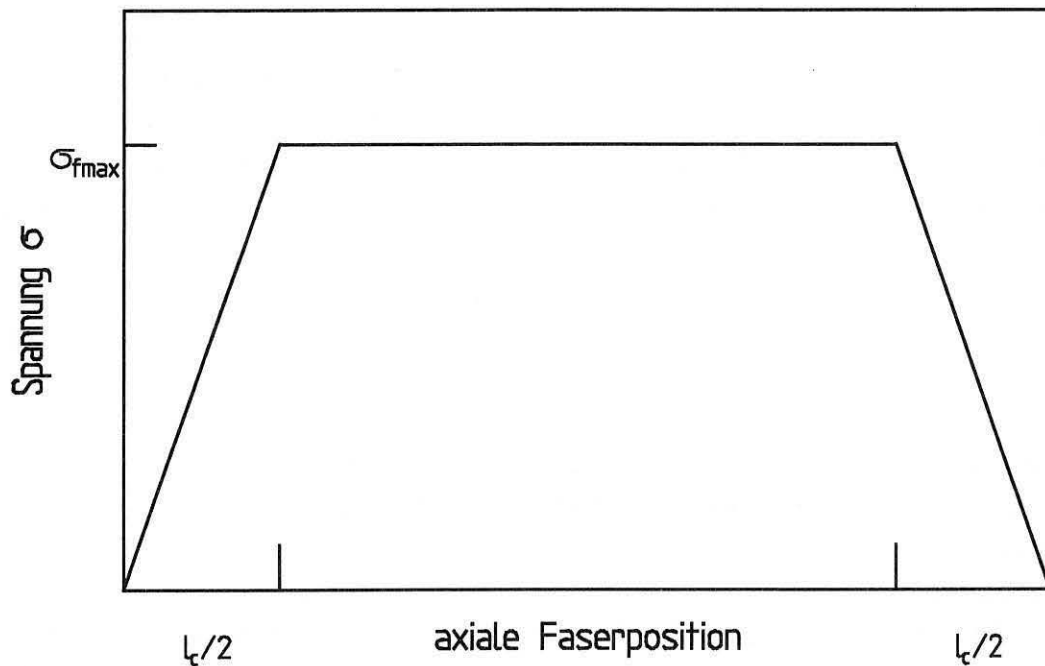


Abb. 9: Idealisierte Schubspannungsverteilung im Modell der elastisch-plastischen Analyse.

Identifizierung der Schubspannung mit der Matrix-Yieldspannung im kritischen Bereich in einen funktionalen Zusammenhang bringen. Aus der einfachen Kräftebalance zwischen extern aufgebrachtener Spannung und intern induzierter Grenzflächen-Schubspannung τ_i (so z.B. Kelly, 1964)

$$\pi r_f^2 \sigma_f = 2\pi r_f z \tau_i \quad (15)$$

wird

$$\sigma_f = 2\tau_y \frac{z}{r_f} \quad (16)$$

wobei die Grenzflächen-Schubspannung τ_i hier mit der Yieldspannung τ_y identisch ist (z : axiale Entfernung vom Faserende).

Abb. 9 veranschaulicht diesen Zusammenhang. Sobald in ausreichender Entfernung vom Faserende die Matrix-Yieldspannung erreicht ist, kann die Grenzflächen-Schubspannung aufgrund der Kontinuitätsbedingung im Faser-Matrix-Interface nicht weiter ansteigen. Nun kann eine außen angelegte Spannung nur solange auf die Faser über die uniforme Schubspannung übertragen werden, wie die Zugfestigkeit der Faser nicht überschritten wird. Zum Faser-

bruch kommt es, wenn die durch die Schubspannung induzierte axiale Faser-
spannung die Zugfestigkeit der Faser überschreitet. Dies wiederum geschieht
nur, wenn die Faser lang genug ist, so daß sich die Bruchspannung $\sigma_{f\max}$ auch
tatsächlich aufbauen kann. Die Länge, bei der Faserbruch eintritt, wird kritische
Faserlänge l_c genannt. Da die Spannungsverteilung symmetrisch ist (vgl. Abb.
9), kann mit (16) und $z=1/2l_c$ bzw. (15) die kritische Faserlänge angegeben
werden:

$$l_c = \frac{\sigma_{f\max} r_f}{\tau_y} . \quad (17)$$

Auf Basis dieser einfachen Relation wurde jahrzehntelang und wird auch
heute noch der Fragmentation-Test ausgewertet. Die Kelly-Tyson-Annahme der
Identität der Interface-Schubspannung mit der Matrix-Yieldspannung im kriti-
schen Bereich (im folgenden kurz als *Kelly-Tyson-Identität* bezeichnet) ist auch
die Basis für die vereinfachende Auswertung der Einzelfaserauszugversuche.
Mit (16), $z=l_e$ (Einbettlänge) und der Faserauszugsspannung $\sigma_{\max}=F_{\max}/(\pi r_f^2)$
ergibt sich für die Yieldspannung

$$\tau_y = \frac{F_{\max}}{2\pi r_f l_e} = \frac{F_{\max}}{A_f} , \quad (18)$$

mit der als zylindrisch angenommenen Fasermantelfläche A_f unter der Voraus-
setzung $l_e < l_c/2$, da es sonst zum Faserbruch kommt. Die so berechnete Yield-
spannung wird mit der ›Scherfestigkeit‹ der Faser-Matrix-Grenzfläche gleichge-
setzt: $\tau_i = \tau_y$. Die Problematik dieser Aussage wird in Kapitel 3.1. diskutiert.

2.2. Der kritisch-prozeßorientierte Ansatz

Während bei der zustandsorientierten Herangehensweise der Werkstoff als zu-
nächst ideal intakt angesehen und gefragt wird, welche Außenbedingungen die
physikalische Integrität zu zerstören beginnen, wird bei der prozeßorientierten
Herangehensweise der Werkstoff im allgemeinen als bereits vorgeschädigt und
mechanisch inhomogen angenommen⁸. Schon auf einer phänomenologischen

⁸ Eine allgemeine Einführung in die anwendungsorientierte Bruchmechanik findet sich in
Blumenauer und Pusch (1987) bzw. theoretischer ausgerichtet in Cox et al. (1978). Theoretische
Modelle für das Bruchverhalten von Faserverbundwerkstoffen entwickelten Gurney und

Ebene kommt der prozeßorientierte Ansatz damit der Beschreibung der realen Vorschädigung von Bauteilen sicher näher. Mikrorisse, herstellungsbedingte Spannungskonzentrationen, Hohlräume, Phasensegregationen etc. bewirken die Existenz einer ›schwächsten‹ Stelle. Die Frage des prozeßorientierten Ansatzes ist nun, welche Widerstandsfähigkeit der Werkstoff an der ›schwächsten‹ Stelle einer von außen eingebrachten Reißvortriebsenergie G entgegensetzt:

$$G = G_c \quad (G_c: \text{kritischer Wert}). \quad (19)$$

Diese Gleichung beschreibt die Äquivalenz zwischen der den Riß um ein Stück vorantreibenden Dehnungsenergie (bei gleichbleibender Verschiebung) und der Energie, die dissipiert wird, wenn ein Riß ein solches Stück vorrückt. Die Einheiten sind jeweils "Energie pro Fläche erzeugten Risses". Ähnlich wie beim Kräftebalance-Modell des zustandsorientierten Ansatzes wird hier die gemäß dem Energieerhaltungssatz notwendige Balance von zugeführter und umgesetzter Energie betrachtet. Es gibt jedoch wesentliche Unterschiede:

1. Wie schon die Bezeichnung "prozeßorientiert" andeuten soll, werden nicht statische, sondern dynamische Balancen betrachtet: es geht *immer* um *Energieumsätze*, um die Überführung von potentieller Energie in geleistete Arbeit⁹. Dennoch wird *nicht immer* Energie umgesetzt. Ist G zu klein, also $G < G_c$, so wird der Riß nicht vergrößert. G_c kennzeichnet also gleichzeitig die kritische Grenze des Systems, oberhalb derer ein Riß vergrößert wird - daher auch der Index c ("critical").
2. Während der Kräftebalance-Ansatz eher integraler Natur ist - Einzelheiten sollen nur sekundär interessieren -, basiert der Energie-Bilanz-Ansatz auf einer Bestimmung lokaler Prozesse. Es ist zwar auch möglich, integrale Betrachtungen durchzuführen, indem nur die linke Seite von Relation (19) untersucht wird, die eigentliche Potenz des Ansatzes kann nur entfaltet werden, wenn die rechte Seite der Gleichung aufgeklärt wird. Während die linke Seite sozusagen die Testapparatur ›enthält‹, schließt die rechte Seite der Gleichung alle Energiedissipationsprozesse im Werkstoff im Detail ein. Auf welche Weise nun diese Einzelprozesse korreliert sind, spricht auf einer ›Ebene tiefer‹ das analoge Problem des Verhältnisses der Teile zum Ganzen an, wie es sich für das Verhältnis der Eigenschaften der Einzelkomponenten

Hunt (1967), Kanninen et al. (1977), Wells und Beaumont (1982, 1988), Stang und Shah (1986), Kelly (1987), Gao et al. (1988) und McCartney (1989).

⁹ Die Möglichkeit, eine *totale* Energiebilanz zu betrachten (z.B. Fila et al., 1972, Piggott, 1974, 1980), ist dem statischen Kraftbalanceansatz zuzuordnen. Solche Betrachtungen fallen aus dem Rahmen des prozeßorientierten Ansatzes.

zu denen des Gesamtverbundes stellt (vgl. Kap. 3).

Wenn die Korrelation zwischen der Energiefreisetzungsrate und der Singularität am Riß gezeigt werden kann, dann kann alternativ zu (19) auch

$$K = K_c \quad (20)$$

für das Rißwachstum verwendet werden, wobei K den Spannungsintensitätsfaktor und K_c die Bruchzähigkeit oder Rißwiderstand bezeichnet (Kanninen et al., 1977). K charakterisiert die sog. $r^{-1/2}$ -Spannungssingularität an der Rißspitze (Cartwright und Rooke, 1978, Blumenauer und Pusch, 1987):

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} [K_I f_{ij}^I(\Theta) + K_{II} f_{ij}^{II}(\Theta) + K_{III} f_{ij}^{III}(\Theta)] , \quad (21)$$

wobei σ_{ij} die Normal- bzw. Schubspannungen an der durch die Polarkoordinaten r und Θ beschriebenen Stelle angeben. Die Index I bezeichnet den Zugspannungsmodus, die Indizes II und III den ebenen und nichtebenen Schubspannungsmodus des Versagens. Die Funktion f_{ij} ist dimensionslos und nur von Θ abhängig. Nur im Grenzfall eines idealen, unendlich ausgedehnten Körpers gilt für den durch Zugspannung (Mode I) hervorgerufenen Innenriß (Cartwright und Rooke, 1978)

$$K_I = \sigma_\infty \sqrt{\pi a} , \quad (22)$$

wobei σ_∞ die Fernfeldspannung und a die halbe Rißlänge sind. Grob gesprochen ist K ein Maß für die an der Rißspitze aufgebaute lokale Spannung im Verhältnis zur angelegten Probenspannung. Das Überschreiten von K_c , dem analog zu G_c kritischen Wert, ist das Kriterium für das Versagen der Probe. Für isotrope Werkstoffe, also *nicht* für Faserverbundwerkstoffe, kann eine Beziehung zwischen der Energiefreisetzungsrate und dem Spannungsintensitätsfaktor für den ebenen Spannungszustand angegeben werden:

$$G_{I,II} = \frac{K_{I,II}^2}{E} , \quad (23)$$

wobei diese Beziehung jedoch auch für einen Rißverlauf zwischen Faser und Matrix verwendet wird (Gurney und Hunt, 1967, Wells und Beaumont, 1987, 1988, Giare et al., 1988).

In der Forschungs- und Prüfpraxis von Faserverbundwerkstoffen wird der ›Energieansatz‹ zumeist auf ›große‹ Normprüfkörper angewendet, bei denen mit Hilfe geeigneter Geometrien ein möglichst ›reiner‹ Belastungsmodus erzeugt werden soll, so beim DCB-Test (*double cantilever beam*) für Mode I (Gustafson und Hojo, 1987, Leach et al., 1987, Davies et al., 1989, Hojo et al., 1989, 1990, 1991, Kageyama und Hojo, 1990, Ohtani et al., 1990, Hine et al., 1992), CT-Test (*compact tension*) für Mode I (Bürger et al., 1988), CLS-Test (*cracked lap shear*) für definierten I/II-gemischten Mode (Gustafson und Hojo, 1987), DTT (*double torsion test*) für Mode II (Yamini und Young, 1980, Fischer und Schmid, 1986), ENF-Test (*end-notched flexure*) für Mode II (Davies et al., 1989, Kageyama und Hojo, 1990), IENF-Test (*interleaved end-notched flexure*) für Mode II (Aksoy und Carlsson, 1992), EDT (*edge delamination test*) für Mode II (Leach et al., 1987, Nairn et al., 1991), 3- bzw. 4-Punkt-Biege-Test (Fila et al., 1972, Kirk et al., 1978, Bürger et al., 1988). Auch Ermüdungsversuche werden oft auf Basis des prozeßorientierten Ansatzes ausgewertet (Nagasawa et al., 1990).

Zwei Methoden werden verwendet, um die kritische Energiefreisetzungsrate zu bestimmen. Nach der *Flächenmethode* wird die Energie dE bestimmt, die erforderlich ist, um einen Riß mit der neuen Fläche dA zu erzeugen:

$$G = \frac{dE}{dA} \geq G_c . \quad (24)$$

Bei der *Komplianzmethode*, die auch bei Experimenten mit Einzelfaser-Modellen häufig verwendet wird, wird bei einer festen Last F die Komplianzänderung dC des Prüfsystems (Apparatur plus Probe) bei einem Rißfortschritt mit dem Flächenzuwachs dA bestimmt (Cartwright und Rooke, 1978; für Einzelfaser-Systeme z.B. Gurney und Hunt, 1967, Outwater und Murphy, 1969, Kelly, 1970, Stang und Shah, 1986, Gao et al., 1988):

$$G_c = \frac{F^2}{2} \frac{dC}{dA} . \quad (25)$$

Für eine eingebettete Einzelfaser (vgl. Abb. 17c) unter der Annahme eines ideal-elastischen Zweiphasensystems mit einem Grenzflächenriß an der Matrixoberfläche leiteten Gurney und Hunt (1967) auf Basis der Arbeiten von Griffith (1921) die Relation zwischen aufgebrachtener Faserspannung und integraler Energiedissipation durch Grenzflächenbruch ab (vgl. auch Mai und Castino, 1985, Gent und Liu, 1991):

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{4E_f G_c}{r_f}} \quad (26)$$

G_c wird hier als Materialkonstante behandelt, die Spannung ist daher nicht von der Einbettlänge, sondern vom Radius der Faser abhängig, der die Ausdehnung des Risses senkrecht zur Ausbreitungsrichtung bestimmt. Diese einfache Betrachtung kann leicht mit der Grenzflächenenergie der Grenzfläche zwischen Faser und Matrix in Verbindung gesetzt werden (Outwater und Murphy, 1969, Bowling und Groves, 1979):

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{8E_f \gamma_i}{r_f}}, \quad (27)$$

womit Modellverbundsysteme auch oberflächenenergetischen Methoden analytisch zugänglich werden (so z.B. bei Allara et al., 1986, Neu und Hornbogen, 1987, Rättsch, 1988).

Bei homogenen isotropen Materialien ist G_c eine Materialkonstante, bei anisotropen mehrphasigen Systemen setzt sich G_c aus mehreren Beiträgen zur Energiedissipation zusammen. Hierbei werden vor allem die Faser-Matrix-Trennung (*Debonding*) und der nachfolgende reibungsabhängige Faserauszug diskutiert (Kelly, 1970, Marston et al., 1974, Wells und Beaumont, 1987). Ähnlich wie beim zustandsorientierten Ansatz gibt es eine elastische und eine elastisch-plastische Approximation.

Der scheinbar einfachere Fall der elastisch-plastischen Approximation basiert auf der Kelly-Tyson-Identität von Schub- und Matrix-Yieldspannung im kritischen Bereich. Es kommt zu keiner Faser-Matrix-Trennung, sondern zum Yielding der Matrix mit anschließendem Kohäsionsbruch bei einer maximalen Schubyieldspannung $\tau_y = \tau_i$. Die in Trennarbeit und Erwärmung umgesetzte Dehnenergie der Faser entspricht der Fläche W in Abb. 10 bei vorrückendem Riß, dessen Inkrement sich als Wegdifferenz messen läßt (Mai und Castino, 1984, Nairn et al., 1991). Eine solche Versuchsdurchführung entspricht demnach der Flächenmethode. Da von einer Schubspannungshomogenität und damit von einer Rißlängenunabhängigkeit von G_c ausgegangen wird, identifizieren Yue und Cheung (1991) den aus dem *Initialriß* der Einzelfaserprobe bestimmten Energieumsatz W_I pro Rißfläche (vgl. Abb. 11) mit der Grenzflächen-Energie-

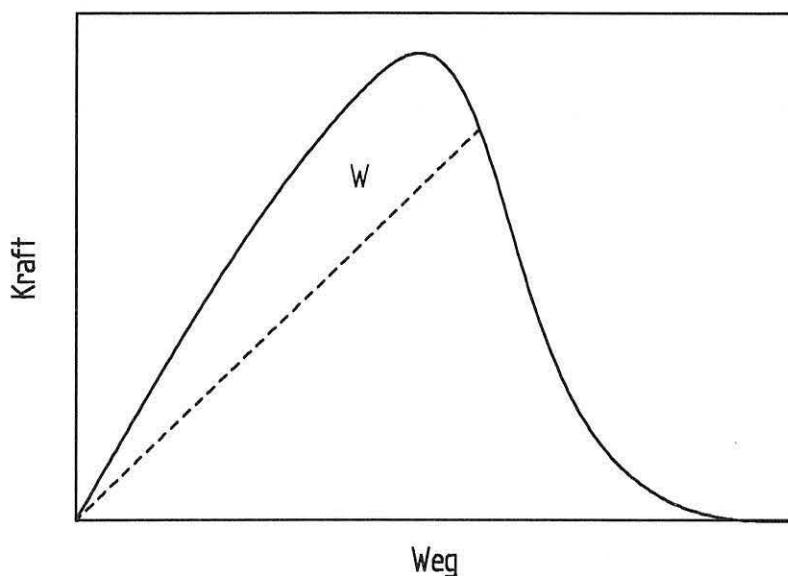


Abb. 10: Reißvorschub und dissipierte Energie im Zugversuch. Die Gerade markiert einen diskreten Punkt im Reißvorschub, die Fläche W unter der Kurve die dissipierte Energie.

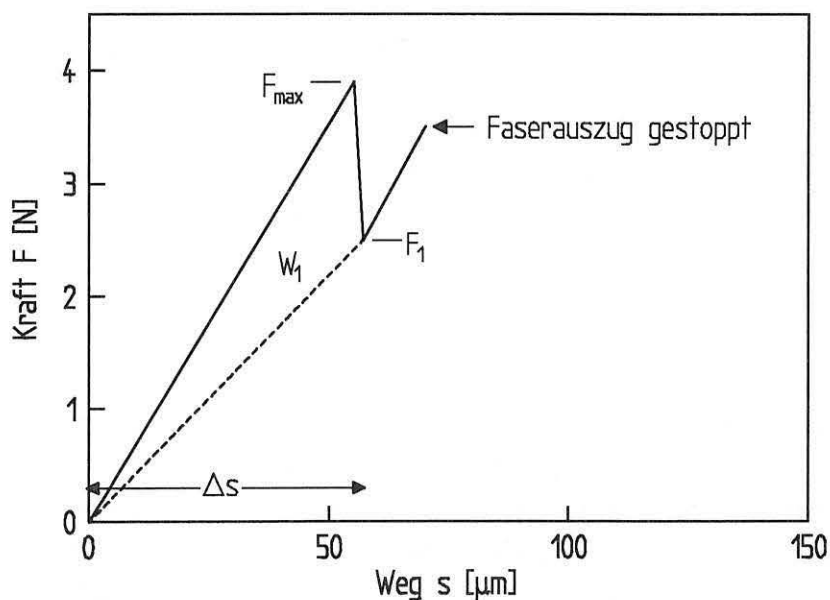


Abb. 11: Ausschnitt aus einer Kraft-Weg-Kurve beim Einzelfaserauszug mit ›dicken‹ Glasfasern ($r_f=110\mu\text{m}$), nach Yue und Cheung (1991).

freisetzungsrate:

$$G_c = \frac{W_1}{2\pi r_f l_1} \quad \text{mit} \quad W_1 = \frac{1}{2}(F_{\max} - F_1)\Delta s, \quad (28)$$

wobei Δs den gemessenen Wegversatz der Faser in der Einspannung bei Reißinitiiierung und l_1 die initiale Reißlänge angeben. W_1 entspricht der in Abb. 11

abgetrennten Fläche unter der Auszugskurve. Der deutliche Kraftabfall von F_{\max} zu F_1 resultiert aus der schlagartigen Freisetzung der in der Apparatur und der Probe, insbesondere in der freien Faser gespeicherten Dehnenergie, die den Riß auf eine Länge von l_1 vorantreibt. Nach Kellys (1970) expliziter Einführung der Kelly-Tyson-Identität in die Bruchmechanik kann die umgesetzte Arbeit für den Fall einer plastisch-deformierten Matrix berechnet werden zu

$$W_i = \tau_i \pi r_f l_e^2 . \quad (29)$$

Damit kann (28) mit $l_I=l_e$ und $W_I=W_i$ bestimmt werden zu

$$G_c = \frac{W_i}{2\pi r_f l_e} = \frac{\tau_i l_e}{2} , \quad (30)$$

womit jedoch der Bereich des prozeßorientierten Ansatzes verlassen wird. Gleichung (30) entspricht der Verwendung der Kelly-Tyson-Identität (z.B. (18)) beim zustandsorientierten Ansatz - mit der Kelly-Tyson-Identität wird letztlich jede differenzierende Analyse homogenisiert¹⁰.

Für den elastischen Fall ist der Faser-Matrix-Trennbruch und die Reibung beim eigentlichen Faserauszug zu berücksichtigen. Letztere wird durch die Gleitschubspannung τ_r als Konstante aus dem Produkt

$$\tau_r = \mu P \quad (31)$$

des Reibungskoeffizienten μ und des radialen Drucks P auf die Faser bestimmt. Die dissipierte Energie eines völlig anderen Prozesses (Schergleitung getrennter Flächen statt plastischer Scherdeformation) kann demnach genauso mit (30) unter Verwendung von τ_r statt τ_i berechnet werden (so von Kelly, 1970, Piggott, 1980, Yue und Cheung, 1991, Gent und Liu, 1991). Die beim Faser-Matrix-Trennbruch (Debonding) dissipierte Energie ist nach Kelly (1970)

$$W_i = \frac{\pi r_f^2 \sigma_f^2 z}{6E_f} , \quad (32)$$

wobei z die Länge des Risses bei Freisetzung der Dehnenergie in der Faser ist.

¹⁰ Eine Alternative zur Kelly-Tyson-Identität bietet der J -Integral-Ansatz für elastisch-plastische Werkstoffe. Ähnlich wie bei der Bestimmung von G_c mit (25) wird die Komplianzänderung bei verschiedenen initialen Rißlängen bestimmt (vgl. ausführlich bei Turner, 1978, Kim und Joe, 1987, Bernal et al., 1992 für unverstärkte Polymere sowie Kim et al., 1989, Kim und Kim, 1989a+b für verstärkte Polymere).

Mit (28), wobei $W_1=W_r$ ist, und (32) bestimmt Kelly (1970) das Verhältnis von dissipierter Energie durch Faserauszugs-Reibung und Faser-Matrix-Trennung zu

$$\frac{W_i}{W_r} = \frac{\sigma_f}{3E_f} = \frac{\varepsilon_f}{3} \quad (33)$$

Je größer die Faserdehnung ist, desto größer ist der zur Faser-Matrix-Trennung nötige Energieanteil. Gao et al. (1988) leiteten auf Basis einer Shear-Lag-Analyse die zur Faser-Matrix-Trennung erforderliche Debondspannung σ_i und die beim Faserauszug auftretende Reibungsspannung σ_r ab. Für die Debondspannung σ_i ergibt sich danach:

$$\sigma_i = \sigma_0 + (\bar{\sigma} - \sigma_0)[1 - e^{-\lambda(l_e - z)}] \quad (34)$$

mit $\lambda = \frac{2\mu k}{r_f}$, $k = \frac{\alpha v_f}{\alpha(1 - v_f) + 1 + v_m}$, $\alpha = \frac{E_m}{E_f}$, $v_f =$ Faservolumenanteil,

$v_m =$ Matrixvolumenanteil und mit der von der Rißlänge z unabhängigen reibungsfreien Debondspannung σ_0 bzw. der asymptotischen Debondspannung $\bar{\sigma}$ für sehr große Einbettlängen

$$\sigma_0 = \sqrt{\frac{4E_f G_{Ic}}{r_f(1 - 2kv_f)}} \quad \text{bzw.} \quad \bar{\sigma} = -\frac{P}{k} \quad (33)$$

und für die initiale Faserauszug-Reibspannung σ_r :

$$\sigma_r = \bar{\sigma}[1 - e^{-\lambda l_e}] \quad (34)$$

Aus Gründen der Vereinfachung wurde angenommen, daß der Faservolumenanteil $v_f \rightarrow 0$ strebt, d.h. mit $v_f = r_f^2 / (r_m^2 - r_f^2)$ gilt, daß $r_m \gg r_f$ (ausführliche Beschreibung bei Gao et al., 1988 oder Kim et al., 1991). In einer verbesserten Version des Modells (Zhou et al., 1991), das sich auch auf die Arbeiten von McCartney (1989) stützt, wurde eine Rißlängenabhängigkeit der Debondspannung σ_i (Formel (34)) aufgenommen. Ferner wird diskutiert, zusätzlich die Energiefreisetzungsrates nicht als Materialkonstante, sondern ebenfalls als abhängig vom Rißfortschritt zu behandeln (Kim et al., 1991). Die Basis dafür sind die *Rißwiderstandskurven* ("R-Kurven"). Derartige R-Kurven, beispielhaft in Abb. 12 dargestellt (nach Wells und Beaumont, 1987, vgl. auch Mahishi, 1986, Giare et al., 1988, Joe et al., 1989, Bernal et al., 1992), beschreiben in einem Diagramm

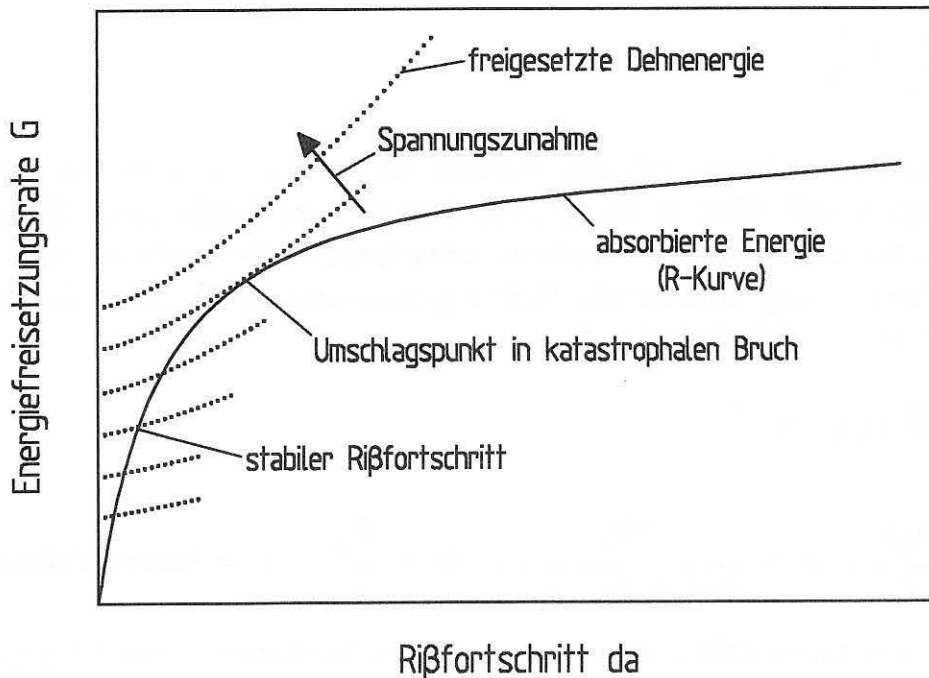


Abb. 12: Schematische Darstellung einer Reißwiderstandskurve (R -Kurve), Erläuterungen im Text.

das Verhältnis von linker und rechter Seite der Gleichung (19)¹¹. Die durchgezogene Kurve in Abb. 12 repräsentiert die eigentliche R -Kurve des Materials, also die Rate dissipierter Energie bei Fortschritt des Risses (rechte Seite von (19)). Die gestrichelten Linien kennzeichnen verschiedene spannungsabhängige Raten freigesetzter potentieller Energie (Dehnenergie) bei Fortschritt des Risses im Material (linke Seite von (19)). Zu Beginn der Ausbreitung des Risses kann die freigesetzte Dehnenergie immer als umgesetzte Energie absorbiert werden, bis Energiefreisetzung und -dissipation das dynamische Gleichgewicht erreichen (was der R -Kurve entspricht). Ab einem bestimmten Spannungsniveau übersteigt die Rate der freigesetzten Formänderungsenergie die der Absorption durch das Material, und ein Gleichgewicht kann nicht mehr eingestellt werden, so daß es zum katastrophalen schlagartigen Versagen des Materials kommt. R -Kurven charakterisieren das Bruchverhalten eines Werkstoffes oder einer Werkstoffkombination bei definierter Belastung über die initiale Schädigung hinaus und sind daher theoretisch-analytisch und auch praktisch aufschlußreicher als punktuelle

¹¹ R -Kurven können mit G -, J - oder K -Werten erstellt werden. Im hier angeführten Beispiel wird die Energiefreisetzungsrates G verwendet.

G -, J - oder K -Werte. Mahishi (1986) hält das R -Kurvenkonzept für die entscheidende Brücke zwischen einem mikromechanischen und einem makromechanischen Ansatz.

Ein wichtiger Unterschied der prozeßorientierten gegenüber der zustandsorientierten Herangehensweise ist die Möglichkeit der Analyse des Rißverlaufes: stabil oder instabil. Mit dem zustandsorientierten Ansatz können stabile oder instabile Rißverläufe nicht unterschieden werden, hier gilt nur das Kriterium des Überschreitens der Scherfestigkeit der Grenzfläche. Während auch den prozeßorientierten mikromechanischen Theorien auf Basis des G - oder K -Werts zumeist die Beschränkung auf ideal-elastische Systeme eigen ist, können auf Basis des J -Integral-Ansatzes die plastischen Deformationen und auf Basis der empirischen R -Kurven alle Energieabsorptionsmechanismen abgebildet werden. Die Problematik der Reduktion der Dreidimensionalität der wahren Spannungsverhältnisse auf ein- oder zweidimensionale Probleme tritt beim prozeßorientierten ebenso wie beim zustandsorientierten Ansatz auf - hierbei wird demnach ›nichts gewonnen‹.

2.3. Der subkritische Ansatz

Der subkritische Ansatz basiert auf der Annahme, daß sich die physikalischen Eigenschaften von Verbundwerkstoffen nicht additiv aus denen der reinen Komponenten zusammensetzen lassen (Lipatov, 1977). Die Eigenschaftsänderungen der einen Phase durch die bloße Gegenwart der anderen Phase müssen damit experimentell und theoretisch zugänglich sein und sich als Abweichung von einer reinen linearen Mischungsregel physikalischer Eigenschaften des Verbundes bemerkbar machen. Dieser Schluß muß *alle* Eigenschaften betreffen, also nicht nur die im kritischen Bereich des Werkstoffes. Vielmehr gibt es im subkritischen Bereich eine große Zahl erfolgreich eingesetzter Meßmethoden, bei denen in der Regel die Materialkonstanz während der Messung gegeben ist oder zumindest angenähert werden kann, so insbesondere bei vielen thermoanalytischen und dynamisch-mechanischen Meßverfahren. Da auch hier eine Messung ohne theoretische Grundlage wertlos ist, müssen zunächst Modelle über das Zusammenwirken der Stoffphasen entwickelt werden, die in ihren Parametern die physikalische Realität widerspiegeln sollen¹². In dieser Arbeit

¹² Natürlich ist es auch möglich, eine beliebige Messung durchzuführen, um dann mit Hilfe beliebiger ›blinder‹ Parameter die Meßkurve ›anzupassen‹, der Aussagewert ist dabei

sollen mit dem Mesophasen-Konzept von Theocaris (1980) und dem Block-Modell von Takayanagi et al. (1964) zwei bedeutende Modelle vorgestellt werden.

Mesophasen-Konzept

Im Theocarisschen Mesophasen-Konzept - Mesophase ist eine andere Bezeichnung für Interphase - werden Abweichungen von der *linearen Mischungsregel für zweiphasige Systeme*¹³ bestimmte Eigenschaften der Existenz der Interphase zugeschrieben. Im dreidimensionalen Grenzbereich zwischen Füllstoff und Matrix haben sich Veränderungen gegenüber den reinen Stoffphasen vollzogen, die nur auf die Existenz der jeweils anderen Phase zurückzuführen sind - eingeschlossen alle ›Abweichungen‹, die während des Vereinigens der Phasen entstanden sind: *Physisorption oder Chemisorption der Matrix an der Füllstoffoberfläche* (Maurer et al., 1985, Denison et al., 1986, Fleeer, 1989, Brady und Porter, 1990, Nardin et al., 1991a), *Spannungskonzentrationen an rauhen Oberflächen des Füllstoffs*, *Segregationserscheinungen der Matrix* (z.B. beim Aushärten einer duromeren Matrix, vgl. Williams et al., 1990a), *Einschränkungen der Ketten- und Segmentmobilität von polymeren Matrizes aufgrund der Konformationsbeschränkungen in Oberflächennähe des Füllstoffs* (Lipatov und Fabulyak, 1972, Price et al., 1972, Maurer et al., 1985, Asloun et al., 1989b, Fleeer, 1989, Carvalho und Bretas, 1990, Thomason, 1992), *Wasserabsorption in Füllstoffnähe* (Ehrenstein und Förster, 1968, Haarsma, 1979, Brandt und Warnecke, 1983, Demuts und Shyprykevich, 1984, Järvelä, 1985, Barton und Greenfield, 1986, Garton und Stevenson, 1986, Neumann und Marom, 1987, Niederstadt et al., 1990, Hojo et al., 1990b, Steemann et al., 1991, Komai et al., 1991b, Chua et al., 1992b, 1992c, Tomlinson und Barnes, 1992, Ma et al., 1992), *Schrumpfspannungen aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten* (Matting und Ehrenstein, 1965, Chua und Piggott, 1985c, Nairn und Zoller, 1991), *Mikrohohlräume und Mikrorisse* (Yates et al., 1978, 1982), *Ausbildung transkristalliner Zonen* (vgl. Kap. 4.2.) etc.

jedoch genauso beliebig. In der Realität besteht häufig ein diffuser Übergang zwischen der bloßen ›Kurvenanpassung‹ und der Entwicklung einer funktionalen Approximation, deren Parameter mit der Beobachtung physikalischer Phänomene korreliert sind.

¹³ Die als *lineare Mischungsregel* bekannte Relation $E_c = E_f v_f + E_m v_m$ (Der Modul des Verbundes ist gleich der Summe der volumengewichteten Moduli der Faser und der Matrix) ist eine *Näherung* für den Fall *konstanter Dehnungen* im Verbund, spiegelt die wahren Verhältnisse im realen Verbund jedoch nur angenähert wieder (vgl. dazu Hancox, 1982, Theocaris und Varias, 1986).

Das Basismodell des Mesophasen-Konzepts ist in Abb. 13 dargestellt. Drei konzentrische Zylinder, die den Füllstoff (im folgenden nur: Faser), die Interphase (Mesophase) und die Matrix widerspiegeln sollen, bilden zusammen das *repräsentative Volumenelement* des Verbundes, kurz: RVE. Beim RVE-Konzept mit drei Phasen handelt es sich um eine Erweiterung entsprechender Zweiphasenmodelle von Hashin und Rosen bzw. Mehrphasenmodelle von Kerner und Van der Poel (Van der Poel, 1958, Theocaris, 1984, 1985a+b, 1987a+b, Theocaris und Ponirides, 1986, Theocaris und Varias, 1986, 1987, Papanicolaou et al., 1989). Gelingt es, das RVE angemessen zu modellieren, so müssen sich verschiedene Gesamteigenschaften des Verbundes ableiten lassen. Dabei wird die Interphase als grundsätzlich inhomogen angesehen, was im folgenden Modell auch abgebildet ist.

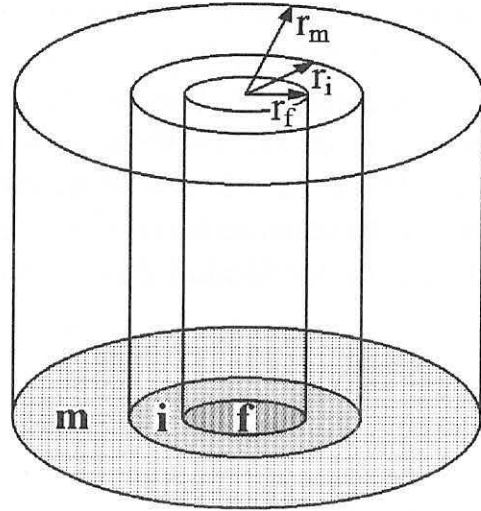


Abb. 13: Dreiphasiges repräsentatives Volumenelement (RVE) des Mesophasenkonzepts (*f*: Faser, *i*: Interphase, *m*: Matrix).

Die Abweichung von der linearen Mischungsregel für zwei Phasen erfolgt durch Aufnahme eines dritten Terms für die Interphase:

$$E_c = E_f v_f + E_i v_i + E_m v_m \quad \text{mit} \quad v_f + v_i + v_m = 1, \quad (35)$$

wobei sich die Volumenanteile von Faser (Index *f*), Interphase (Index *i*) und Matrix (Index *m*) durch ihre Radien bezogen auf das RVE ausdrücken lassen:

$$v_f = \frac{r_f^2}{r_m^2}, \quad v_i = \frac{r_i^2 - r_f^2}{r_m^2} \quad \text{und} \quad v_m = \frac{r_m^2 - r_i^2}{r_m^2}. \quad (36)$$

Relation (35) ergibt mit (36) den Ausdruck für den Längsmodul des Verbundes:

$$E_c = E_f \left(\frac{r_f^2}{r_m^2} \right) + E_i \left(\frac{r_i^2 - r_f^2}{r_m^2} \right) + E_m \left(\frac{r_m^2 - r_i^2}{r_m^2} \right). \quad (37)$$

Damit ist das Dreiphasenmodell der Abb. 13 mit einer homogenen Interphase abgebildet, was schon eine Reihe von analytischen und experimentellen Möglichkeiten bietet (vgl. Papanicolaou et al., 1978, Papanicolaou und Theocaris, 1979, Theocaris und Papanicolaou, 1980). Die entscheidende Erweiterung (Papanicolaou et al., 1980) besteht in der Modellierung der Interphase durch eine unendliche Anzahl konzentrischer Zylinder der Radien r und der Dicke dr bzw. des Volumenanteils $((r+dr)^2-r^2)/r_m^2$ (vgl. (36) 2. Gleichung) mit der Übergangsfunktion der Moduli $E_i(r)$ von der Faser zur Matrix:

$$E_i(r) = E_m + E_f \left(\frac{r_f}{r} \right)^{\eta_1} - E_m \left(\frac{r_f}{r} \right)^{\eta_2}, \quad (38)$$

womit (35) geschrieben werden kann als (Theocaris, 1987a):

$$E_c = E_f \left(\frac{r_f^2}{r_m^2} \right) + \frac{1}{r_m^2} \int_{r_f}^{r_m} E(r) [(r+dr)^2 - r^2] \approx E_f \left(\frac{r_f^2}{r_m^2} \right) + \frac{2}{r_m^2} \int_{r_f}^{r_m} E(r) r dr. \quad (39)$$

Die so definierte Funktion des Moduls der Interphase in Abhängigkeit von der radialen Entfernung von der Faser enthält einen konstanten Term für den Modul der Matrix, der den Modul der Interphase $E_i(r)$ für große Abstände r von der Faser beschreibt, einen Term für den Modul der Faser in exponentieller Ordnung, der drastische Moduländerungen in unmittelbarer Fasernähe darstellt und einen ebenfalls exponentiellen entgegengesetzten Term für den Modul der Matrix, der den Anteil des Faserterms mit zunehmender Faserentfernung aufhebt und damit die Schwächung der Matrix beschreibt. Ausdruck (38) wird *Drei-Terme-Modell* genannt, die Abbildung der Interphase als inhomogen gegenüber früheren Modellen mit homogenen Interphasen wird als "unfolded" bezeichnet. Die Exponenten η_1 und η_2 bestimmen den Grad der Inhomogenität der Interphase. In früheren Arbeiten zum Drei-Terme-Unfolded-Modell (Papanicolaou et al., 1980, Theocaris et al., 1982) wird das Verhältnis der Exponenten als Adhäsions-Effektivität $\alpha = \eta_1/\eta_2$ bezeichnet, wobei $\alpha = 1$ ($\eta_1 = \eta_2$) die perfekte Adhäsion beschreiben soll. Dabei wird angenommen, daß bei perfekter Adhäsion die Dicke der Interphase gegen Null geht, so daß folglich ein ideal-elastisches Zweiphasensystem approximiert wird. Dies ist streng genommen jedoch nur möglich, wenn $\eta_1 = \eta_2 \rightarrow \infty$. Die Funktion nähert sich dem Wert des Moduls der Matrix demnach erst bei einer unendlich dicken Interphase. Der Indikator α schien also mathematisch kein geeigneter Parameter zur Beschreibung der Interphase zu sein, daher wurden in Folgearbeiten die Randbedingungen der Funktion schärfer gefaßt und der Adhäsionsparameter umdefiniert. Folgende Randbe-

dingungen wurden festgelegt (Theocaris, 1984, 1985a+b, 1987a+b, Theocaris und Varias, 1987):

1. Die Eigenschaften der Interphase müssen identisch mit denen der Faser an der Faseroberfläche r_f sein, d.h. mit $r=r_f$ wird (38) zu $E_i(r_f)=E_f$.
2. Die Eigenschaften der Interphase müssen identisch mit denen der Matrix an der Interphase-Matrix-Grenzfläche r_i sein, d.h. mit $r=r_i$ wird (38) zu $E_i(r_i)=E_m$.
3. Die Tangentenkontinuität zwischen der Interphase und der Matrix muß für $r=r_i$ erfüllt sein, d.h. die Funktion $E_i(r)$ muß auch im Übergang von der Interphase zur Matrix stetig differenzierbar sein. Da die Eigenschaften der Matrix als konstant angenommen werden, muß gelten $[dE_i(r)/dr]_{r=r_i}=0$.

Aus der zweiten Randbedingung wird der neue Adhäsionsparameter abgeleitet. Für $r=r_i$ muß der Interphasenmodul den Wert des Matrixmoduls erreichen

$$E_i(r_i) = E_m + E_f \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_1} - E_m \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_2} = E_m, \quad (40)$$

was impliziert, daß

$$E_f \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_1} = E_m \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_2} \quad (41)$$

bzw.

$$A = \eta_1 - \eta_2 = \frac{\log(E_f/E_m)}{\log(r_i/r_f)} \quad (42)$$

ist. Wird A , also die Differenz $\eta_1 - \eta_2$ groß, so sinkt die Dicke der Interphase, die nach Definition die Inhomogenitäten des Verbundes enthält. Große Parameter A verweisen folglich auf eine gute Adhäsion der Phasen, A ist daher der neue Adhäsions-Parameter (Theocaris, 1984).

Theocaris (1985a+b) vereinfacht das Drei-Terme-Modell, indem er annimmt, daß der Beitrag des dritten Terms, der Matrixbeitrag für größere r , aufgrund des relativ zum Modul der Faser kleinen Moduls der Matrix nur einen geringen Anteil an $E_i(r)$ hat. Daher sei auch der Einfluß von η_2 klein, so daß $\eta_2=1$ gesetzt werden könne, *ohne daß das Modell an Allgemeinheit einbüße*, wie behauptet wird. Damit ergibt sich das *Zwei-Terme-Modell* zu (vgl. Theocaris, 1987a+b, Theocaris und Ponirides, 1986, Theocaris und Varias, 1986, 1987):

$$E_i(r) = E_f \left(\frac{r_f}{r} \right)^{2\eta} + \left[E_m - E_f \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{2\eta} \right] \frac{(r-r_i)}{(r_i-r_f)} . \quad (43)$$

Mit diesem Ansatz des Zwei-Terme-Modells ist entgegen der Behauptung die Allgemeinheit des ursprünglichen Drei-Terme-Modells (38) *qualitativ eingeschränkt*. Da r_i immer größer (gleich) r_f ist, ist $\log(r_i/r_f)$ in (42) immer positiv. Das Vorzeichen des Zählers von (42) hängt vom Modulverhältnis der Komponenten ab, bei Materialien mit harten Füllstoffen, z.B. Faserverbundwerkstoffen, ist $E_f \gg E_m$, d.h. A ist positiv; im umgekehrten Fall, z.B. wenn Elastomerpartikel in eine harte Matrix eingelagert werden, ist A negativ. Für Faserverbundwerkstoffe gilt immer $A > 0$ oder $\eta_1 > \eta_2$. Wenn nun aber $\eta_2 = 1$ ist, dann ist der zweite Term in (38) immer größer als der dritte Term, d.h. der Modul der Interphase kann nicht kleiner als E_m werden. Für das resultierende Zwei-Terme-Modell gilt also: $[dE_i(r)/dr]_{r=r_i} = 0$ impliziert $E_{i\min} = E_i(r_i) = E_m$. Das Drei-Terme-Modell (38) ohne die Bedingung der Tangentenkontinuität kann jedoch durchaus ein Minimum $E_i < E_m$ aufweisen, was in Abb. 14 veranschaulicht ist. Wie in Anhang 3 bewiesen wird, schließt jedoch schon die Bedingung der Tangentenkontinuität für das Drei-Terme-Modell Minima $E_i < E_m$ aus. Nun ist

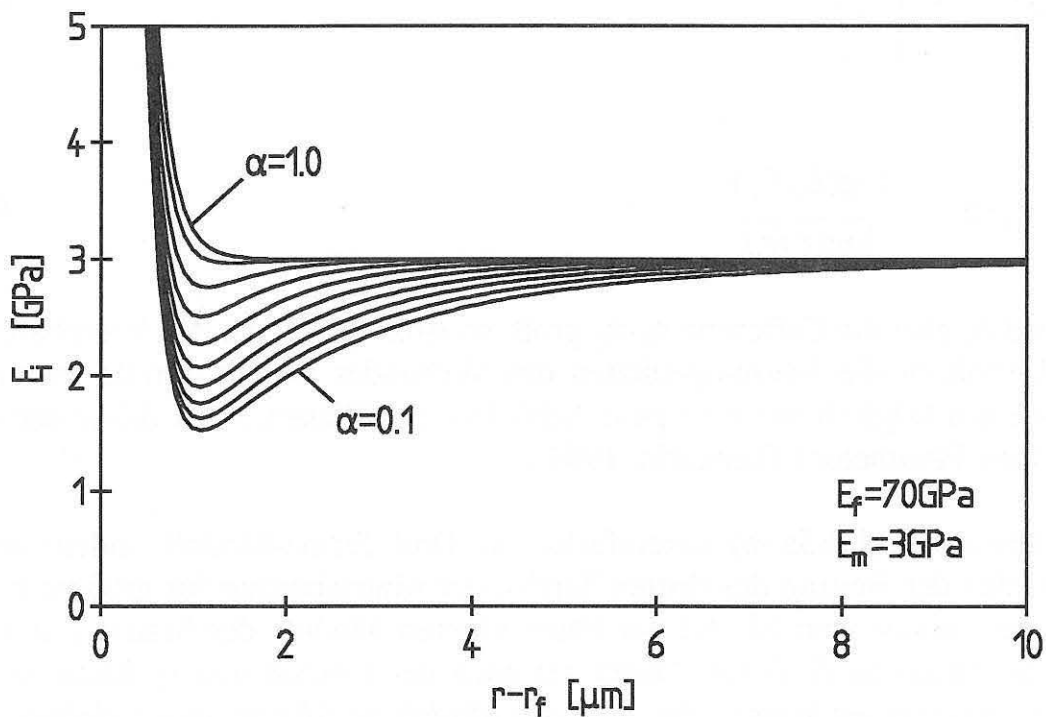


Abb. 14: Modul der Interphase in Abhängigkeit vom radialen Faserabstand nach dem Drei-Terme-Modell für verschiedene Parameter $\alpha = \eta_2/\eta_1$.

dies auch Theocaris et al. ›ansatzweise‹ aufgefallen. Es wird behauptet, daß die oben genannte 2. Bedingung $E_i(r_i)=E_m$ schließe Minima der Drei-Terme-Modell-Funktion (38) für Werte von $r < r_i$ aus (Theocaris 1984, 1987), wie sie ohne diese Bedingung durchaus aufträten (verwiesen wird auf Papanicolaou et al., 1980 und Theocaris et al., 1982, vgl. dazu Abb. 14). In Anhang 4 wird gezeigt, daß der entsprechende Beweis von falschen Voraussetzungen ausgeht, so daß die Behauptung *nicht* zutrifft. Nicht die Bedingung der Gleichheit des Moduls von Matrix und Interphase ihrer Grenze eliminiert die Möglichkeit von Minima $E_i < E_m$ für $r < r_i$, sondern die Bedingung der Tangentenkontinuität. Durch eine Modifikation von (38) kann die 2. Bedingung mit in das Drei-Terme-Modell aufgenommen werden:

$$E_i(r) = E_m + \left[E_f \left(\frac{r_f}{r} \right)^{\eta_1} - E_m \left(\frac{r_f}{r} \right)^{\eta_2} \right] \left(\frac{r_i - r}{r_i - r_f} \right). \quad (44)$$

Das Zwei-Terme-Modell als Approximation des Drei-Terme-Modells unter der Bedingung $E_i(r_i)=E_m$ ist zwar ein qualitativ anderes Modell als das ursprüngliche (38), es hat aber den Vorteil, daß eine mathematisch definierte Dicke der Interphase und damit ein Volumen der Interphase berechnet werden kann (so bei Theocaris, 1985a+b, 1985b, 1987a+b, Theocaris und Ponirides, 1986, Theocaris und Varias, 1986, 1987). Ob der Preis der Aufgabe der Allgemeinheit des ursprünglichen Modells angemessen war, wird bezweifelt, und dieser Zweifel sei mit den folgenden Ausführungen begründet.

Noch 1982 zeigten Theocaris et al. mit dynamisch-mechanischen Messungen an einem Modellverbund einer vollständig in einer Epoxymatrix eingebetteten Stahlfaser ($r_f=2,1\text{mm}$, $l_e=50\text{mm}$) die Anwendbarkeit des Drei-Terme-Modells (ohne die 2. Bedingung und die Tangentenkontinuität). Die Probe hatte die Form eines Standardzugprüfstabes (vgl. Fragmentation-Test, Kap. 3.) und wurde axial sinusförmig belastet. Zur Erzielung einer geschwächten Interphase wurde die Faser bei einer Probe vor dem Einbetten mit Silikon beschichtet. Aus Gleichung (39), die das Drei-Terme-Modell enthält, und mit Einführung der komplexen Komplianz $C^*=1/E^*$ ergibt sich für die Speicher- und Verlustkomplianz

$$\begin{aligned} C_c'(\eta_1, \eta_2) &= C_m' + C_m' v_f + (C_m''^2 - C_m'^2) E_f v_f + C_m' \frac{v_f}{1 - \eta_2} - (C_m''^2 - C_m'^2) \frac{E_f v_f}{1 - \eta_1} \\ C_c''(\eta_1, \eta_2) &= C_m'' + C_m'' v_f - 2C_m' C_m'' E_f v_f + C_m'' \frac{v_f}{1 - \eta_2} - 2C_m' C_m'' \frac{E_f v_f}{1 - \eta_1}, \end{aligned} \quad (45)$$

wobei η_1 und η_2 die beiden Unbekannten des Gleichungssystems sind. Mit den

gemessenen Speicher- und Verlustmoduli E' und E'' und mit

$$C' = \frac{E'}{E'^2 + E''^2}, \quad C'' = \frac{E''}{E'^2 + E''^2} \quad (46)$$

können die Unbekannten ermittelt, damit die Werte für η_1 und η_2 bestimmt und die radiale Abhängigkeit des Interphasenmoduls mit (38) beschrieben werden.

Abb. 15 zeigt das Resultat für beide Proben, wobei deutlich die *Schwächung* der Interphase bei der beschichteten gegenüber der ›normal‹ angebundenen Faser festzustellen ist. Diese in einem Beispiel künstlich herbeigeführte, in anderen Fällen aber gemessene Abnahme des Matrixmoduls in Fasernähe nicht mehr wie im Falle des Zwei-Terme-Modells mit Tangentenkontinuitätsbedingung modellieren zu können, bedeutet, einen wichtigen Erklärungsansatz der Theorie zu verlieren. Jedoch werden in den Abbn. 14 und 15 auch die problematischen Aspekte des Drei-Terme-Modells offensichtlich (die Theocaris et al. übrigens *nicht* ansprechen). So ist es unplausibel, daß die Gegenwart der steifen Faser den Matrixmodul in unmittelbarer Nähe (z.B. bei $\Delta r = r - r_f = 0,3 \text{ mm}$ in Abb. 15) um ein mehrfaches des Ausgangswertes vergrößern soll.

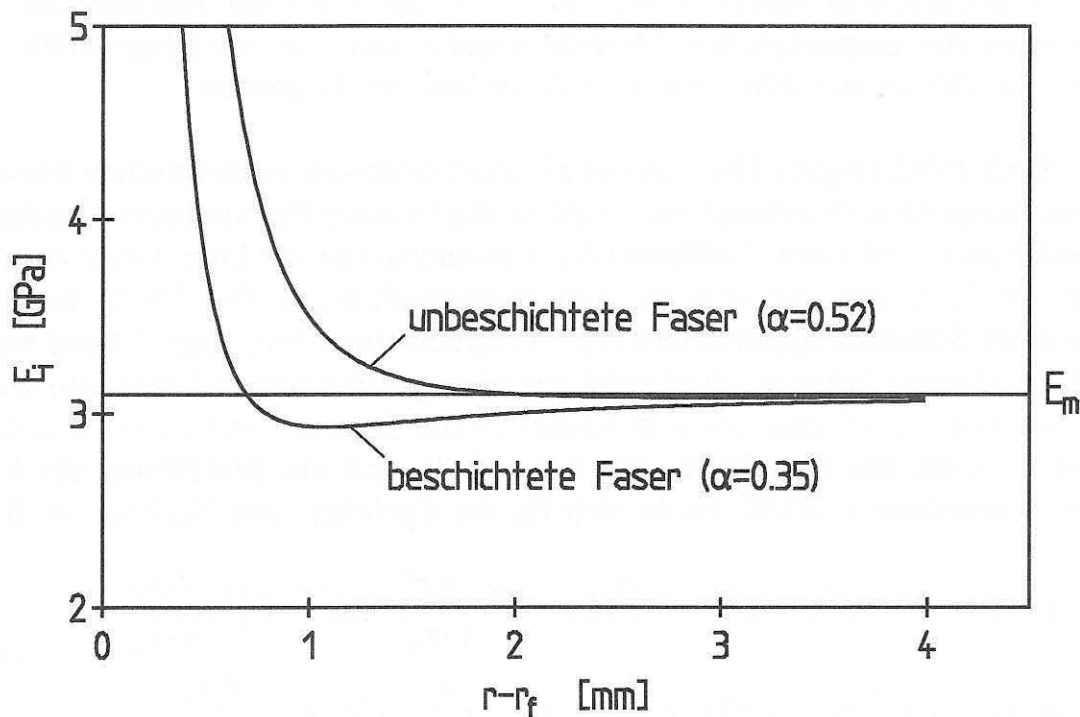


Abb. 15: Berechneter Modul der Interphase nach dem Drei-Terme-Modell mit Parametern aus Rheovibron-Messungen an einer unbeschichteten und einer silikonbeschichteten Faser.

Mit dem Zwei-Terme-Modell werden die Nachteile des Drei-Terme-Modells nicht beseitigt, ursprünglich vorhandene Erklärungsansätze jedoch eliminiert. Widersprüche, wie z.B. beobachtete Verschiebungen von dynamisch bestimmten Glastemperatur-Werten zu höheren *oder* tieferen Temperaturen mit zunehmendem Faservolumenanteil (von Theocaris 1984 berichtet), sind mit dem Zwei-Terme-Modell nicht mehr erklärbar. Zudem gibt es zahlreiche empirische Hinweise auf einen in Relation zur fernen Matrix *schwächeren* Modul der Matrix in unmittelbarer Fasernähe. Williams et al. (1990a+b) konnten mit Deformationsmessungen polierter Querschnittsflächen im Nanobereich in der Umgebung einer in Epoxy eingebetteten und um 0,4% gedehnten C-Faser zeigen, daß der Modul der Interphase bis auf 1/4 für ungeschlichtete und bis auf 1/5 für geschlichtete C-Fasern im Vergleich zum Matrixmodul abfällt. Die Interphasendicke wurde mit der Shear-Lag-Annahme der invers radialen Modulabhängigkeit auf 0,5µm (ungeschlichtete Faser) bzw. 3µm (geschlichtete Faser) abgeschätzt. Zu qualitativ vergleichbaren Resultaten kamen Pukánsky und Tüdös (1990) sowie Peters und Albertsen (1993).

Da Theocaris et al. das Drei-Terme-Modell nicht weiter verwendeten, wird für die folgenden Ausführungen das Zwei-Terme-Modell zugrunde gelegt. Die lineare Mischungsregel (35) zur Berechnung des Moduls des Gesamtverbundes kann uneingeschränkt angewendet werden, wenn durch Integration über das Volumen der Interphase ein mittlerer Modul E_i^a der Interphase berechnet wird. Mit $E_i = E_i^a$ in (35) und dem Zwei-Terme-Modell (43) ist der Modul des Verbundes

$$E_c = E_f v_f + E_f v_i \left[\frac{(B^\eta - B^{1/2})}{(1-2\eta)(1-B^{1/2})} - \frac{B^\eta}{2} \right] + E_m \left(\frac{v_i - v_m}{2} \right), \quad B = \frac{v_f}{v_f + v_i}. \quad (47)$$

Mit einer Reihe von Meßdaten können die Unbekannten v_i und η in (47) durch systematische Variation numerisch ermittelt werden ("Kurvenanpassung"). Ein anderer Weg, der mehr die physikalische Bedeutung der Parameter berücksichtigt, führt über die Bestimmung des Partialvolumens der Interphase durch Messung der Wärmekapazitätsdifferenz zwischen gefülltem (ΔC_p^c) und ungefülltem Polymer (ΔC_p^o). Es gilt dann nach Lipatov (1977)

$$\lambda = 1 - \frac{\Delta C_p^c}{\Delta C_p^o} \quad \text{und damit} \quad B = \frac{v_f}{v_f + v_i} = \frac{1 - v_f}{1 - v_f(1 - \lambda)}, \quad (48)$$

womit die Parameter B und v_i direkt bestimmt werden können. Damit ist (47) lösbar. Eine dritte Möglichkeit führt über die Bestimmung des komplexen Mo-

duls des Verbundes aus dynamisch-mechanischen Messungen (Theocaris, 1987):

$$E_c^* = E_c' + iE_c'' \quad (49)$$

mit dem Speichermodul E_c' und dem Verlustmodul E_c''

$$E_c' = E_m' + \left(E_f - \frac{E_m'}{3} \right) \nu_f + \frac{E_f \nu_f}{(\eta - 1)} \left(1 - \frac{1}{B} \right) + \frac{E_f \nu_f B^\eta}{3} \left(1 + \sqrt{B} - \frac{2}{B} \right) - \frac{E_m' \nu_f}{3} \left(\frac{1}{B} + \sqrt{B} \right), \quad (50)$$

$$E_c'' = E_m'' - \frac{E_m'' \nu_f}{3} \left(1 + \frac{1}{B} + \sqrt{B} \right).$$

Aus der Gleichung

$$2\eta = \frac{1 - (E_m'/E_f B^\eta)}{\sqrt{B} - 1} \quad (51)$$

und dem Speichermodul E_c' aus (50) können die Interphasenparameter bestimmt werden. Die Kombination von (51) mit dem Verlustmodul E_c'' aus (50) sollte vermieden werden, da die Meßgenauigkeit aufgrund der kleinen Absolutwerte gering ist.

Block-Modell

Die einfache lineare Mischungsregel zweier Komponenten kann auch ohne Annahme einer dritten Phase (vgl. Relation (35)) so modifiziert werden, daß die nichtlinearen Eigenschaften polymerer Werkstoffe besser als mit rein elastischen Modellen wiedergespiegelt werden. Ein solches Modell wurde von Takayanagi et al. in den 60er Jahren als lineare Mischung zweier durch komplexe Moduli repräsentierte Stoffphasen vorgestellt. Für Verbunde kann nach dieser Idee formuliert werden:

$$E_c^* = \lambda E_f^* + (1 - \lambda) E_m^*, \quad (52)$$

was in komplexer Form dem Mesophasen-Modell ohne Mesophase entspricht. Da mit den komplexen Größen Speicher- und Verlustanteile des Moduls modelliert sind, ist mit diesem Modell die Viskoelastizität dargestellt. Dennoch

Die Beschränkung auf perfekte Phasenhaftung haben Ribelles et al. (1991), durch die Einführung eines "Interaktionsparameters" K ($0 < K < 1$) aufgeweicht. Durch Vertauschen der Phasen in (54) (Matrix als Einschluß) und mit der Ersetzung der Fasermoduli durch KE_f' bzw. KE_f'' sowie den Substitutionen

$$M' = \psi KE_f' + \bar{\psi} E_m', \quad M'' = \psi KE_f'' + \bar{\psi} E_m'', \quad (55)$$

$$\psi = \frac{\nu_f}{1-\xi}, \quad \bar{\psi} = 1-\psi, \quad \xi = \nu_m(1-\nu_f), \quad \bar{\xi} = 1-\xi$$

kann für den Speichermodul formuliert werden

$$E_c' = \frac{(M'E_m' - M''E_m'')(\xi M' + \bar{\xi} E_m') + (M''E_m' + M'E_m'')(\xi M'' + \bar{\xi} E_m'')}{(\xi M' + \bar{\xi} E_m')^2 + (\xi M'' + \bar{\xi} E_m'')^2} \quad (56)$$

und für den Verlustfaktor

$$\tan \delta_c = \frac{(M''E_m' + M'E_m'')(\xi M' + \bar{\xi} E_m') - (M'E_m' - M''E_m'')(\xi M'' + \bar{\xi} E_m'')}{(M'E_m' - M''E_m'')(\xi M' + \bar{\xi} E_m') + (M''E_m' + M'E_m'')(\xi M'' + \bar{\xi} E_m'')} \quad (57)$$

Ribelles et al. (1991) begründen die Herabsetzung des Moduls der Fasern mit ungenügender Haftung oder inhomogener Krafteinleitung. Sie konnten zeigen, daß auf diese Weise beobachtete Verschiebungen von Glastemperatur-Peaks in dynamisch-mechanischen Analysen modelliert werden können und schließen - als ›Spitze‹ gegen das Mesophasen-Konzept von Theocaris et al. -, daß die Annahme einer Interphase *nicht* notwendig sei, um Abweichungen von der linearen Mischungsregel für zwei Phasen zu erklären. Bei genauer Betrachtung zeigt sich jedoch, daß die Modelle des modifizierten Takayanagi-Konzepts und des Mesophasen-Konzepts äquivalent sind: bei der Mesophasen-Annahme werden *alle* Abweichungen *in* die dritte Phase ›gesteckt‹, also in einen Teil der Matrix, beim modifizierten Blockmodell nach Ribelles et al. (1991) ist die Faser, zumal als umschließende Phase vorgesehen, für die Abweichungen verantwortlich. Es wäre zu prüfen, ob beide Konzepte auf Kombinationen von Voigt-Kelvin- und Maxwellelementen zurückführbar sind, was die These der Äquivalenz beweisen würde (vgl. dazu Heckel, 1967, 1968). Ein solcher Beweis muß jedoch einer anderen Arbeit vorbehalten bleiben.

3. Verhältnis von Theorien zu mikromechanischen Meßmethoden

Nachdem im 2. Kapitel *gegenstandsorientiert* unterschiedliche Ansätze der Untersuchung von Verbundwerkstoffen überblicksartig analysiert wurden, soll nun *methodenorientiert* das Verhältnis von theoretisch definierten Observablen und realen Versuchsanordnungen im Hinblick auf ihre Möglichkeiten und Beschränkungen diskutiert werden. Dieser Perspektivenwechsel schlägt sich in der Gliederung des Kapitels nieder. Da eine wesentlich längere Erfahrung mit mikromechanischen Meßmethoden, die auf dem kritischen Ansatz basieren, besteht, bildet die Behandlung dieser Methoden in diesem Kapitel ein Übergewicht. Mit dem Verfahren der dynamischen Einzelfaserbelastung (DEB) wird der subkritische Meßbereich erstmals mit einer *mikromechanischen* Meßmethode erschlossen.

Ziel des kritischen Herangehens ist die Bestimmung und - wenn möglich - die Vorhersage der mechanischen Eigenschaften eines Verbundwerkstoffes unter bestimmten Bedingungen. Da eine einfache lineare Mischungsregel für die Eigenschaften vor allem im kritischen Bereich eine unzureichende Approximation darstellt, müssen die Versagensmechanismen und -bedingungen aus dem Zusammenwirken der Komponenten - manche sprechen hier gar von ›Synergie‹ (z.B. Reifsnider, 1993) - analysiert werden. Gemäß dem naturwissenschaftlichen Paradigma

$$\text{Ganzes} = \sum \text{Teile} \quad (58)$$

ist auch bei den Verbundwerkstoffen das Ganze nur die Summe der Teile, wobei das Zusammenwirken der Teile zum Ganzen durchaus als komplex angenommen werden kann. Voraussetzung zur Bildung der Eigenschaftssumme ist zunächst die genaue Bestimmung der Eigenschaften der Teile, also im Falle der Verbundwerkstoffe der Matrix und der Füllstoffe (im weiteren: Fasern). Etwa Anfang der 80er Jahre setzte sich die Auffassung durch, daß ein wichtiger, wenn nicht der wichtigste Aspekt bei der Untersuchung von Verbundwerkstoffen die Faser-Matrix-Kopplung, d.h. die Beschaffenheit des Faser-Matrix-Interface, sei. Dabei herrschte bis Ende der 80er Jahre die Auffassung der Zweidimensionalität der Faser-Matrix-Kopplung vor, was mit dem Begriff des *Interface* bzw. der *Grenzfläche* gegenüber der *Interphase* bzw. *Grenzschicht* als dreidimensionaler Struktur herausgehoben wird.

Ziel war also, das Faser-Matrix-Interface in möglichst reiner Form zu untersuchen. Durch die Beschränkung auf eine einzige Faser sollte die Komplexität des Verbundes entscheidend reduziert werden. Zunächst wurden Mo-

dellversuche mit großen, leicht handhabbaren Proben durchgeführt¹⁴, von denen auf die Eigenschaften kleiner Proben geschlossen werden sollte. Da die Ergebnisse nicht befriedigten, wurde der Mikrobereich (mit Fasern, deren Durchmesser kleiner als $30\mu\text{m}$ sind¹⁵) experimentell erschlossen.

Es entstanden vier ›Typen‹ von Versuchen (vgl. z.B. Pitkethly, 1993), die sich durch die Anordnung und Belastung der Komponenten, also durch den Spannungszustand während des Versuches, qualitativ unterscheiden (Abb. 17):

- a) Fragmentation-Test,
- b) Matrixabstreif-Test,
- c) Einzelfaserauszugs-Test,
- d) Indentation-Test.

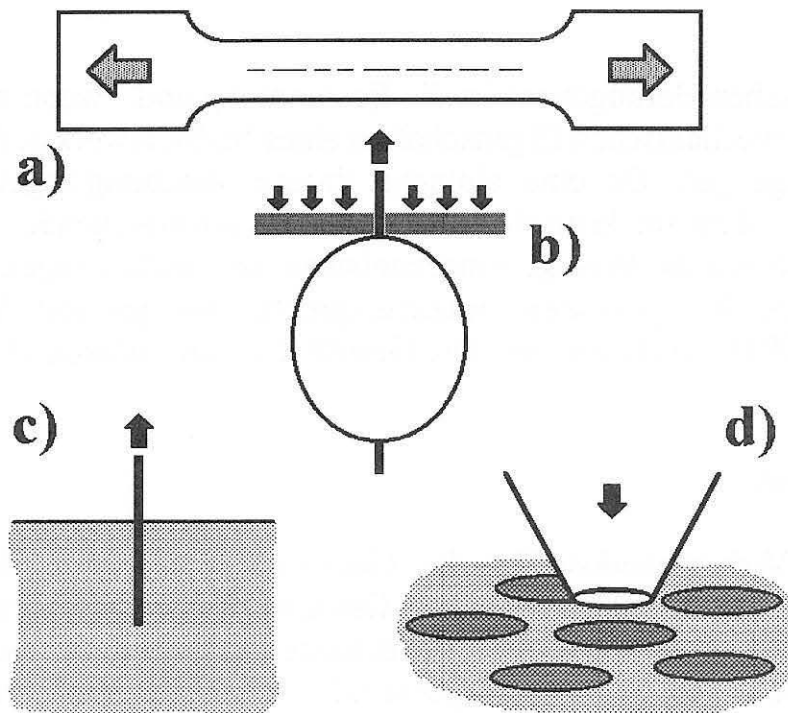


Abb. 17: Vier Typen mikromechanischer Meßkonfigurationen zur Bestimmung der Faser-Matrix-Haftung.

¹⁴ In einigen Bereichen, z.B. des stahldrahtverstärkten Zements, bestand aufgrund der Größe der Proben der Vorteil der Durchführung von Haftungsversuchen mit Originalkomponenten (vgl. z.B. Nammur und Naaman, 1989).

¹⁵ Der Durchmesser von $30\mu\text{m}$ als Grenze des Mikrobereichs wurde ein wenig willkürlich gewählt vor dem Hintergrund der Erfahrung, daß die dicksten Glasfasern einen Durchmesser von $30\mu\text{m}$ aufweisen.

Während beim Fragmentation-Test die äußere Last direkt *ausschließlich* in die Matrix eingeleitet wird, werden bei den anderen drei Versuchen jeweils Faser *und* Matrix durch die experimentelle Anordnung von außen belastet. Dabei sind die Geometrien und damit auch die Spannungsverhältnisse sehr unterschiedlich. Bei der Abstreif-Konfiguration werden Matrix und Faser entweder auf der gleichen Probenseite entgegengesetzt belastet - die Faser wird ›gezogen‹ und die Matrix ›gedrückt‹ - oder die Spannungsübertragung auf die Matrix erfolgt seitlich als Mischung von Schub- und Druckspannung. Beim Auszugs-Test erfolgt die Krafteinleitung in die Matrix auf der entgegengesetzten (oder mindestens örtlich entfernten) Seite der Probe als Zugspannung (oder Schubspannung bei Seitenfixierung). Beim Indentation-Test wird die Spannung wie beim Auszugs-Test an gegenüberliegenden Probenseiten eingeleitet, jedoch mit umgekehrtem Vorzeichen: Faser und Matrix werden komprimiert, wobei die Faser durch die lokalisierte Krafteinleitung stärker deformiert wird als die durch Scherung beanspruchte Umgebungsmatrix.

Anhand der ausgewerteten Literatur ergibt sich ein Eindruck von der Verbreitung der Methoden (Tab. 1). Das Übergewicht des Fragmentation-Tests ist offensichtlich, insbesondere, wenn man berücksichtigt, daß für die vorliegende Arbeit ein besonderes Augenmerk auf dem Einzelfaserauszugs-Test lag.

Tab. 1: Relative Verbreitung der vier mikromechanischen Meßmethoden, bestimmt aus der Anzahl der auf experimentellen Arbeiten basierenden Veröffentlichungen mit dem jeweiligen Versuchstyp. Die Übersicht beruht auf einer eigenen Literaturrecherche und kann keinen Anspruch auf Vollständigkeit erheben.

Testtyp	Publikationen	
	Anzahl	Anteil [%]
Fragmentation	41	37
Abstreif (<i>Strip-Off</i>)	Droplet	13
	andere	21
Auszug (<i>Pull-out</i>)	Mikroproben	18
	Makroproben	14
Indentation	6	5

Im folgenden werden die vier mikromechnischen Meßmethoden im einzelnen diskutiert. Dabei wird der Abstreif-Test nicht ausführlich behandelt werden, da viele Aussagen zum Einzelfaserauszugs-Test auch bei diesem zutreffen. Auch der Indentation-Test, der im Bereich polymerer Faserverbundwerkstoffe noch nicht lange verfügbar ist, soll nicht sehr ausführlich erörtert werden.

Alle mikromechnischen Meßmethoden wurden entwickelt, um einen (oder mehrere) materialspezifische Kennwerte ermitteln zu können. Im Rahmen des zustandsorientierten Ansatzes ist dies die *Scherfestigkeit* der Faser-Matrix-Kopplung. Mit allen Versuchen können auch ›Scherfestigkeiten‹ bestimmt werden - die Probleme der Versuche werden in den folgenden Unterkapiteln diskutiert. Die (offensichtlich nicht vorhandene) Qualität der Vergleichbarkeit veranschaulicht Abb. 18. Hier sind Mittelwerte für die ›Scherfestigkeit‹ an C-Faser-Epoxy-Systemen in Abhängigkeit von der Testmethode aufgetragen. Die Versuche wurden in einem Round-Robin-Programm von 12 Forschungsgruppen mit den gleichen Ausgangsmaterialien durchgeführt (Pitkethly et al., 1993). Eine Standardabweichung von nahezu 50% ist ›nicht sehr ermutigend‹.

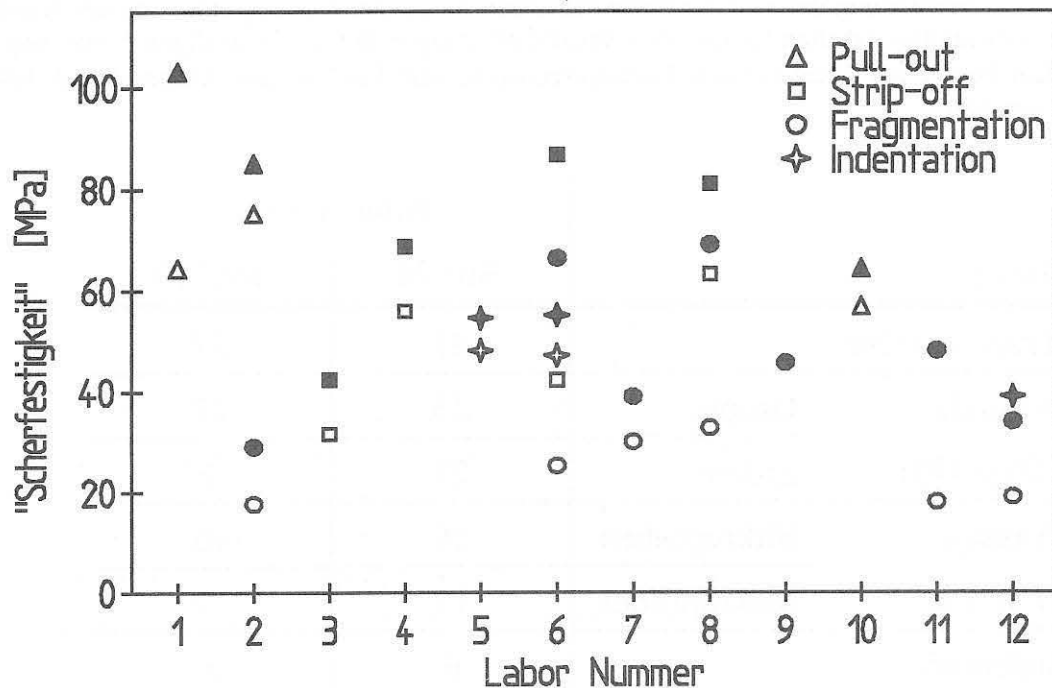


Abb. 18: ›Scherfestigkeit‹ in Abhängigkeit von der Meßmethode für ein Kohlenstoffaser-Epoxy-System (nach Pitkethly et al., 1993); fette Symbole: XAS-Faser, normale Symbole: XAU-Faser.

3.1. Fragmentation-Test

Beim Fragmentation-Test, der auch als Einzelfaserverbund-Test bezeichnet wird, ist eine ausgerichtete Faser vollständig von Matrix umschlossen in einem Zugprüfstab eingebettet (vgl. Abb. 17). Der Prüfstab wird zugbelastet, so daß die Fasern in der Matrix fragmentieren, bis eine Sättigung erreicht ist, d.h. die Fasern die kritische Faserlänge l_c erreicht oder unterschritten haben. Durch Gleichsetzung der maximalen Interface-Schubspannung mit der Matrix-Yieldspannung (Kelly und Tyson, 1965) erhält man aus Gleichung (17) für die Grenzflächenscherfestigkeit τ_i

$$\tau_i = \frac{\sigma_f r_f}{l_c} . \quad (59)$$

Für die Beschreibung der Versagenswahrscheinlichkeit der Fasern wurde die empirische Weibull-Verteilung aus Einzelfaserzugversuchen unterschiedlicher Einspannlänge gewonnen (Chi und Chou, 1983, Manders und Chou, 1983, Watson und Smith, 1985, Wagner et al., 1984, 1986, Own et al., 1986, Phoenix et al., 1988, Wolstenholme und Smith, 1989, Asloun et al., 1989a, Wagner und Eitan, 1990). Die Wahrscheinlichkeit des Versagens einer Faser der Länge l unter der Spannung σ ist

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left[-l \left(\frac{\sigma}{\beta} \right)^\alpha \right], \quad \sigma \geq 0, \quad (60)$$

wobei α als Shape- und β der Scale-Parameter bezeichnet werden. Während der Scale-Parameter vom Material abhängt und daher auch als Weibull-Modul bezeichnet wird, kann der Shape-Parameter durch Variation der Einspannlängen gewonnen werden. (59) erhält mit (60) die Form

$$\tau_i = \frac{\sigma_f}{2\beta} \Gamma \left(1 - \frac{1}{\alpha} \right), \quad (61)$$

wobei Γ die Gamma-Funktion bezeichnet. Vielfach wird auch vereinfachend angenommen, daß die tatsächliche Länge der Fragmente zwischen $l_c/2$ und l_c liegt, so daß für die mittlere Länge \bar{l} ein Wert von $0,75 \cdot l_c$ gelte bzw.

$$l_c = 4\bar{l}/3 . \quad (62)$$

Damit wird (59) zu

$$\tau_i = \frac{3\sigma_f r_f}{4\bar{l}} . \quad (63)$$

Die Fragmentlängenverteilung bzw. die mittlere Fragmentlänge \bar{l} wird in der Regel optisch bestimmt. Netravali et al. (1989a) entwickelten eine Schallemissions-Methode, bei der aus der Zeitdifferenz des Eintreffens eines Bruchsignals zwischen zwei Sensoren die Bruchposition berechnet werden kann. Aus der Bruchposition wird dann die Fragmentlängenverteilung und die mittlere Fragmentlänge bestimmt.

Der Fragmentation-Test, der erstmals von Kelly (1964) am Beispiel faserverstärkter Metalle vorgestellt wurde, ist sehr weit verbreitet, da die Präparation der Proben mit relativ geringem Aufwand zu leisten ist. Sowohl duromere Gießharzsysteme (Mullin, 1973, Miwa et al., 1980, Drzal et al., 1982, 1983, DiBenedetto et al., 1986, Crasto et al., 1986, Bascom und Jensen, 1986, Whitney und Drzal, 1987, Bascom, 1987, DiLandro et al., 1988, Donnet et al., 1988, Netravali et al., 1989a+b, Asloun et al., 1989a, Wagner und Eitan, 1990, Favre et al., 1991) als auch thermoplastische Matrices können eingesetzt werden (Ohsawa et al., 1978, Miwa et al., 1980, Fraser et al., 1983, Sawada et al., 1987, Bascom, 1987, Folkes und Wong, 1987, DiLandro und Pegoraro, 1987, Asloun et al., 1989a, Vautey et al., 1989, Nardin et al., 1991b, Schadler et al., 1992a+b, Herrera-Franco und Drzal, 1992, Drzal und Madhukar, 1993)¹⁶. Durch die Verwendung von Sandwich-Systemen mit äußeren duktilen Matrixschichten konnten auch sehr spröde Matrices mit geringen Bruchdehnungen untersucht werden (Jacques und Favre, 1987, Lee und Holguin, 1990, Favre und Jacques, 1990, alle mit Epoxy-Harzen). Aufgrund der leichten handhabbaren Probendimensionen und guten Zugänglichkeit wurden Fragmentation-Konfigurationen mehrfach für Spannungsanalysen mit der Laser-Raman-Spektroskopie verwendet (Robinson et al., 1986, Jahankhani und Galiotis, 1988 und 1991 mit Epoxy-Harzen, Schadler et al., 1992c mit Polycarbonat; Day und Young, 1993 für Verbunde allgemein). Eine Erweiterung des Einzelfaser-Fragmentation-Tests stellt der Monolayer-Fragmentation-Test dar (Wadsworth und Spilling, 1968,

¹⁶ Lokal sind die Dehnungen beim Fragmentation-Test erheblich höher. Die Angabe der Mindestdehnfähigkeit bezieht sich auf die isotrope globale Materialeigenschaft, wie sie z.B. im einachsigen Zugversuch ermittelt wird.

Reedy, 1984, Wagner und Steenbakkers, 1989, Eitan und Wagner, 1990). Dabei werden mehrere Fasern in wohldefiniertem Abstand parallel in einer Ebene in eine Matrix eingebettet. Mit dieser Abwandlung kann der Einfluß der Nachbarfasern sowie des Faservolumenanteils (im sehr niedrigen Bereich) untersucht werden. Eine Modifikation des Lasteintrags in die Probe bietet der Einzelfaserbiege-Test mit abnehmendem Biegeradius (Narkis et al., 1988). Wagner et al. (1992) verwendeten die Fragmentation-Probe mit Querkzugbelastung zur Bestimmung der Druckfestigkeit der Faser. Der Fragmentation-Test ist auch ein beliebter Gegenstand verschiedener Computersimulationen (Maekawa et al., 1988, Hengstenburg und Phoenix, 1989, DiAnselmo et al., 1992).

Der Fragmentation-Test kommt in der Art der Spannungseinleitung dem Ur-Shear-Lag-Modell von Cox (1952), bei dem die Fasern an den Enden spannungsfrei sind und die Lasteinleitung in die Faser als Schubspannungstransfer über die Matrix geleistet wird, am nächsten. Im Unterschied zum rotationssymmetrischen Shear-Lag-Modell (vgl. Abb. 3) ist die Fragmentation-Probe jedoch nur ebenensymmetrisch. Der erste Fragmentation-Test - mit noch mehreren Fasern - wurde von Kelly (1964) beschrieben. Kelly formulierte schon die Relation (17) $l_c = \sigma_{fmax} r_f / \tau_y$, wie sie auch heute noch in nahezu jedem Bericht über Fragmentation-Tests zu finden ist; die Gleichsetzung der Interface-Scherfestigkeit mit der Yieldspannung der Matrix wurde beim Fragmentation-Test erst später vollzogen. Dabei kommt es zu einem merkwürdigen Zirkelschluß: Wenn die Faser-Matrix-Haftung getestet werden soll, so muß die Kelly-Tyson-Annahme der Homogenisierung der Schubspannungen aufgrund des Matrix-Yieldings im Interface gemacht werden; fließt aber die Matrix, deren Spannung nach Kelly und Tyson (1965) der Interface-Scherfestigkeit entspricht, so wird das Interface eigentlich gar nicht getestet, da sich höhere Schubspannungen als die der Matrix-Yieldspannung nicht einstellen können. Ist die Matrix-Yieldspannung aber höher als die Faser-Matrix-Haftung, so kommt es nicht zu der für die obige Relation notwendigen Homogenisierung des Spannungsfeldes in der Faser-Matrix-Grenzschicht - es kommt vorher zum Faser-Matrix-Debonding, ausgelöst durch Spannungssingularitäten an den Faserenden, wie schon Tyson und Davies (1965) wußten. Das Ergebnis eines Tests unter der Annahme einer homogenen Schubspannungsverteilung, die die Yieldspannung der Matrix ist, ist die Annahme selbst. Nun wird diese zirkuläre Argumentation in der Realität offensichtlich oft durchbrochen, dennoch wird die Problematik nur von wenigen angesprochen. So wiesen Kelly und Tyson (1965) am Rande darauf hin, daß es auch nach dem Yieldbeginn der Matrix zu einer Verfestigung des fasernahen Bereiches kommen kann, so daß sich die Tragfähigkeit der Matrix erhöht. Dies ist aber gleichbedeutend mit einer Zunahme der Interface-Schubspannungen nach dem Yielding der Matrix sofern die Fasern noch nicht gebrochen sind.

Diese Konsequenz hebt damit jedoch die Voraussetzung der Schubspannungshomogenität im Interface für die Berechnung der Interface-Scherfestigkeit nach (17) bzw. (59) wieder auf; aber nur deshalb konnten und können überhaupt unterschiedliche, von der Matrix-Yieldspannung abweichende Haftfestigkeiten gemessen werden. Viele Forschungsgruppen befriedigt jedoch auch schon die Bestätigung des Wertes für die Matrix-Yieldspannung im Faser-Matrix-Haftungstest. Zugespißt ist also zu formulieren, daß die auf der Kelly-Tyson-Identität von Interface-Schub- und Matrix-Yieldspannung basierenden Meßmethoden nur deshalb in erster Näherung differenzierende Ergebnisse liefern, weil die Kelly-Tyson-Annahme deutlich vor und deutlich nach dem Matrix-Yielding *nicht* zutrifft.

3.2. Matrixabstreif-Test

In der Regel werden hier als Abstreif-Tests bezeichnete Konfigurationen zusammen mit den ›echten‹ Einzelfaserauszug-Tests in der Literatur schlicht mit "Pull-out" bezeichnet. Nicht nur die Vermischung mit dem Einzelfaserauszugstest ist problematisch, auch innerhalb des hier diskutierten Einzelfaserversuchstyps ist sorgsam zu unterscheiden. Da sich die Unterschiede vor allem in der Lasteinleitung in die Matrix zeigen, ihnen aber die *durch die Probe gehende Faser* gemeinsam ist, wurde dieser Typ als *Matrixabstreif-Test* bezeichnet. Folgende vier Gruppen, die sich bezüglich des Lasteintrags in die Matrix unterscheiden, werden vorgeschlagen; der Bezug der Richtung des Matrix-Lasteintrags ist die Belastungsrichtung der Faser¹⁷ (vgl. Abb. 19):

1.) *Side Shear Load* (Kelly, 1970, Bowden, 1970, Takaku und Arridge, 1973, Eagles et al., 1976, Bartoš, 1980, Penn und Lee, 1982, Järvelä et al., 1983, Järvelä, 1985, Cao et al., 1988, Cook et al., 1989, Banthia, 1991, Marshall und Price, 1991): Kennzeichnend für die variablen Geometrien und Präparationsmethoden dieser Gruppe ist die ebenensymmetrische seitliche Fixierung der Matrix, womit bei Faserbelastung eine Schubspannungseinleitung an den Probenenden bewirkt wird (vgl. die schematische Darstellung in Abb. 19a, wobei die Fixierung *ebenensymmetrisch* erfolgt). Der Einfluß dieser seitlichen Matrixschubbeanspruchung auf die Faser hängt von der Größe der Proben und vor allem von der Entfernung der Matrixfixierung von der Faser ab. Die rißöffnende

¹⁷ Es werden hier wie auch im Kapitel über den Einzelfaserauszug-Test (3.3.) *englische* Bezeichnungen gewählt, da sich mit diesen der Sachverhalt kürzer fassen läßt.

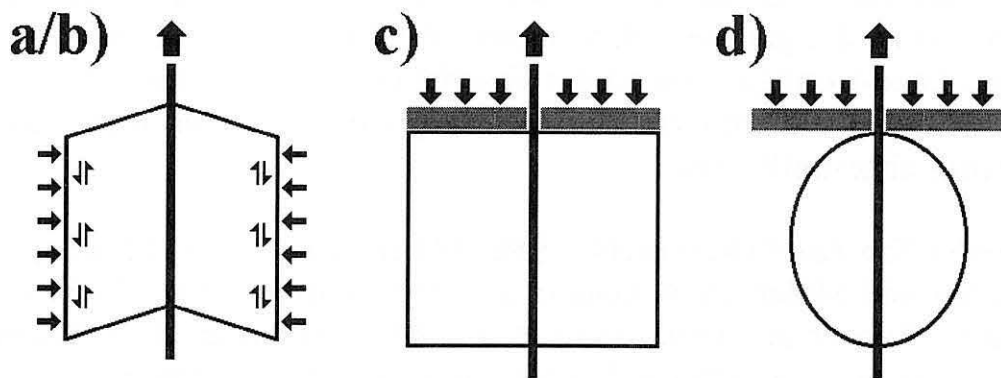


Abb. 19: Matrixabstreif-Konfigurationen mit verschiedenen Lasteintragsarten, a) Side Shear Load, b) Symmetrical Side Shear Load (rotationssym.), c) Disc Top Load d) Disc Bottom Load.

Wirkung der radialen Zugspannungen am Fasereintritt wird durch diese Konfiguration noch verstärkt. Die Versuchskonfiguration dieser Gruppe wird häufig bei größeren Proben verwendet.

2.) *Symmetrical Side Shear Load* (Favre und Perrin, 1972, Favre und Merienne, 1981): Die Proben dieser Gruppe unterscheiden sich von den der vorhergehenden durch die radial-symmetrische seitliche Faserfixierung (vgl. Abb. 19b, wobei die seitliche Fixierung *rotationssymmetrisch* erfolgt). Durch die Rotationssymmetrie der Faser-Matrixanordnung werden Spannungsinhomogenitäten, wie sie bei der einfachen Side-Shear-Load-Anordnung durch die ausschließlich ebenensymmetrische seitliche Fixierung auftreten, vermieden. Diese Lasteinleitungsart scheint die günstigste bei den Matrixabstreif-Tests zu sein.

3.) *Disc Top Load* (Broutman, 1966, Ladizesky und Ward, 1983, Mai und Castino, 1985, Tissington et al., 1992, Gorbatkina, 1992): Die scheibenförmigen Proben werden mit Hilfe von zylindrischen Formen, in deren Mitte eine Faser durch den Boden gehend vertikal ausgerichtet ist, hergestellt. Oft wird die Faser nach der Präparation am Probenboden abgetrennt. Die Lasteinleitung in die Matrix erfolgt in entgegengesetzter Richtung zur Faserbelastung durch den Probenhalter (vgl. Abb. 19c). Damit wird die Probe im oberen Bereich einem komplexen Spannungsfeld ausgesetzt, das zu radialen Zugspannungen im oberen Teil der Faser und Druckspannungen im unteren führt (Herrera-Franco und Drzal, 1992). In jedem Fall sind die erwünschten Schubspannungen von anderen, möglicherweise dominanten radialen Spannungen überlagert. Die in der Regel verwendete, auf der Kelly-Tyson-Identität basierende Relation (18)

$\tau_i = F_{\max} / A_f$ ist zur Auswertung ungeeignet. Der Vorteil von Versuchen mit abgetrennter Faser am Boden (etwa auch gegenüber der Droplet-Top-Load-Anordnung) ist die genauere Bestimmung der Einbettlänge. Eine Variante der Disc-Top-Load-Konfiguration ist der Faserbündel-Test (Fölster, 1992, Michaeli et al., 1993), bei dem in gleicher Anordnung die Matrix von mehreren Fasern gleichzeitig abgestreift wird.

4.) *Droplet Top Load* (Rebenfeld, 1986, Miller et al., 1987, Miller und Gaur, 1989, Gaur und Miller, 1989, Gaur et al., 1989, Rätzsch et al., 1989, Latour et al., 1989, Biro et al., 1990, Yuan et al., 1991, Moon et al., 1992a+b): Bei dieser Gruppe wird die Oberflächenspannung des flüssigen Polymeren zur Ausbildung eines symmetrischen Tröpfchens auf einer Faser genutzt (vgl. Abb. 19d). Der Matrixtropfen wird im Haftungsversuch mit Hilfe zweier Schneiden (asymmetrische Lasteinleitung), deren Blätter nur eine geringe Entfernung von der Faser haben sollen, abgestreift. In einer verbesserten Versuchsversion wird eine radial-symmetrische Lasteinleitung durch die Verwendung von Kapillaren erreicht (Anderson und Dartman, 1991). Der Nachteil dieser Versuchsanordnung liegt in der Lasteinleitung in die Matrix im Faseraustrittsbereich, wodurch komplexe Spannungszustände erzeugt werden (vgl. Disc Top Load). Ferner ist die Einstellung einer definierten Nullstellung der Kraftmessung nahezu unmöglich, da die Schneiden (bzw. die Kapillare) in der Regel die Faser berühren, wodurch beim Versuch eine durch Oberflächenrauigkeit bewirkte schwankende Reibspannung dem eigentlichen Abstreifversuch überlagert ist. Ein schwankender Abstand der Schneiden (bzw. eine dezentrierte Kapillare) wirkt sich extrem auf die Schubspannungsverteilung im Interface aus (Wu und Claypool, 1991, Herrera-Franco und Drzal, 1992). Als Vorteil gegenüber dem Einzelfaserauszugs-Test wird der kleinere Meniskus im Fasereintrittsbereich hervorgehoben (Miller et al., 1987, Gaur et al., 1989) sowie die Möglichkeit, Versuche zur thermischen Regeneration der Faser-Matrix-Haftung ("Rebonding") durchzuführen (Miller und Gaur, 1989). Die Droplet-Top-Load-Konfiguration hat sich trotz der Probleme bei der Lasteinleitung in die Matrix im Bereich der Abstreif-Mikroversuche aufgrund der relativ einfachen Präparation etabliert, die großen Streuungen der Meßergebnisse sind jedoch unbefriedigend. Latour et al. (1989) gelang es, Ermüdungsversuche mit Droplet-Top-Load-Proben durchzuführen.

Bei allen Versuchen ist es schwierig, durch gezielte Präparation definierte Einbettlängen sowie sehr kleine Einbettlängen ($< 50 \mu\text{m}$) zu erzielen. Die Auswertung ist auf die einfache Approximation (18) $\tau_i = F_{\max} / A_f$ beschränkt.

3.3. Einzelfaserauszugs-Test

Der Einzelfaserauszugsversuch (Abb. 17) stellt eine mikromechanische Meßkonfiguration dar, die eng mit der elastisch-plastischen Analyse verbunden ist. Zum einen gibt es einen historischen Bezug - Kelly und Tyson (1965) entwickelten ihre Hypothesen an Wolframfadenauszügen aus einer Kupfermatrix -, zum anderen bietet die nach Kelly und Tyson (1965) abgeleitete Näherungsformel (18) $\tau_i = F_{\max}/A_f$ die Basis für die noch heute übliche Auswertung. Der Einzelfaserauszug kann in drei Gruppen eingeteilt werden (wie schon in Kap. 3.2. anhand der Art des Lasteintrags in die Matrix gezeigt):

1.) *Large Mixed Load* (Kelly und Tyson, 1965, Greszczuk, 1969, Morton und Groves, 1975, Hadjis und Piggott, 1977, Bowling und Groves, 1979, Gent et al., 1981, Gent und Yeoh, 1982, Atkinson et al., 1982, Betz, 1982, Gray, 1984, Huson und McGill, 1985, Nammur und Naaman, 1989, Gent und Liu, 1991, Yue und Cheung, 1991): Alle Versuche mit ›Fasern‹, deren Durchmesser 30µm überschreitet, sind in diese Gruppe eingeordnet worden. Den Versuchen ist die gemischte Mode-I/II-Belastung der Matrix beim Faserauszug gemeinsam: meistens durch seitliches Einklemmen der Probe, manchmal auch durch kombinierte Boden-Seiten-Fixierung. Die Problematik dieser Lasteinleitung in die Matrix ist in Kap. 3.2. (Side Shear Load) diskutiert worden. Große Proben sind im Prinzip geeignet, die Rißfortpflanzung entlang der Faser-Matrix-Grenzschicht zu studieren, da sich meist ein schlagartiges Versagen der gesamten Grenzschicht verhindern läßt. Damit können Methoden des prozeßorientierten Ansatzes angewendet werden. Die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf Mikroproben ist jedoch unklar.

2.) *Micro Mixed Load* (Piggott et al., 1985, Chua und Piggott, 1985a-c, Piggott, 1987, 1989, Piggott und Dai, 1988, Pitkethly und Doble, 1990, Chua et al., 1992a-c): Da zu Beginn der Erschließung des Mikrobereichs für Faserauszugsmessungen vor allem duromere Matrixsysteme eingesetzt wurden, lag es nahe, zylindrische kleine Töpfchenformen zu verwenden, in denen das niedrig-viskose Harz aushärten konnte. Solche Proben haben den Vorteil, daß beim Faserauszug keine zusätzliche seitliche Klemmkraft auf die Matrix übertragen wird. Sie haben jedoch auch den Nachteil, daß härtungsbedingte (oder bei Thermoplasten: abkühlungsbedingte) Schrumpfprozesse geometrisch begrenzt sind. Bei hinreichend großen Formdurchmessern (also großem Form-/Faserdurchmesser-Verhältnis) sollte der Einfluß jedoch relativ zu den großen Proben klein sein. Bei zylindrischen Proben besteht weiterhin die Möglichkeit, zusätzlichen radialen Druck definiert auf die Matrix aufzubringen. Über die Relation (31) $\tau_r = \mu P$ läßt sich aus dem hinteren Teil der Auszugskurve, bei dem nur noch die Faser-

Matrix-Reibung gemessen wird, der Reibungskoeffizient μ und der effektive radiale Faserdruck P bestimmen (und zwar aus der Geraden, die bei Variation des Außendrucks erhalten wird). Micro-Mixed-Load-Versuche werden nur von je einer Gruppe in Canada (Piggott et al.), Frankreich (Favre et al.), England (Pitkethly et al.) und Belgien (Verpoest et al.) durchgeführt.

3.) *Micro Bottom Load* (Hampe, 1987, Hampe et al., 1989, 1992, 1993, Mielke et al., 1990, Meretz et al., 1991, 1993a+b, Hampe und Marotzke, 1992): Die Versuchskonfiguration dieser Gruppe zeichnet sich durch die Partialkugel-Gestalt der Matrix und den Lasteintrag über die Bodenfläche der Matrix aus (Abb. 20).

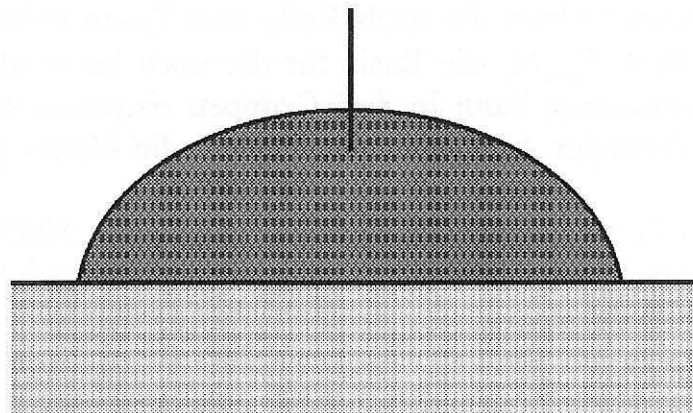


Abb. 20: Micro Bottom Load Konfiguration beim Einzelfaserauszug.

Bei niedrig-viskosen Duromerharzen müssen jedoch auch Topfformen verwendet werden. Die Partialkugel-Gestalt bietet dem Polymeren ein Maximum an Freiheitsgraden, Volumenänderungen zu vollziehen. Damit wird dieser Einfluß auf die Faser minimiert. Marotzke (1991) konnte anhand einer Modellierung der Partialkugel-Form zeigen, daß der Einfluß der durch die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten bewirkten radialen und Schubspannungen auf die Faser sich nur gering auf die Auszugskraft auswirkt. Da die FEM-Simulation auf einer ideal-elastischen Materialmodellierung basierte, ist zu erwarten, daß die Einflüsse der thermisch induzierten Spannungen bei realen viskoelastisch-plastischen Systemen geringer ausfallen, und zwar abnehmend von spröden zu duktilen Matrices. Diese Einzelfaserauszugs-Konfiguration wird z.Z. nur von der Forschungsgruppe an der BAM Berlin eingesetzt.

Da bei allen Einzelfaserauszugs-Tests die Kelly-Tyson-Identität als Basis für die Auswertung verwendet wird, kommt auch hier die beim Fragmentation-Test herausgehobene Zirkularität der Annahme einer homogenen Schubspannungsverteilung als Voraussetzung für die Auswertbarkeit des Faser-Matrix-Haftungstest auf Basis der obigen Näherungsformel und der Identität von Schubspannungshomogenität und Matrix-Yieldspannung, die den Haftungstest mindestens fragwürdig macht, zum tragen. Der zirkuläre Zusammenhang kommt in Abb. 21 (nach Nowak, 1991, Holland, 1992, Auersch, 1992) deutlich zum

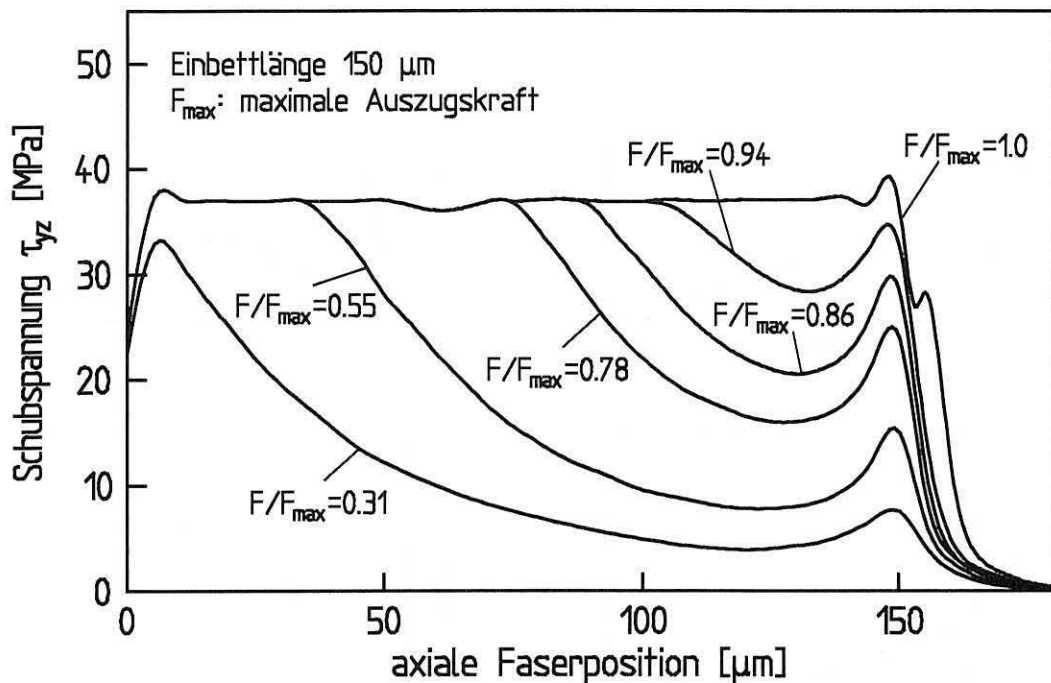


Abb. 21: Axiale Schubspannungsverteilung für verschiedenen Belastungen bei einer duktilen Matrix mit einer Yieldspannungsgrenze von 37 MPa.

Ausdruck. Die mittels einer FEM-Simulation berechnete Schubspannungsverteilung für verschiedene Phasen des Einzelfaserauszugs beinhaltet die *Annahme* einer Yieldspannungsgrenze der Matrix von 37 MPa. Da die Schubspannungsverteilung homogen, die Kelly-Tyson-Bedingung folglich gegeben sei, so die Autoren, könne eine Scherfestigkeit mit der obigen Näherungsformel bestimmt werden. Ihr Wert wäre wieder 37 MPa¹⁸.

Nun folgt die Realität den idealisierten Annahmen der Theorien nicht, es werden Unterschiede in den Niveaus der Grenzflächenfestigkeit gefunden, und es lassen sich auch duktile und spröde Brüche im Einzelfaserauszug deutlich unterscheiden. Dafür muß es Gründe geben, auf die später eingegangen wird. Zunächst seien die Möglichkeiten des Einzelfaserauszugs genauer analysiert und die Auswertungsmöglichkeiten diskutiert.

¹⁸ Die FEM-Simulation in Abb. 21 ist ursprünglich nur aus Gründen des Studiums der Veränderung der Schubspannungsverteilung für verschiedene Auszugsstadien bei plastizierender Matrix durchgeführt worden. Die Verwendung als Beleg für die (vermeintliche) Gültigkeit der Kelly-Tyson-Identität wurde vom Urheber nicht beabsichtigt.

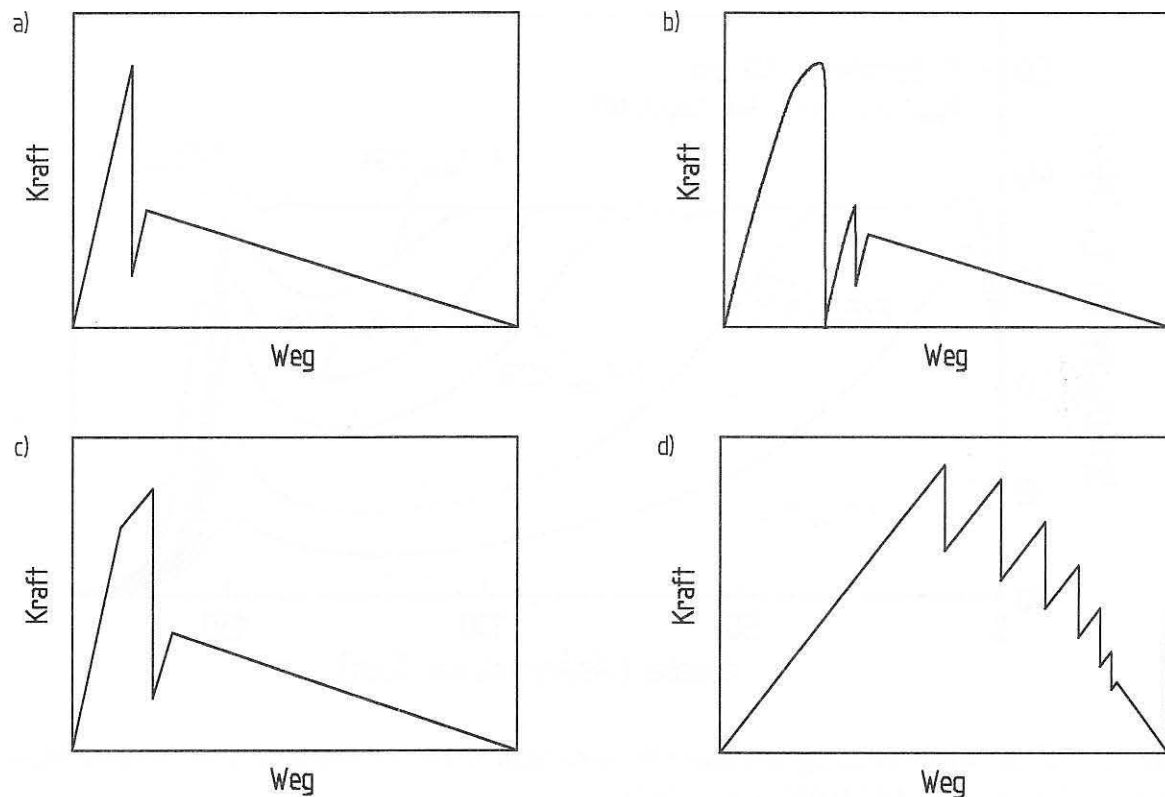


Abb. 22: Typische Einzelfaserauszugskurven (schematisch).

Abb. 22 veranschaulicht die vier typischen, in der Literatur berichteten (Gao et al., 1988, Kim et al., 1991, Hampe und Marotzke, 1992) Arten von Einzelfaserauszugskurven. Jeweils der erste lineare Bereich zeigt annähernd das Hooke'sche (reversibel) elastische Dehnverhalten der Faser (des Drahts, Stabs etc.). In Abb. 22a kommt es unmittelbar nach dem Erreichen des Kraftmaximums zum schlagartigen Kraftabfall, während der Übergang vom linear-elastischen Anstieg in den deutlichen Kraftabfall in Abb. 22b stetig und langsamer erfolgt. Abb. 22a wird in der Regel einem spröden und Abb. 22b einem duktilen Interphasenversagen zugeordnet. Der Stick-Slip-Bereich nach dem ersten Lastabfall kann, muß aber nicht auftreten. Der in Abb. 22c dargestellte Kraft-Weg-Verlauf wird dem Auftreten eines partiell-stabilen Rißfortschritts zugeordnet. Ein Indikator dafür ist der Übergang der linear-elastischen Faserdehnkurve in einen Anstieg geringerer Steigung. Das ›Abknicken‹ im Lastzunahmebereich wird mit dem Beginn und anschließendem Fortschritt eines Grenzflächenrisses erklärt (Gao et al., 1988, Kim et al., 1991) und wurde sowohl bei ›großen Proben‹ (Yue und Cheung, 1991) als auch bei Mikroproben (Hampe et al., 1993) beobachtet. Dennoch kommt es ab einer bestimmten Rißlänge zum

schlagartigen Versagen der noch intakten Faser-Matrix-Grenzschicht. Beim vollständig stabilen Rifortschritt (Abb. 22d) tritt ein solcher schlagartiger Lastabfall nicht auf. Es gibt einen unmittelbaren bergang vom linearen Anstieg in den Stick-Slip-Bereich. Es kommt zu keinem Grenzflchenbruch, da Faser und Matrix nur durch die Haftreibung miteinander verbunden sind. Dieser Fall wird bei Verbunden mit keramischer Matrix beobachtet (Kerans et al., 1989).

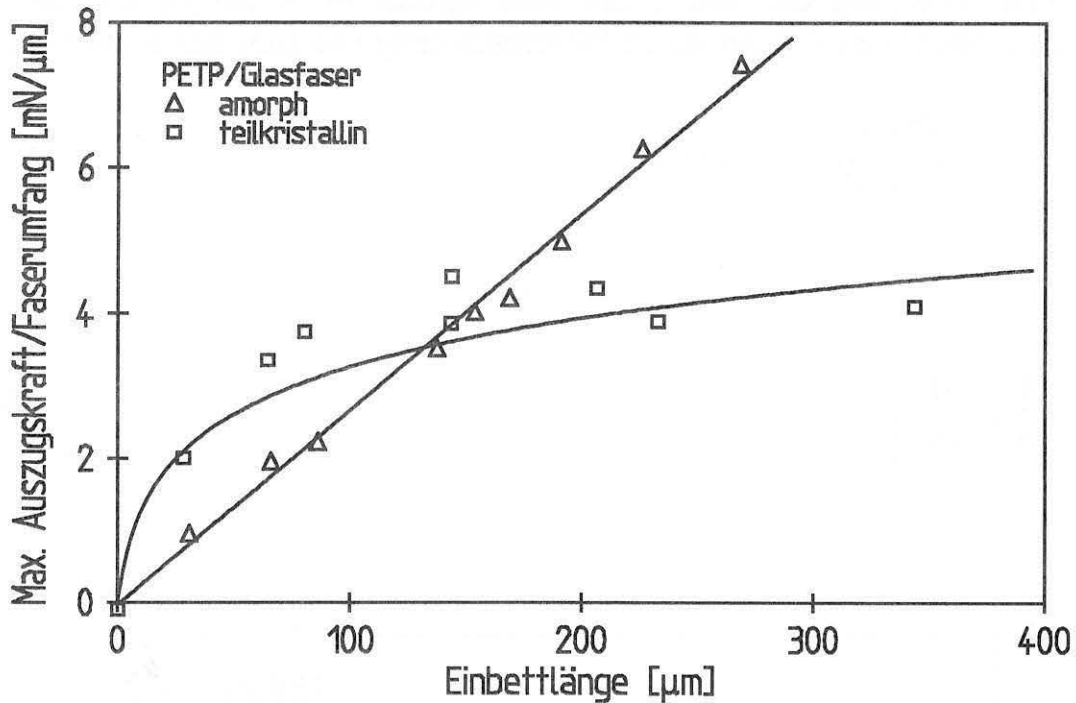


Abb. 23: Maximale Auszugskraft in Abhngigkeit von der Einbettlnge (nach Nowak, 1991).

Beim Einzelfaserauszug wird die Abhngigkeit der maximalen Auszugskraft von der Einbettlnge (vgl. Abb. 23) ausgewertet, wobei verschiedene Shear-Lag-Anstze verwendet werden. Die extrapolierte Steigung der Kurve bei einer Einbettlnge von $l_e=0$ soll dabei die ›Scherfestigkeit‹ der Faser-Matrix-Grenzflche angeben. Beispielhaft sei eine Auswertung auf Basis des Ansatzes von Takaku und Arridge (1973, vgl. Anhang 2) durchgefhrt. Die Faserspannung bei Belastung ist definiert als

$$\sigma_f = \frac{2\tau_{\max} \sinh\alpha z}{r_f \alpha \cosh\alpha l_e} \quad \text{mit} \quad \alpha = \sqrt{\frac{2H}{r_f E_f}}, \quad (64)$$

wobei H die von Cox definierte Konstante (3) bezeichnet. Das Faser-Matrix-Debonding setzt ein, wenn die Grenzflchenscherfestigkeit τ_i berschritten wird.

Dies geschieht am Fasereintritt $z=l_e$, da dort die Schubspannung $\tau(z)$ maximal ist (vgl. Abb. 5). Mit $\tau_i=\tau_{\max}$ bei $z=l_e$ und einer Umstellung auf die Auszugskraft wird (64)

$$F = \frac{2\pi r_f \tau_i}{\alpha} \tanh \alpha l_e . \quad (65)$$

Die Anfangssteigung der Kurve der Auszugskraft in Abhängigkeit von der erzielten Einbettlänge l_e kann durch Differenzierung von (65) bestimmt werden:

$$\left(\frac{dF}{dl_e} \right)_{l_e=0} = \left[\frac{2\pi r_f \tau_i}{\cosh^2 \alpha l_e} \right]_{l_e=0} = 2\pi r_f \tau_i \quad (66)$$

oder

$$\tau_i = \frac{1}{2\pi r_f} \left(\frac{dF}{dl_e} \right)_{l_e=0} . \quad (67)$$

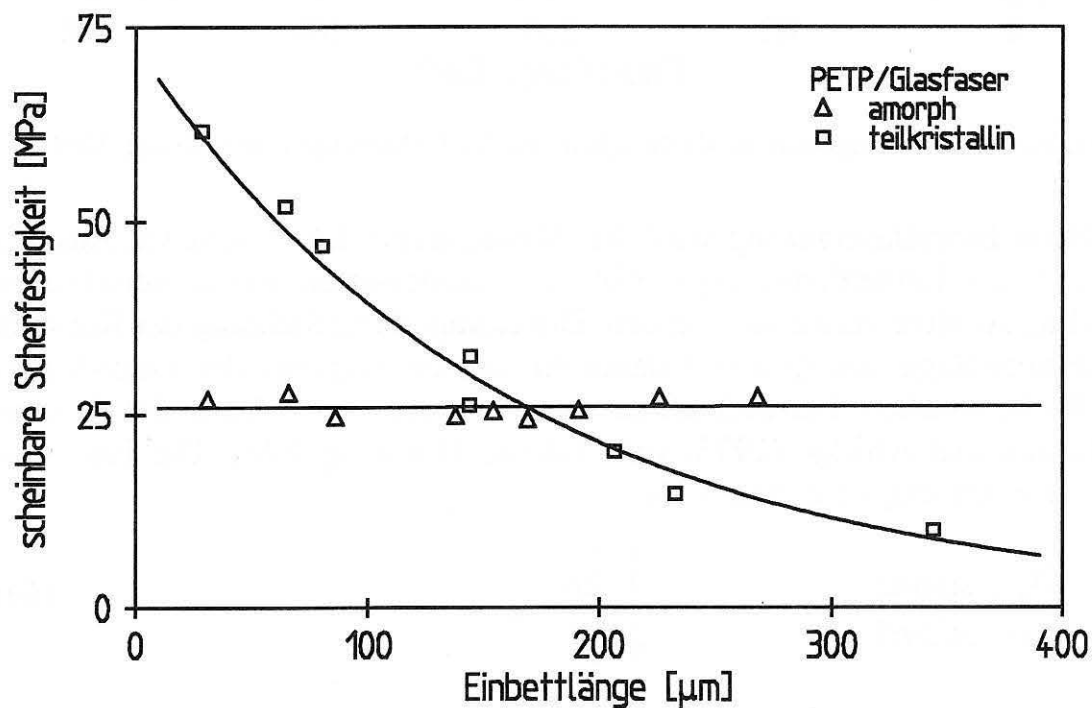


Abb. 24: Scheinbare Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge (gleiche Werte wie in Abb. 23).

Unter der Annahme einer homogenen Schubspannungsverteilung (Kelly und Tyson, 1965) ist F linear von l_e abhängig, d.h. $dF/dl_e = F_{\max}/l_e$. Damit wird aus (67) die mit der elastisch-plastischen Analyse abgeleitete Formel (18) $\tau_i = F_{\max}/A_f$. In jedem Fall, also auch den Fällen, bei denen eine homogene Schubspannungsverteilung nicht vorliegt, kann τ_i empirisch aus der Steigung des $F=f(l_e)$ bestimmt werden, siehe z.B. Hampe (1992).

Wird die so bestimmte Grenzflächenscherfestigkeit τ_i , die im folgenden als scheinbare Scherfestigkeit bezeichnet wird, in Abhängigkeit von der Einbettlänge l_e aufgetragen (Abb. 24 mit gleichen Werten wie in Abb. 23), so lassen sich zwei charakteristische Fälle unterscheiden. Im ersten Fall wird die scheinbare Scherfestigkeit als von der Einbettlänge unabhängig gefunden, im zweiten Fall nimmt die scheinbare Scherfestigkeit deutlich mit zunehmender Einbettlänge ab. Der erste Fall ist nur denkbar, wenn es zum Abbau von Spannungssingularitäten durch Yielding der Matrix gekommen ist und wird daher auch als duktiles Versagen (Marotzke und Hampe, 1990) bezeichnet. Die Annahme einer völligen Homogenisierung der Schubspannung in der Faser-Matrix-Grenzschicht ist jedoch unrealistisch, da die Matrixdehngrenze und die mögliche Spannungszunahme nach dem Yielding der Matrix unberücksichtigt sind.

Der zweite als sprödes Bruchverhalten¹⁹ bezeichnete Fall läßt sich plausibel mit der in FEM-Simulationen (Marotzke, 1991) und Experimenten beobachteten (Tyson und Davis, 1965, Atkinson et al., 1982) inhomogenen Schubspannungsverteilung in der Faser-Matrix-Grenzschicht erklären. Besonders zur Diskussion geeignet sind FEM-Simulationen im Rahmen der Kontinuumsmechanik, die die Dreidimensionalität der Grenzschicht in Rechnung stellen und spröde Materialeigenschaften im Rahmen der linearen Elastizitätstheorie approximieren. Abb. 25 zeigt die Schubspannungs- und Radialspannungsverteilung im Faser-Matrix-Interface für verschiedene Rißlängen (nach Marotzke, 1991), wobei das betrachtete System idealisiert als zweiphasig und Faser und Matrix als linear-elastisch angenommen wurden. Die absoluten Höhen der Spannungen sind nicht aussagekräftig - theoretisch erreichen sie unendliche Werte bei infiniten Auflösung des FEM-Netzes -, vergleichbar sind die relativen Spannungshöhen von Schub- und Radialspannungen. Danach ist deutlich erkennbar, daß vor der Rißinitiierung die radialen rißöffnenden Zugspannungen vorherr-

¹⁹ Ein spröder Bruch in der Interphase oder zwischen Faser und Matrix sei vom duktilen Versagen durch die um Größenordnungen geringeren irreversiblen Deformationen abgegrenzt. Die Annahme einer »idealen Sprödigkeit«, die ein ideal-elastisches Materialverhalten der Matrix voraussetzt, ist bei Polymeren, etwa hochkristallinen oder vernetzten, jedoch unzutreffend (vgl. z.B. Bonart, 1967, zur Kristallplastizität von teilkristallinen Polymeren).

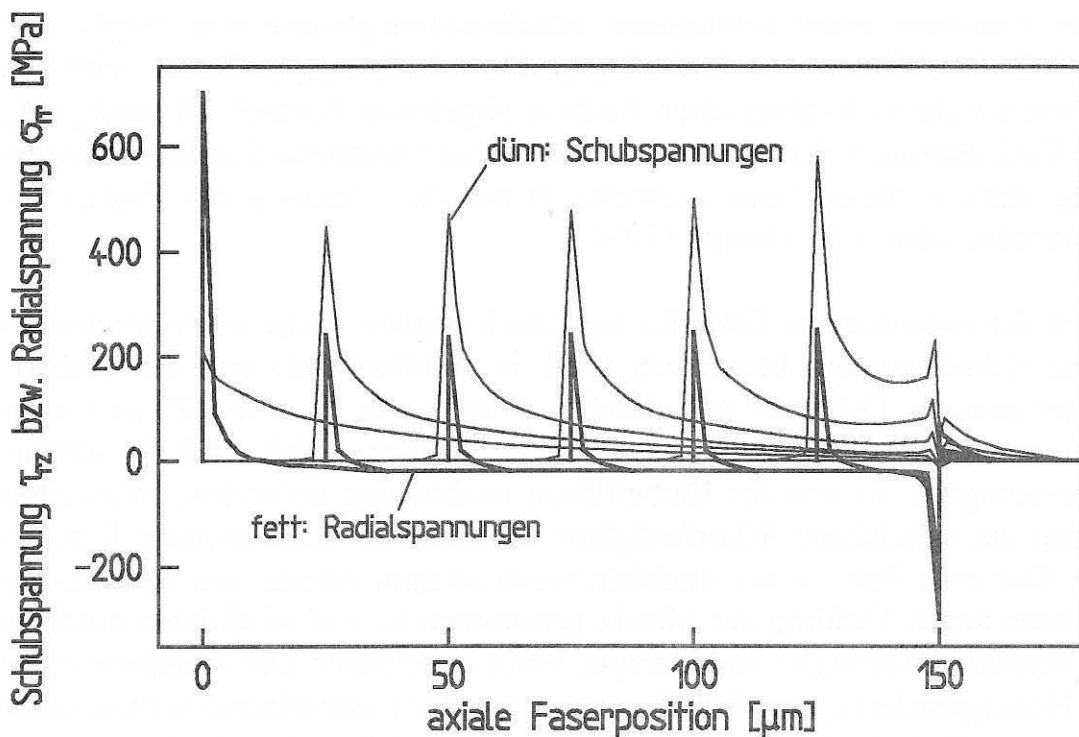


Abb. 25: Schubspannungs- und Radialspannungsverteilung in der Faser-Matrix-Grenzschicht für verschiedene Rißlängen (nach Marotzke, 1991).

schen, während nach der Rißinitiierung die Schubspannungen dominieren. In jeder Phase des Grenzflächenrisses ist das Spannungsfeld komplex dreiachsig und der Versagensmodus gemischt. Während die Radialspannungskonzentration an der Matrixoberfläche die Rißinitiierung bewirkt - wobei ein Meniskus diesen Effekt abschwächt -, sorgen die Schubspannungskonzentrationen an den Rißspitzen für einen instabilen Rißfortschritt. Ist ein Riß entstanden und die Scherfestigkeit der Faser-Matrix-Haftung überschritten, kommt es unabhängig von der Einbettlänge zum schlagartigen Versagen des Interfaces, so lautet die Interpretation der FEM-Simulationen. Dieses ›Umschalten‹ des vorherrschenden Belastungsmodes vom rißöffnenden Zug-Mode-I bei der Rißinitiierung in den Schub-Mode-II für die Rißfortpflanzung haben auch Atkinson et al. (1982) bei der Untersuchung der Energiefreisetzungsraten mittels FEM an einem Einzelfaserauszugssystem gefunden. Die Radial- bzw. Schubspannungsverteilung ist abhängig von der Einbettlänge: bei kürzeren Einbettlängen und bei größeren Modulverhältnissen von Faser und Matrix ist die Inhomogenität der Spannungsverteilung nicht so ausgeprägt wie bei größeren Einbettlängen und geringerem Modulverhältnis (Marotzke, 1993). Schlüsse auf der Basis von FEM-Simulationen sind lediglich als Tendenzaussagen zu begreifen, da von linear-elastischem Materialverhalten und einer idealen Faser-Matrix-Haftung (außer im simulierten Rißbereich) ausgegangen wird. Die Ergebnisse der FEM-Simulationen weisen

darauf hin, daß es nicht angemessen ist, eine ›Scherfestigkeit‹ im Sinne einer mechanischen Eigenschaft einer Faser-Matrix-Haftung anzugeben. Ein einfacher Wert kann die komplexe Spannungssituation, die sich im Verlaufe des Reißfortschrittes auch noch stark ändert, nicht widerspiegeln. Die bisherigen Simulationen beschränken sich jedoch auf zweiphasige Verbundsysteme. Ferner ist ein realistisches, viskoelastisch-plastisches Matrixverhalten bisher nicht simuliert worden.

3.4. Indentation-Test

Der Indentation-Test (Mandell et al., 1986, 1987, Kerans et al., 1989, Hsiao und Chen, 1990, Sachse, 1990, Bright et al., 1991, Lawrence et al., 1991) unterscheidet sich von den anderen mikromechanischen Meßmethoden in der Verwendung von Proben, die aus *realen makroskopischen* Verbunden stammen. Das Prinzip des Indentation-Tests basiert auf der Kompression der Faser in axialer Richtung, bis es zum Faser-Matrix-Trennbruch kommt. Über Annahmen der Schubspannungsverteilung entlang der Faser wird eine Scherfestigkeit berechnet. Im folgenden werden Versuchsaufbau, Messung und Auswertung eingehender betrachtet.

Der Indentation-Test wurde ursprünglich für die Untersuchung der Haftfestigkeit zwischen Faser und Matrix bei keramischen Faserverbundwerkstoffen entwickelt und erst später auf polymere Faserverbundwerkstoffe übertragen. Marshall (1984) verwendete eine Vickers-Pyramide, um aus geometrischen Größen bei Indentation-Versuchen mit spröden Matrices eine Scherfestigkeit abzuleiten (Marshall und Evans, 1985, Coyle et al., 1986):

$$\tau_r = \frac{F^2}{4\pi^2 u r_f^3 E_f}, \quad (68)$$

wobei u den bleibenden Versatz der deformierten Faser in Relation zur Ober-

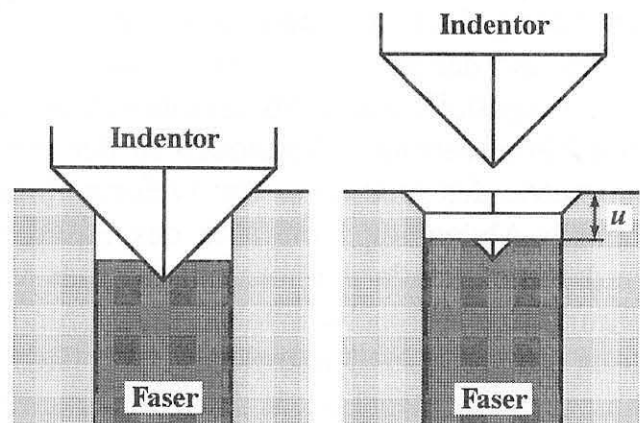


Abb. 26: Geometrieverhältnisse beim Indentation-Test nach Marshall (1984).

fläche und F die Eindrückkraft angeben (vgl. Abb 26). Dieser Ansatz ist nur anwendbar unter der Annahme, daß im wesentlichen nur *Haftreibung* zwischen Faser und Matrix auftritt. Eine Erweiterung der Auswertung des Versuchs im Rahmen des prozeßorientierten Ansatzes (Marshall und Oliver, 1987) besteht in der Ermittlung der Energiefreisetzungsrates G und der Reibschubspannung aus der Geradengleichung $F^2=f(u)$ mit

$$u = \frac{F^2}{4\pi^2 \tau_r r_f^3 E_f} - \frac{2G}{\tau_r} \quad (69)$$

Eine weitere Modifikation des Tests besteht in der Verwendung von sehr dünnen Proben, bei denen die Faser >durch< die Probe gedrückt wird (Laughner et al., 1986, Singh und Brun, 1987, Netravali et al., 1989b, Bright et al., 1991). Da eine definierte Einbettlänge der Faser vorliegt, können auf Basis vereinfachender Annahmen Debond- und Reibspannungen bestimmt werden.

Die bisher vorgestellten Methoden sind nicht ohne weiteres auf polymere Faserverbundwerkstoffe übertragbar, da die Matrices dort einen viel geringeren Modul und viskoelastisches Materialverhalten aufweisen. Der Indentation-Test wurde im Bereich der polymeren Faserverbundwerkstoffe zunächst als Multifiber-Compression-Test (Mandell et al., 1980) entwickelt, dessen Auswertemöglichkeiten jedoch aufgrund der komplexen Überlagerung der Belastung mehrerer Fasern und der Matrix begrenzt waren. Der Einzelfaser-Indentation-Test wurde 1983 vorgestellt und 1986 ausführlich publiziert (Mandell et al.). Die wesentlichen Verbesserungen bestanden in der Präzision der Positionierung sowie der Geometrie des Indentors. Um Deformationen der Faser zu minimieren, ist eine flächige Abdeckung von 70% des Faserquerschnitts notwendig²⁰. Die Proben werden mit Standardpoliermethoden der Metallographie präpariert. Die Durchführung des Versuchs erfolgt alternierend durch Belastung der ausgewählten Faser und optische Kontrolle, ob der Faser-Matrix-Bruch erfolgt ist. Ein zweiphasiges FEM-Modell mit den Annahmen des ideal-elastischen Materialverhaltens und der perfekten Faser-Matrix-Haftung und entsprechende Simulationsergebnisse bilden die Basis der >Datenreduktion<. Entscheidende Parameter für die Auswertung sind das Matrix-Schermodul- zu Faserzugmodul-Verhältnis G_m/E_f und der normierte Abstand zu den nächsten Nachbarfasern T_m/d_f . Da die Nachbarfasern verschiedene Abstände zur Testfaser haben, wird der Abstand zur nächsten Nachbarfaser als Dicke eines Matrixringes T_m um die Testfaser modelliert. Unter Rückgriff auf die Shear-Lag-Theorie von Greszczuk (1969) wird für

²⁰ E. J. H. Chen (Universität von Delaware, USA), persönliche Mitteilung.

die Schubspannung τ im Interface erwartet:

$$\tau \propto \sqrt{G_m/E_f} \quad \text{und} \quad \tau \propto \frac{1}{\sqrt{T_m/d_f}}, \quad (70)$$

was nach FEM-Simulationen für das Modulverhältnis als bestätigt, für die radiale Schubspannungsabhängigkeit aber als zu hoch gefunden wird. Letzteres führt dazu, daß die Abweichungen der Shear-Lag-Voraussagen von den Meßwerten am stärksten ausfallen (vgl. Abb. 27). Für die Berechnung der Scherfestigkeit aus den Meßwerten wird von der in der zustandsorientierten Betrachtungsweise üblichen Kräfte-Balance im Moment des Versagens ausgegangen: $\tau_i = \tau_{\max}$. Es wird angenommen und in FEM-Simulationen gefunden, daß zwar die Schubspannungsverteilung entlang der Faser inhomogen und von der Entfernung der Nachbarfasern abhängig ist, für die Scherfestigkeit der Grenzfläche wird demnach eine Unabhängigkeit vom Abstand zu den Nachbarfasern postuliert. Da die Meßwerte diese Annahme nicht zu bestätigen scheinen (vgl. Abb. 27), was auf eine mögliche falsche Abschätzung des Matrixringes um die Testfaser sowie die nicht zutreffende Annahme eines linear-elastischen Materialverhaltens zurückgeführt wird, werden die Daten mit Hilfe eines Exponentialansatzes mathematisch auf eine Gerade projiziert. Als Bezugspunkt wird dabei $T_m/d_f=0.4$

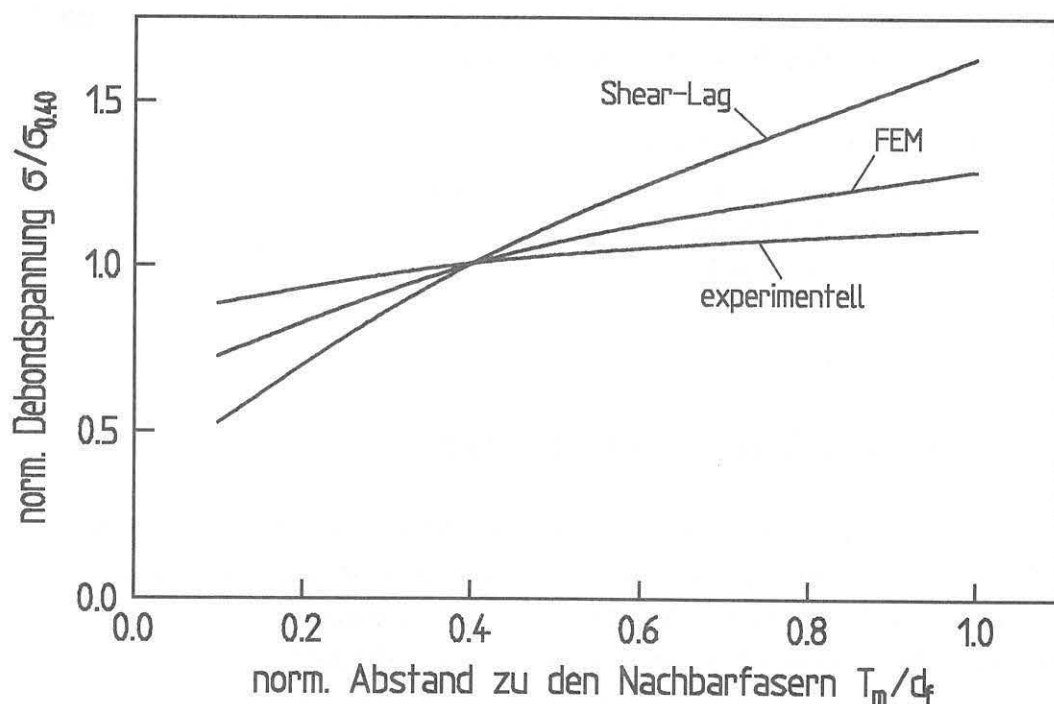


Abb. 27: Indentation-Debondspannungen normiert mit $\sigma(T_m/d_f=0,4)$ in Abhängigkeit vom norm. Abstand zu den Nachbarfasern. Zum Vergleich: Shear-Lag- bzw. FEM-Voraussagen (Mandell et al., 1986).

gewählt (vgl. Abb. 27). Die ›glattgezogenen‹ Meßwerte werden dann mit denen der FEM-Simulation auf Basis der (elastischen) Materialdaten in eine Balance gebracht, woraus die ›Scherfestigkeit‹ τ_i dann berechnet wird zu

$$\tau_i = \sigma_{0.4} \left(\frac{\tau_{\max}}{\sigma_{0.4}} \right)_{\text{FEM}} . \quad (71)$$

Diese aufwendige und problematische Auswertung muß durchgeführt werden, da keine Möglichkeit besteht, die Länge des Risses nach dem Debonding zu bestimmen. Neben vielen Kritikpunkten hängt die Auswertung entscheidend davon ab, wie fein das Gitter des FEM-Netzes im Bereich der Matrixoberfläche gestaltet ist. Theoretisch sind dort ›unendliche‹ Schubspannungen bei einer Maschenweite $\rightarrow 0$ zu erwarten (eben eine Singularität). In der Arbeit von Mandell et al. (1986) wird am Rande erwähnt, daß die verwendeten Schubspannungswerte bei der Auswertung diejenigen des ersten Elements *innerhalb* der Matrix seien, da sich so konsistentere Resultate ergäben. Innerhalb der Matrix sind die Schubspannungen des Interfaces jedoch schon abgefallen, und zwar in Abhängigkeit von der Maschenweite. Eine weitere Schwierigkeit besteht in der Detektion des Bruchmodes (spröde oder duktil). Da im Vergleich zum Einzelfaserauszugsversuch (vgl. Kap. 3.3.) nur im Bereich sehr kleiner Einbettlängen gemessen wird, kann die Einbettlängenabhängigkeit (spröder Bruch) oder -unabhängigkeit (duktiler Bruch) nicht festgestellt werden.

Trotz der Schwierigkeiten bei der Auswertung und der begrenzten Anwendung bietet der Indentation-Test eine Reihe von Meßmöglichkeiten, insbesondere bei der Untersuchung realer Bauteile, die mit anderen Versuchsaufbauten nicht erschlossen werden können.

3.5. Dynamische Einzelfaserbelastung

Im folgenden soll nun eine mikromechanische Meßmethode vorgestellt werden, die die theoretische Grundlegung insbesondere des Mesophasen-Konzepts von Theocaris et al. und des Block-Modells von Takayanagi et al. (vgl. Kap. 2.3.) in ein Meßverfahren umsetzt. Dabei wird eine eingebettete Einzelfaser unterhalb des kritischen Bereichs dynamisch belastet und bei variabler Temperatur die Änderung der Dämpfung gemessen. Dieses Vorhaben ist insofern neuartig, als alle bisherigen mikromechanischen Meßmethoden ›zerstörende‹ Verfahren sind und die bekannten ›nichtzerstörenden‹ Meßverfahren gerade nicht die *mikrome-*

chanischen Eigenschaften des Werkstoffs betreffen²¹. Es gibt zwar eine große Anzahl ›nichtzerstörender‹ Meßverfahren, sie sind jedoch entweder eher chemisch-analytisch orientiert oder betreffen die Charakterisierung submikroskopischer Bereiche²². Die neuentwickelte Methode der dynamischen Einzelfaserbelastung²³ (kurz: DEB-Methode) füllt in diesem Sinne eine ›Lücke‹.

Die Interphase als Untersuchungsgegenstand

Erst in den letzten Jahren hat sich die Auffassung durchgesetzt, daß zweikomponentige Verbundwerkstoffe als Dreiphasensysteme anzusehen sind. Umstritten ist jedoch weiterhin, welchen Einfluß die *Interphase* auf die globalen Werkstoffeigenschaften hat. So wird diskutiert, daß die Glasübergangstemperatur T_g von der Beschaffenheit der Interphase abhängig ist. Maier und Biehl (1986), Garton und Stevenson (1986), DiBenedetto und Lex (1989) und Thomason (1992) fanden bei Glasfaser/Epoxy-Systemen eine Abnahme von T_g mit zunehmender Dicke der Interphase, die als Schlichte auf die Fasern aufgebracht wurde. Ungeklärt blieben in diesen Arbeiten jedoch die Ursachen für die beobachtete Verschiebung, da physikalische von zusätzlichen chemischen Effekten über-

²¹ Dies ist auch einer der Gründe, warum die gegenstandsorientierte Kategorisierung "kritisch - subkritisch" geeigneter erscheint als die methodenorientierte Kategorisierung "zerstörend - nichtzerstörend".

²² Für Faserverbundwerkstoffe neben den thermoanalytischen Standardverfahren z.B. *Röntgenradiographie* (Shelton und Marks, 1988, Hentschel, 1989), *Sekundärionenmassenspektroskopie* (Denison et al., 1988), *Rasteraugermikroskopie* (Cazeneuve et al., 1990), *Chemisch-analytische Elektronenspektroskopie (ESCA)* (Denison et al., 1986, Dujardin et al., 1986), *Rastertunnelmikroskopie* (Hoffmann et al., 1991a+b), *Rasterelektronenmikroskopie* (Saiello et al., 1990, Bessel und Shortall, 1975), *Transmissionselektronenmikroskopie* (Bessel und Shortall, 1975, Lhymn, 1985), *Fouriertransformations-Infrarotspektroskopie* (Graf et al., 1983, Nguyen und Ishida, 1986, Garton und Stevenson, 1986, Kodama und Karino, 1986a+b, Cole et al., 1990), *Optische konfokale Rastermikroskopie* (Thomason und Knoester, 1990, vgl. zur Methode auch Pawley, 1990, Shinozaki et al., 1991), *Thermographie* (Reifsnider und Henneke, 1984), *Röntgenfluoreszenzanalyse* (Pamphilis, 1989), *Ultraschallanalyse* (Mal et al., 1990). Überblicke zu zerstörungsfreien Methoden für Faserverbundwerkstoffe liegen von Hentschel (1989) und Busse (1992) vor.

²³ Der Name ist ähnlich unpräzise wie die Bezeichnung "Einzelfaserauszug": so wie beim Einzelfaserauszug nicht die Tatsache des Faserauszugs interessiert, sondern das (vorwiegende) Scherversagen der fasernahen Region, so bezeichnet die dynamische Einzelfaserbelastung mehr die Versuchsanordnung als die eigentlich interessierende dynamische Beanspruchung der fasernahen Matrixbereiche.

lagert wurden. Bacon et al. (1990) konnten z.B. zeigen, daß sich die stöchiometrische Zusammensetzung der Ausgangsstoffe in der Nähe der Faser bei der Härtung verändert. Crane und Gillespie (1991) führen einen ermittelten nicht-linearen Zusammenhang von der DMA-Meßfrequenz und der Dämpfung auf die Existenz der Interphase zurück. Perret et al. (1987, 1989) beobachteten eine Abnahme von T_g beim C-Faser-gefüllten System gegenüber der reinen Epoxy-matrix. Ziegel und Romanov (1973a+b) fanden eine Abnahme von T_g mit zunehmendem Faservolumengehalt. Rebenfeld et al. (1991) erhielten bei PPS mit verschiedenen Fasern eine Abnahme von T_g , wenn eine Schichte aufgebracht wurde. Demgegenüber konnten de la Asunción et al. (1989) bei einem PET-Faser/PMA-System keine Verschiebung finden. Wetton und Blok (1989) heben den Einfluß der Orientierung hervor. Sie fanden eine Abnahme von T_g bei orientiertem PVC und eine Zunahme bei orientiertem PET. Lipatov und Fabulyak (1972) beobachteten eine Einschränkung der molekularen Beweglichkeit in der Nähe des Füllstoffs. Diese Einschränkung finden auch Peters und Albertsen (1992) und führen sie bei einem C-Faser/Epoxy-System auf einen Anstieg des Molekulargewichts in der Interphase zurück, was zu einer Abnahme des Moduls führt. Eine Abnahme des Moduls der Interphase korreliert nach Meinung der meisten Forschungsgruppen mit einer Zunahme der Dämpfung des Verbundes. Ehrenstein und Förster (1968) fanden einen Dämpfungsanstieg bei Fasern mit Faserfinish gegenüber unbeschichteten Fasern. Moser und Lumassegger (1988) heben hervor, daß schon sehr dünne weiche Schichten einen große Dämpfungszunahme bewirken. Dazu passen die Ergebnisse von Droste und DiBenedetto (1969) und Price et al. (1972), die einen Anstieg von T_g bei steiferen Interphasen beobachteten. In der Regel wurden thermische, dielektrische und dynamisch-mechanische Meßmethoden verwendet, mit denen nur die integralen Eigenschaften des Verbundes gemessen werden können. Mit der DEB-Methode soll ein direkter, lokaler Zugriff die Eigenschaften der Interphase ermöglicht werden.

Die DEB-Methode

Die Entwicklung der DEB-Methode wurde im Labor für Faserverbundwerkstoffe der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung 1990 begonnen. In Analogie zur Entwicklung des Einzelfaserauszugsverfahrens sollte durch Abstraktion von der Komplexität des makroskopischen Verbundes mit vielen Fasern eine Versuchsanordnung gefunden werden, die einen selektiven Zugriff auf die mechanischen Eigenschaften der Faser-Matrix-Grenzregion im subkritischen Bereich ermöglicht. Während in vielen Theorien das repräsentative Volumenelement (RVE) nur ein theoretisches Gebilde darstellt (vgl. Theocaris

et al.), sollte mit der DEB-Methode ein solches RVE auch meßtechnisch modelliert werden. Ein Vergleich der verschiedenen mikromechanischen Meßmethoden im Rahmen des kritischen Ansatzes zeigte deutlich die Vorteile der 1985 ebenfalls an der BAM entwickelten Bottom-Load-Konfiguration des Einzelfaser- auszug-Versuches (vgl. Kap. 3.3.); sie sollte die Basisanordnung für die DEB-Methode werden (vgl. Abb. 20). Die DEB-Methode basiert auf der Annahme, daß sich eine Faserdehnung vorwiegend auf die fasernahe Matrixregion, die Interphase, auswirkt und weniger auf das faserferne Matrixvolumen. Die überproportional höhere Beanspruchung der fasernahen Region sollte Veränderungen in dieser Region meßbar machen. Die von der Faser beeinflussten Matrixbereiche dürfen also nicht von den von der Fasergegenwart nicht beeinflussten Eigenschaften der fernen Matrix überlagert werden. Erste Indizien für die Berechtigung dieser Annahme liefern Abschätzungen auf Basis von FEM-Simulationen für den statischen Lastfall bei einer Einzelfaserprobe²⁴. Die Frage war, ob Dehnungsdifferenzen vom System mit weicher Interphase im Vergleich zum ideal-elastischen Zweiphasensystem meßbar sein könnten. Als Vergleichsmaß diente die axiale Faserverschiebung an der Matrixoberfläche bei Belastung. Bei angenommenen Werten für die Faserzugbelastung von 1GPa, den Fasermodul von 70GPa, den Matrixmodul von 3GPa und einer Interphasendicke von 1,5µm bewirkt eine Abnahme des Moduls der Interphase auf ein Drittel des Moduls der fernen Matrix (1GPa) eine Zunahme der Faserverschiebung an der Matrixoberfläche um 8%. Dies entspricht bei einem Zweiphasenmodell der Verschiebung, die bei einer Matrix mit einem um 10% verminderten Modul (2,7GPa) auftritt. Bei einer Abnahme des Moduls der Interphase auf 1/30 des Matrixmoduls (100MPa) nimmt die Faserverschiebung an der Matrixoberfläche schon um 73% zu. Diese grobe Abschätzung für den statischen und elastischen Fall gibt Anlaß zu der Vermutung, daß Verschiebungsdifferenzen, die sich in der dynamischen Belastung als Änderung der Phasendifferenz zwischen Spannungs- und Dehnungssignal niederschlagen, auch tatsächlich gemessen werden können.

Eine Schema-Zeichnung der Meßkonfiguration der DEB-Methode ist in Abb. 28 dargestellt. Für die Wegeinstellung und die Kraftmessung wurde die Piezotechnik eingesetzt, die den Vorteil hoher Präzision und Steifigkeit der Bauteile besitzt. Der Piezo-Translator hat eine maximale Ausdehnung von 100µm, eine Steifigkeit von 8N/µm und eine Einstellgenauigkeit, die nur von der Qualität der analogen Ansteuerung abhängt. Die piezobasierte Kraftmessung erfolgt mit einer Genauigkeit von 0,1mN, die Steifigkeit des Kraftmessers beträgt 4N/µm. Die Erwärmung der Probe erfolgt indirekt über den Probenträger

²⁴ Persönliche Mitteilung L. Qiao und C. Marotzke, BAM Berlin.

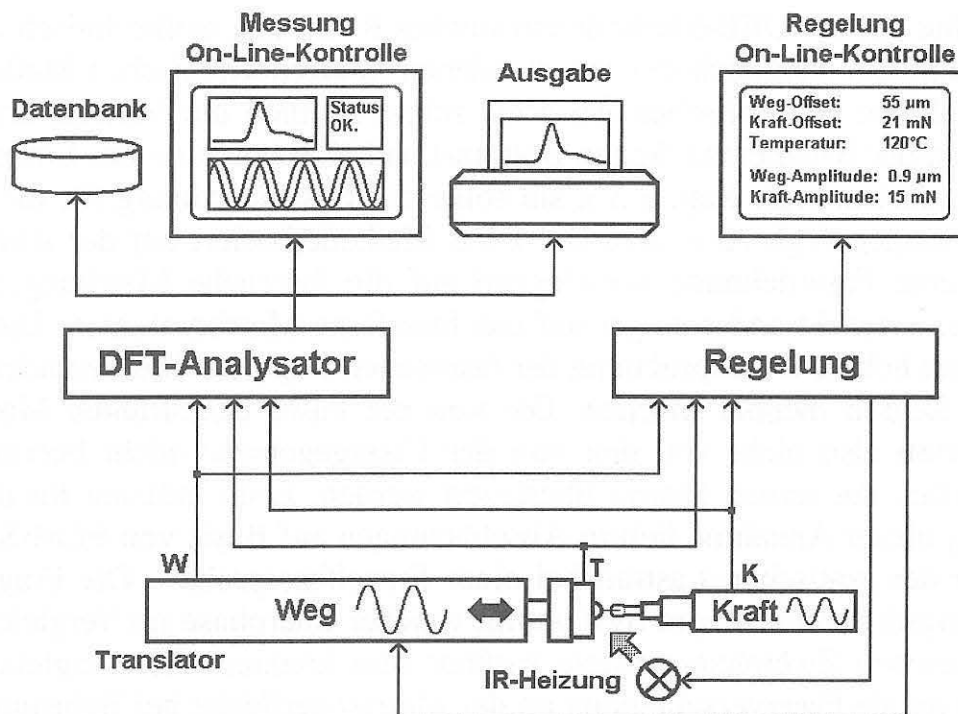


Abb. 28: Schematische Darstellung der Meßanordnung bei der dynamischen Einzelfaserbelastung.

mittels eines Infrarot-Strahlers, deren Regelschwankung $\pm 0.3^\circ\text{C}$ beträgt. Der geregelte Faser-Last-Offset kann so gewählt werden, daß Messungen im Zug-, Druck- und Zug-Druck-Bereich möglich sind. Die Faserdehnungs-Amplitude kann im Mikrometer-Bereich mit einer Auflösung von $\pm 0.1\mu\text{m}$ (etwa die Regelschwankung) vorgegeben werden. Die resultierende Kraftamplitude ist abhängig von der freien Faserlänge und dem Fasermodul, sie soll ca. 10-20% der Auszugsfestigkeit betragen (vgl. dazu auch Lahser, 1993). Die Genauigkeit bei der Bestimmung der Phasenverschiebung beträgt $\pm 0,1^\circ$ ($\tan \delta \approx \pm 0,002$).

Zur Auswertung der Dämpfung aus dem gemessenen Weg- und Kraftsignal wurde ein neues Verfahren auf Basis der *Diskreten Fourier-Transformation* (DFT) entwickelt (Meretz und Kalinka, 1992). Das sogenannte *Indexlängenverfahren* erlaubt eine extrem schnelle, genaue und von der Lage der Ausgangssignale unabhängige Bestimmung der Phasendifferenzen zweier periodischer Signale. Der Tangens der Differenzen der Phasenlagen von Kraft- und Wegsignal repräsentiert die Dämpfung des Materials und wird berechnet aus

$$\tan \delta = \tan \left(\arctan \left(\frac{\sin(\vec{r}_1)}{\cos(\vec{r}_1)} \right) - \arctan \left(\frac{\sin(\vec{r}_2)}{\cos(\vec{r}_2)} \right) \right). \quad (72)$$

Der zentrale Algorithmus bestimmt die Lage des Zeitvektors \vec{t}_i (oder diskret: Indexvektor) bezüglich genau m , $m \in \mathbb{N}$, Perioden des ersten bzw. zweiten Signals (Index i). Das Indexlängenverfahren auf Basis der DFT bietet gegenüber der Fast-Fourier-Transformation (FFT) eine Reihe von erheblichen Vorteilen (vgl. Johnson, 1991), und zwar:

- die Länge und Lage des Indexvektors \vec{t}_i sind beliebig (die Länge bei der FFT muß proportional zu $n=2^k$, $k \in \mathbb{N}$, sein),
- Aufwand und Genauigkeit sind proportional zueinander (der Aufwand bei der FFT ist proportional zu $n \log n$),
- die Fehlertoleranz bei verrauschten Signalen wächst kumulativ mit n ,
- die Auswertung der Signale ist auch bei extremer Beschränkung der Signalamplituden möglich, d.h. nur ein kleiner Ausschnitt der Amplitude des Signals ist für die Auswertung erforderlich (der Meßbereich kann daher stark erweitert werden).

Zur allgemeinen Einführung in dynamisch-mechanische Analysen von Polymeren sei verwiesen auf Becker (1955), Koppelman (1955), Ferry (1961), Tobolsky (1967), Lazan (1968), Koo (1974), Seefried und Koleske (1976), Read und Duncan (1981), Clamroth (1981), Gill et al. (1984) und Poltersdorf et al. (1990).

Modellbildung

I. Interphasenmodell

Die theoretische Grundlage der Deutung der DEB-Versuche bildet eine Kombination aus dem Mesophasen-Konzept von Theocaris et al. und dem Block-Modell von Takayanagi et al. (vgl. Kap. 3.4.). Es wird angenommen, daß die Matrix in der Nähe der Faser signifikant andere mechanische Eigenschaften besitzt als im fernen Matrixvolumen. Wenn der E -Modul (Indizes: i für Interphase, m für fernes Matrixvolumen) als Vergleichsgröße verwendet wird, sind drei Fälle zu unterscheiden:

i. $E_i < E_m$: Aufgrund verschiedener Faktoren (vgl. Kap. 2.3.), vor allem aufgrund der Einschränkung der Segment- und Kettenmobilität bei teilkristallinen Thermoplasten bzw. der Reaktanten bei Duromeren, kommt es zu einer Schwächung der Interphase.

ii. $E_i = E_m$: Es existiert ein perfekter Verbund von Faser und Matrix, die Fasernähe beeinflußt die Matrix nicht, ein reines Zweiphasensystem liegt vor. Ein solcher Fall kann z. B. bei amorphen Thermoplasten auftreten.

iii. $E_i > E_m$: Die Faseroberfläche wirkt kristallkeiminduzierend. Die Keimdichte auf der Faser ist höher als im Matrixvolumen, so daß es zur Ausbildung eines höheren Kristallisationsgrades kommt (höhere Perfektion und unidirektionale Ausrichtung der Lamellen). Dieser Effekt wird *Transkristallisation* genannt und wird insbesondere bei hochmoduligen C-Fasern beobachtet. Eine Modulerhöhung infolge der Transkristallisation wurde von Brady und Porter (1990), Carvalho und Bretas (1990) und Folkes und Hardwick (1987) beobachtet.

Weiterhin wird angenommen, daß die Faser *keinen* wesentlichen Einfluß auf den Modul der Interphase hat. Es ist z.B. schwer einsehbar, warum im Abstand von einigen 100nm von der Faser der Modul der Interphase um ein mehrfaches höher liegen soll als der der Matrix, wie dies etwa bei der Darstellung des Drei-Terme-Modells (38) in Abb. 14 nahegelegt wird. Für die hier verwendete Modulfunktion der Interphase $E_i(r)$, $r_f < r \leq r_i$, gelten damit folgende Annahmen:

1.) In der Regel hat die Faser einen *störenden Einfluß* auf die fasernahe Matrix, so daß für die Interphase $E_i < E_m$ (Fall i.) gilt; das Zweiphasensystem (Fall ii, Verschwinden der Interphase, da $E_i = E_m$) stellt den Grenzfall in Richtung einer abnehmenden Beeinflussung der fasernahen Bereiche dar. Der Fall iii. einer im Verhältnis zur fernen Matrix verstärkten Matrix wird unter Fall ii. subsummiert, da angenommen wird, daß ein Verstärkungseffekt im Verhältnis zum um Größenordnungen höheren Fasermodul nur gering ins Gewicht fällt.

2.) Im Übergang zur fernen Matrix sind die Moduln von Interphase und Matrix identisch, d.h. $E_i(r_i) = E_m$. Eine Tangentenkontinuität wird an diesem Punkt nicht angenommen. Der physikalisch unplausible ›Steigungsknick‹ in der Funktion um r_i ist vernachlässigbar klein: hier werden die wahren Verhältnisse nur grob approximiert.

Die gesuchte Funktion, die die Randbedingungen erfüllt, ist eine Modifikation des Drei-Terme-Modells:

$$E_i(r) = E_m + E_m \left(\frac{r_i - r}{r_i - r_f} \right) \left[\left(\frac{r_f}{r} \right)^{\eta_1} - \left(\frac{r_f}{r} \right)^{\eta_2} \right]. \quad (73)$$

Abb. 29 veranschaulicht den Verlauf des Moduls der Interphase bei diesem Modell für verschiedene Werte $\alpha = \eta_1 / \eta_2$; $\alpha = 1$ bildet den Grenzfall des Zweiphasensystems. Während in unmittelbarer Nähe der Faser die Beeinträchti-

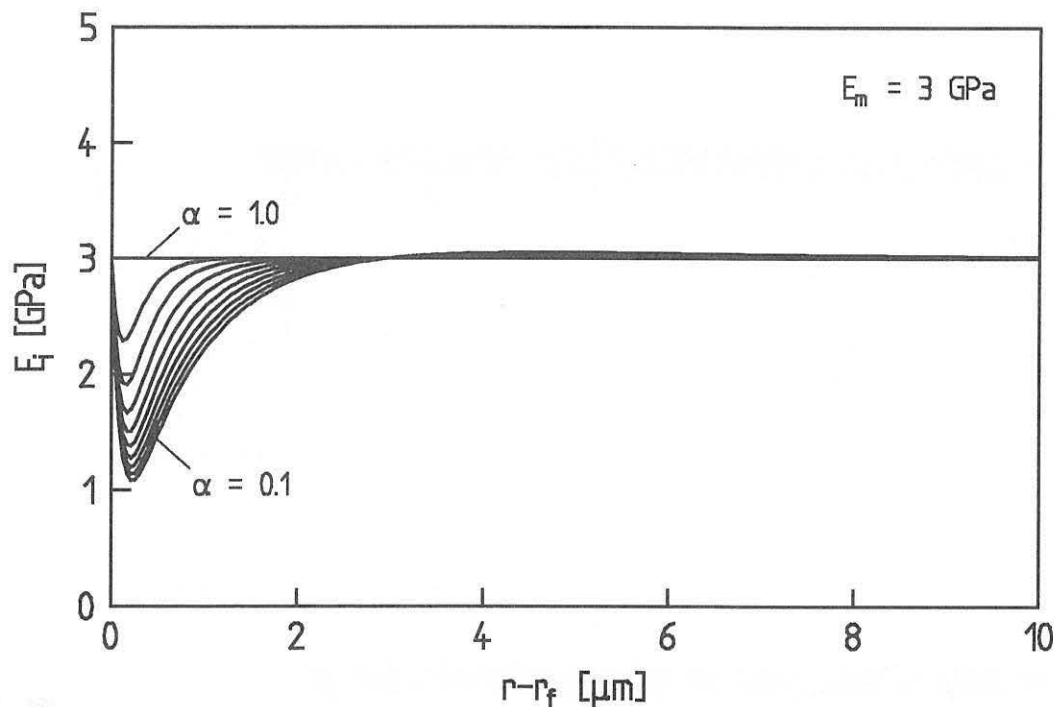


Abb. 29: Modul der Interphase in Abhängigkeit vom radialen Faserabstand entsprechend dem modifizierten Drei-Terme-Modell für verschiedene Parameter $\alpha = \eta_2/\eta_1$.

gungen der Interphase am stärksten sind, lassen diese mit zunehmender Entfernung nach und werden durch die Matrixeigenschaften ausgeglichen. Wie jedes Modell, so stellt auch dieses nur eine Näherung der angenommenen wahren Verhältnisse dar. Im Vergleich zum ursprünglichen Drei-Terme-Modell besitzt dieses Modell eine Reihe von Vorzügen und vermeidet dessen Nachteile.

II. Verbundmodell

Ausgangsbasis für die Abschätzung der dynamisch-mechanischen Eigenschaften des Verbundes ist eine Modifikation der linearen Mischungsregel (35). Bei der DEB-Konfiguration sind Faser und Matrix keiner einheitlichen Dehnung unterworfen (wie beim RVE, vgl. Abb. 13), sondern die Dehnung der Matrix ist eine Funktion des radialen Abstandes von der belasteten Faser und der

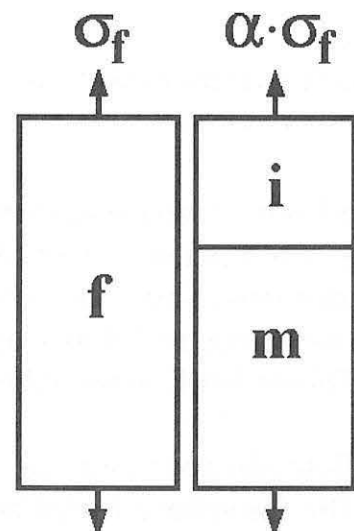


Abb. 30: In Anlehnung an Takayanagi et al. entwickeltes Block-Modell für die Deutung der Ergebnisse aus den DEB-Messungen.

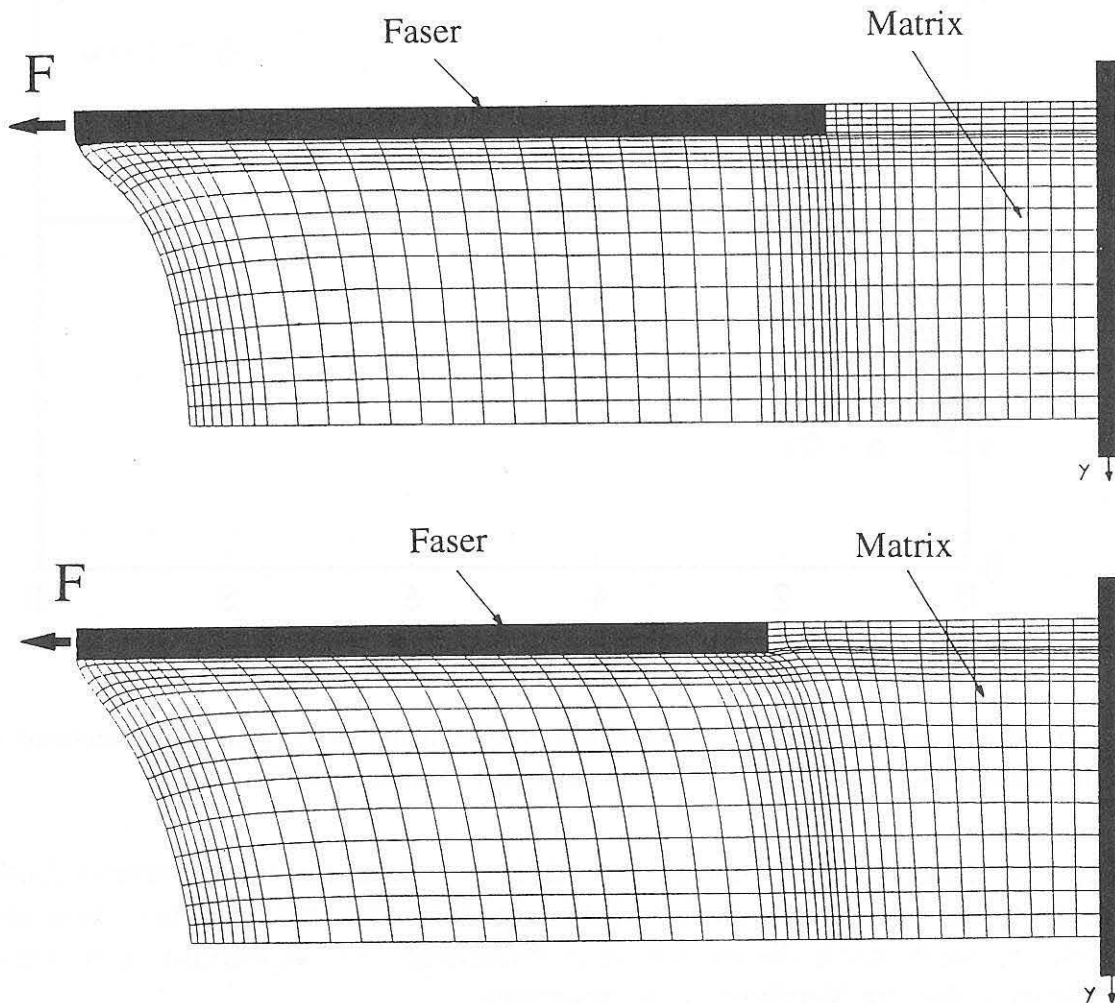


Abb. 31: Verzerrungsfelder bei Belastung der Einzelfaser für $E_f/E_m=20$ (oben) und $E_f/E_m=200$ (unten) bei gleicher Spannung (aus: Marotzke, 1989).

jeweiligen Materialparameter. Abb. 31 zeigt simulierte Verzerrungsfelder für zwei verschiedene Faser-Matrix-Modulverhältnisse. Um zu einer Abschätzung der dynamisch-mechanischen Eigenschaften des Verbundes zu gelangen, wird in Anlehnung an Takayanagi et al. (vgl. Abb. 16b) ein Block-Modell (Abb. 30) mit folgenden Eigenschaften entworfen:

- a) Betrachtet werden nur Spannungen in faseraxialer Richtung.
- b) Die Interphase i wird aufgrund ihrer unmittelbaren Nachbarschaft zur Faser f im Verhältnis zur fernen Matrix m relativ hohen Dehnungen unterworfen, und zwar ca. 70-90% der Faserdehnung (vgl. Abb. 31). Die Interphase und die Matrix werden daher ›parallel‹ zur Faser ›geschaltet‹. Da im Blockmodell parallele Phasen gleiche Dehnungen besitzen, wird ein Parameter β

eingeführt, mit dem die mittlere Dehnungsverminderung in der Interphase simuliert werden kann:

$$\beta = \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_f}, \quad 1 > \beta > 0. \quad (74)$$

Die mittlere Spannungsverminderung in der Interphase ergibt sich dann zu:

$$\alpha = \frac{\sigma_i}{\sigma_f} = \beta \frac{E_i}{E_f}, \quad 1 > \alpha > 0. \quad (75)$$

- c) Die Dehnung der fernen Matrix m hängt von der Ausdehnung und vom Modul der Interphase i ab. Bei weicher Interphase (kleinem Modul) ist die Dehnung der fernen Matrix nur noch gering, bei harter Interphase (hohem Modul) ist es umgekehrt. Um die Dehnungs- und Modulabhängigkeit der fernen Matrix zu modellieren, werden Interphase und Matrix im Blockmodell daher ›in Reihe geschaltet‹. Die ferne Matrix m schließt sowohl die Matrix ›neben‹ der Faser wie ›unter‹ der Faser ein.

Damit kann für die drei Phasen eine neue Mischungsregel formuliert werden, wobei E_i^a den mittleren Interphasenmodul angibt:

$$E_c = E_f v_f + \alpha(1 - v_f) \left(\frac{v_i}{E_i^a} + \frac{v_m}{E_m} \right)^{-1}, \quad 1 > \alpha > 0. \quad (76)$$

III. Kombination von Interphasen- und Blockmodell

Die Bestimmung des mittleren Moduls der Interphase E_i^a erfolgt durch Integration von (73) in den Grenzen von r_f bis r_i . Einsetzen in (76) und Aufspalten nach Real- und Imaginärteil ergibt schließlich

$$E_c' = E_f v_f + E_m' \frac{\alpha \Phi (1 - v_f)}{v_i + \Phi v_m},$$

$$E_c'' = E_m'' \frac{\alpha \Phi (1 - v_f)}{v_i + \Phi v_m} \quad (77)$$

mit

$$\Phi = 1 - \frac{1}{\Delta r^2} \left[r_i \Delta r (\zeta_1 - \zeta_2) - r_i^2 (\xi_1 \rho_1 - \xi_2 \rho_2) + r_f^2 (\xi_1 - \xi_2) \right], \quad (78)$$

der Dicke der Interphase Δr und den Substitutionen

$$\zeta_i = \frac{1}{1-\eta_i}, \quad \xi_i = \frac{\zeta_i}{2-\eta_i}, \quad \rho_i = \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_i}, \quad i \in [1,2]. \quad (79)$$

Die Ableitung der Gleichungen (77), (141) - (79) ist in Anhang 5 wiedergegeben. Die Faser wurde als ideal elastisch angenommen. Interessant ist nun, ob durch Variation des Parameters α , der sowohl vom Modulverhältnis Faser-Interphase als auch von der Breite der Interphase abhängt, eine Temperaturverschiebung des Maximums der Dämpfung beobachtet werden kann. Aus Abb. 31 wird dazu bei einer angenommenen Dicke der Interphase von $1,5\mu\text{m}$ ($E_f=70\text{GPa}$, $E_m=3\text{GPa}$) eine Verminderung der mittleren Dehnung der Interphase im Verhältnis zur Faserdehnung von $\beta=\epsilon_i/\epsilon_f=0.8\pm 0.1$ abgeschätzt und mit (75) α bestimmt.

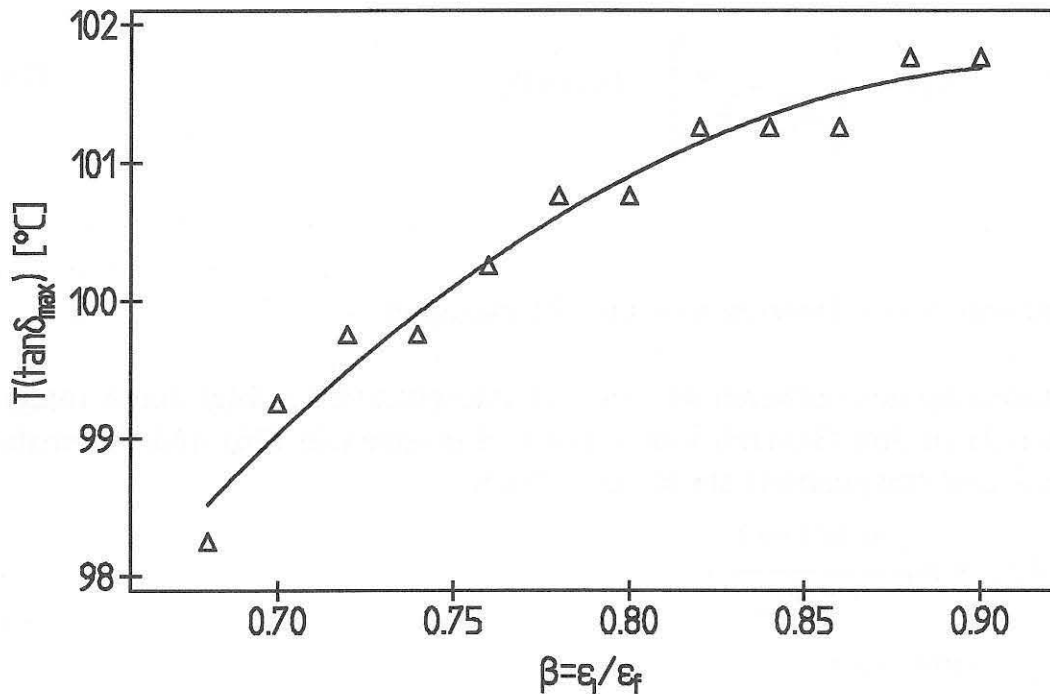


Abb. 32: Temperaturlage des Maximums von $\tan \delta$ in Abhängigkeit vom Dehnverhältnis Faser-Interphase $\beta=\epsilon_i/\epsilon_f$.

In Abb. 32 ist das Resultat einer entsprechenden Simulation²⁵ mit E' - und E'' -Werten aus der Literatur (Theocaris, 1985) für Polystyrol und eine Glasfaser veranschaulicht. Das Maximum der Dämpfung $\tan \delta$ verschiebt sich mit abnehmendem Dehnverhältnis Faser-Interphase zu höheren Temperaturen. Bei gegebener Ausdehnung der Interphase und gegebenem Fasermodul bedeutet dies, daß ein abnehmender Interphasenmodul (kleiner werdendes β), also eine zunehmend ›weichere‹ Interphase, die Dämpfung des Gesamtverbundes erhöht. Eine erhöhte Dämpfung verschiebt den Glasübergangsbereich bei Polymeren bei dynamischen Messungen hin zu niedrigeren Temperaturen (Ferry, 1961, Lazan, 1968). Die Ergebnisse sind also konsistent mit bisherigen Ergebnissen aus dynamisch-termisch-mechanischen Analysen. Dennoch muß hervorgehoben werden, daß es sich hierbei nur um eine sehr grobe Abschätzung handelt, die auf einem stark vereinfachtem Block-Modell beruht, das die Komplexität des dreidimensionalen Spannungsfeldes ignoriert. Insbesondere wurden nur Dehnungen in Faserrichtung berücksichtigt. Ein verbessertes Modell müßte die Schubspannungen berücksichtigen.

²⁵ Das Windows-Simulationsprogramm, mit dem Werte aus Abb. 32 berechnet wurden, umfaßt alle Modelle nach Theocaris et al. (vgl. Kap. 2.3.) sowie das hier entwickelte Modell und ist an der BAM im Labor 3.31 "Physik der Faserverbundwerkstoffe" erhältlich.

4. Experimente

Mikromechanische Experimente werden bisher fast ausschließlich im Rahmen des kritisch-zustandsorientierten Ansatzes durchgeführt. Der Bereich der prozeßorientierten Bruchmechanik ist bisher verschlossen, da es noch nicht gelang, den Rißverlauf bei der Faser-Matrix-Trennung zu stabilisieren. Der Einsatz verbesserter Apparaturen mit geringer Komplianz bei der Micro-Bottom-Load-Konfiguration des Einzelfaserauszug-Versuches zeigten jedoch, daß es möglich ist, das schlagartige Versagen zu vermeiden (Hampe et al., 1993). Eine andere Möglichkeit liegt in dem Einbringen einer gezielten Faser-Matrix-Trennung im Fasereintrittsbereich einer Auszugsprobe, etwa durch Verwendung von Trennmitteln beim Einbetten der Faser oder durch eine Torsion der Faser bewirkte Vorschädigung, wie Harris et al. (1975) vorschlugen. Latour et al. (1989) gelang es, aus Ermüdungsdaten eines dynamisch belasteten Mikrotröpfchens (vgl. Kap. 3.3., Droplet Top Load) eine Energiefreisetzungsrate G_{IIc} zu bestimmen. Die Ableitung basiert jedoch auf der Shear-Lag-Theorie und ist von zahlreichen vereinfachenden Annahmen beeinflusst.

Mikromechanische Experimente im subkritischen Bereich, wie sie in Kapitel 4.2. vorgestellt werden, sind bisher nicht durchgeführt worden. Kapitel 4.1. faßt die Ergebnisse von Einzelfaserauszugs-Versuchen zusammen. Für die Versuche in beiden Kapiteln, die dynamisch-mechanischen und die Auszugsversuche, wurden die gleichen Materialkombinationen verwendet.

System Glasfaser mit Polyethylenterephthalat(PET)-Matrix.

Bei den verwendeten Glasfasern handelt es sich um zwei E-Glasfasertypen:

- a) E-Glasfaser 7722 (Bayer AG) mit einer infolge der Alterung relativ geringen Zugfestigkeit von $\sigma_r \approx 1 \text{ GPa}$ und einem E -Modul von $E_f = 70 \text{ GPa}$ sowie einem thermischen Ausdehnungskoeffizienten von $\alpha_f = 4,5 \cdot 10^{-6} / \text{K}$;
- b) E-Glasfaser Ex5R28 (Owens-Corning) mit einer nach der Entschlichtung im Ultraschallbad mit Methanol und Waschbenzin niedrigen Zugfestigkeit von $\sigma_r \approx 0,5 \text{ GPa}$, aber sonst gleichen mechanischen Daten wie die der Bayer-Faser.

Als Matrix wurden zwei verschiedene PET-Sorten verwendet:

- a) PET VFR (Bayer AG) mit einem Gewichtsmittel der Molmassenverteilung von $M_w = 120000 \text{ g/mol}$. Nach einmaligem Aufschmelzen und Abschrecken betrug M_w infolge des starken Abbaus nur noch 48000 g/mol .
- b) PET RT51 (Hoechst AG) mit drei verschiedenen Molmassenverteilungen (Probe A: $M_w = 46000 \text{ g/mol}$, Probe B: $M_w = 63000 \text{ g/mol}$, Probe C:

$M_w=80000\text{g/mol}$). Die Abbauraten nach einmaligen Aufschmelzen und Abschrecken betragen 3% bei Probe A, 11% bei Probe B und 18% bei Probe C, also deutlich weniger als beim Bayer-Produkt, wobei die Gewichtsmittel der Ausgangsmaterialien niedriger lagen.

In DSC-Messungen wurde eine Glasübergangstemperatur von 67°C für das amorphe PET und von 81°C für das teilkristalline PET bestimmt.

System Kohlenstofffaser (C-Faser) mit Polyphenylensulfid(PPS)-Matrix.

Bei den Kohlenstofffasern wurden zwei verschiedene Fasertypen der Firma Sigrü ausgewählt: eine HS-Faser mit hoher Festigkeit (4,5GPa) mit mittlerem E-Modul (230GPa) und eine HM-Faser mit hohem Modul (360GPa) und mittlerer Festigkeit (3,0GPa). Von der HM-Faser ist eine energetische Wechselwirkung zu aromatischen Polymeren bekannt (Hsiao und Chen, 1990); insbesondere in Kombination mit Polyetheretherketon (PEEK) und mit PPS wurde die Ausbildung transkristalliner Zonen beobachtet (mit PEEK: Peacock et al., 1986a+b, Waddon et al., 1987, Nardin et al. 1991a-d; mit PPS: Waddon et al., 1987, Humberg, 1990, Auer, 1991, Schulz et al., 1993). Im Unterschied zur HM-Faser zeigt die HS-Faser eine nur geringe kristallkeiminduzierende Wirkung auf aromatische Polymere. Die C-Fasern wurden vor der Einbettung 30min in einem Methanol-Ultraschallbad gewaschen und anschließend bei 400°C unter Schutzgasatmosphäre 2h getempert, um Verunreinigungen und Schichten zu entfernen.

Für das eingesetzte PPS Fortron 0203B6 (Hoechst AG) wurde eine Glasübergangstemperatur von 85°C und eine Schmelztemperatur von 281°C sowie eine Viskosität von $\eta=30\text{Pa}\cdot\text{s}$ (bei 315°C und $\dot{\gamma}=400\text{s}^{-1}$) bestimmt. Die Zugfestigkeit liegt in Abhängigkeit von der Kristallinität zwischen 60 und 210 MPa, der E-Modul (0,5%-Sekantenmodul) zwischen 6,2 und 8,8GPa und die Bruchdehnung für amorphes Material bei 30% und für teilkristallines Material zwischen 1 und 3% (zu den Eigenschaften vgl. auch Chung und Cebe, 1992, Bretas et al., 1992).

Die Bestimmung der relativen Kristallinität α_m der Matrixmaterialien erfolgte mit Hilfe von DSC-Messungen aus der Abschätzung des Verhältnisses der gemessenen Schmelzenthalpie ΔH und der Schmelzenthalpie des »idealen« Kristalls ΔH^∞ :

$$\alpha_m = \frac{\Delta H}{\Delta H^\infty} , \quad (80)$$

wobei die aus Extrapolationen ermittelten ΔH^∞ -Werte der Literatur entnommen

wurden:

$$\Delta H_{\text{PPS}}^{\infty} = 112 \text{ J/g} \quad (\text{Chung und Cebe, 1992}),$$

$$\Delta H_{\text{PET}}^{\infty} = 129 \text{ J/g} \quad (\text{Brandrup und Immergut, 1989}).$$

Der Durchmesser der Glasfasern wurde im Lichtmikroskop ermittelt, der Durchmesser der C-Fasern mit Hilfe einer Laserlichtbeugungseinrichtung, die von Meretz et al. (1992) beschrieben ist.

Aufgrund der verschiedenen Fasertypen und durch gezielte Anwendung unterschiedlicher Temperbedingungen sollten unterschiedliche Matrix-Morphologien im fasernahen Bereich eingestellt werden. Dabei, so die Annahme, sollten die eher ›passiven‹ Fasern (Glasfaser und HS-Faser) aufgrund der eingeschränkten Ketten- und Segmentmobilität (Lipatov und Fabulyak, 1972, Price et al., 1972, Maurer et al., 1985, Droste und DiBenedetto, 1989, Chung und Cebe, 1992) eine im Vergleich zur fernen Matrix geringere Ordnung im fasernahen Bereich bewirken. Demgegenüber sollten die eher ›aktiven‹ HM-Fasern im Mittel mit gleicher oder erhöhter Wahrscheinlichkeit Kristallisationskeime induzieren, was die Störeinflüsse der Oberflächen kompensieren würde, so daß die Ordnungszustände im fasernahen Bereich denen in der fernen Matrix entsprechen konnten oder sogar besser wären. Ziel war es also, unter weitgehendem Ausschluß chemischer Effekte (Schlichteeinflüsse etc.) die physikalischen Effekte auf die polymere Matrix zu untersuchen.

Der Effekt der Transkristallisation

Da die Kristallisationskinetik von PPS und PET intensiv in einer parallelen Dissertationsarbeit untersucht wurde (Kalinka, 1993), seien die Ausführungen hier nur auf einige kurze Bemerkungen zur Transkristallisation beschränkt.

Der Effekt der von einer Faseroberfläche aus hervorgerufenen Kristallisation, der bei genügender Keimdichte zu einem spaltenförmigen Wachstum der Lamellen führt (der Begriff der *Transkristallisation* wurde zum ersten Mal von Jenckel et al. (1952) verwendet), wurde von vielen Forschungsgruppen unter-

sucht. Die Ergebnisse zeigen die Vielfalt der Einflußparameter²⁶:

- Fasertyp, Oberflächenstruktur/Kristallgitter (Hara und Schonhorn, 1972, Shaner und Corneliussen, 1972, Hobbs, 1972, Bessel und Shortall, 1975, Campbell und Qayyum, 1977, 1980, Nguyen und Ishida, 1986, Ishida und Bussi, 1991, Thomason und van Rooyen, 1992a),
- Kristallisationstyp (Kalt- oder Schmelzekristallisation) bzw. Probenvorgeschichte (Schulz et al., 1993),
- Kristallisationstemperatur (Chatterjee et al., 1975a-c, Campbell und Qayyum, 1980, Zeng und Kong, 1986, Janeschitz-Kriegl et al., 1987, Brady und Porter, 1990, Devaux und Chabert, 1990, 1991, Thomason und van Rooyen, 1992a),
- Abkühlgeschwindigkeit (Chabert und Chauchard, 1991, Thomason und van Rooyen, 1992b),
- thermischer Ausdehnungskoeffizient der Faser (Thomason und van Rooyen, 1992b),
- Molekulargewicht des Matrixpolymeren (Folkes und Hardwick, 1984, Brady und Porter, 1990, Thomason und van Rooyen, 1992b),
- Faserlänge (Thomason und van Rooyen, 1992b),
- Position auf der Faser, Inhomogenitäten auf der Faseroberfläche (ebd.).

Die Einflußparameter lassen sich in zwei Gruppen zusammenfassen, einmal in die Gruppe der durch die Oberflächenstruktur der Faser induzierten Kristallisation (*direkte* Parameter) und zum zweiten in die Gruppe der schubspannungsinduzierten Kristallisation (*indirekte* Parameter). Während sich erste Gruppe nur durch die Oberflächeneigenschaften der Faser konstituiert, ist die schubspannungsinduzierte Kristallisation durch die *Mischung* von Matrix- und Versuchsparametern bestimmt. Die Erklärung der Ursachen und des Prozesses der direkten oberflächenstrukturinduzierten Keimbildung ist umstritten (Burton und Folkes, 1986). Die schubspannungsinduzierte Kristallisation ist ein für Polymere wohlbekanntes Phänomen. Die Scherdehnung des Polymeren führt zur Deformation der Makromoleküle, was die Entropie absenkt und die Kristallkeimbildung befördert (Mishra und Schultz, 1989, am Beispiel von PEEK). Da bei einer Faser-Matrix-Relativbewegung an der Faseroberfläche die Schubspannung am höchsten ist, wird dort die Keimbildung - unabhängig von der Faseroberfläche - hervorgerufen.

²⁶ Übersichtsarbeiten stammen von Burton und Folkes (1986) und Hardwick (1987).

4.1. Experimente im Rahmen des kritisch-zustandsorientierten Ansatzes

Bei den Einzelfaserauszugs-Versuchen wurde die an der BAM entwickelte Micro-Bottom-Load-Konfiguration (vgl. Kap. 3.4.) eingesetzt. Die Abhängigkeit der auf Basis der vereinfachenden Kelly-Tyson-Identität berechneten scheinbaren Scherfestigkeiten in Abhängigkeit von der Faser-Einbettlänge läßt sich im Hinblick auf Haftfestigkeit und Versagensart interpretieren. Die Ergebnisse seien hier nur zusammenfassend referiert, ausführliche Darstellungen finden sich für das Glasfaser/PET-System bei Nowak (1991), Meretz et al. (1991) und Holland (1992) sowie für das C-Faser/PPS-System bei Auersch (1992) und Meretz et al. (1993a+b). In den folgenden Abbildungen wurden Approximationskurven eingeführt, die keinen theoretisch-physikalischen Zusammenhang widerspiegeln, sondern nur aus Gründen der anschaulicheren Darstellung gewählt wurden. Einzelfaserauszugsmessungen sind beim gegebenen Stand der Forschung nur als phänomenologisch-empirische Versuche zu betrachten, die Hinweise auf zugrunde liegende Prozesse liefern.

System Glasfaser/PET

Im folgenden sind Ergebnisse von Einzelfaserauszugsmessungen aus zwei größeren Untersuchungen dokumentiert (Abb. 33a-d und Abb. 34a-d). In beiden Untersuchungen ging es um das Bruchverhalten beim Faserauszug bei Variation von Kristallinität und Molmasse des Matrixpolymeren. Beide Untersuchungen haben übereinstimmend gezeigt, daß eine Erhöhung der Kristallinität zwei Effekte hat:

- die Faser-Matrix-Haftfestigkeit nimmt zu,
- der Versagensmodus ändert sich vom duktilen zum spröden Grenzflächen-Versagen.

Die charakteristische Unabhängigkeit der scheinbaren Scherfestigkeit von der Einbettlänge korrespondiert mit zusätzlichen Ergebnissen (Nichtlinearität im Anstiegsbereich der Auszugskurven, Existenz von Matrixfließzonen auf der Faser in REM-Aufnahmen), die auf ein *duktilen Bruchverhalten* der Faser-Matrix-Grenzschicht hinweisen (vgl. Kap. 3.3.). Entsprechend stimmen fallende Kurven bei der Auftragung der scheinbaren Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge mit einem *spröden Bruchverhalten* überein. Der Übergang vom duktilen zum spröden Bruchverhalten ist dabei *nicht* kontinuierlich. Zwar werden mit zunehmender Kristallinität Neigungen der Kurven der scheinbaren

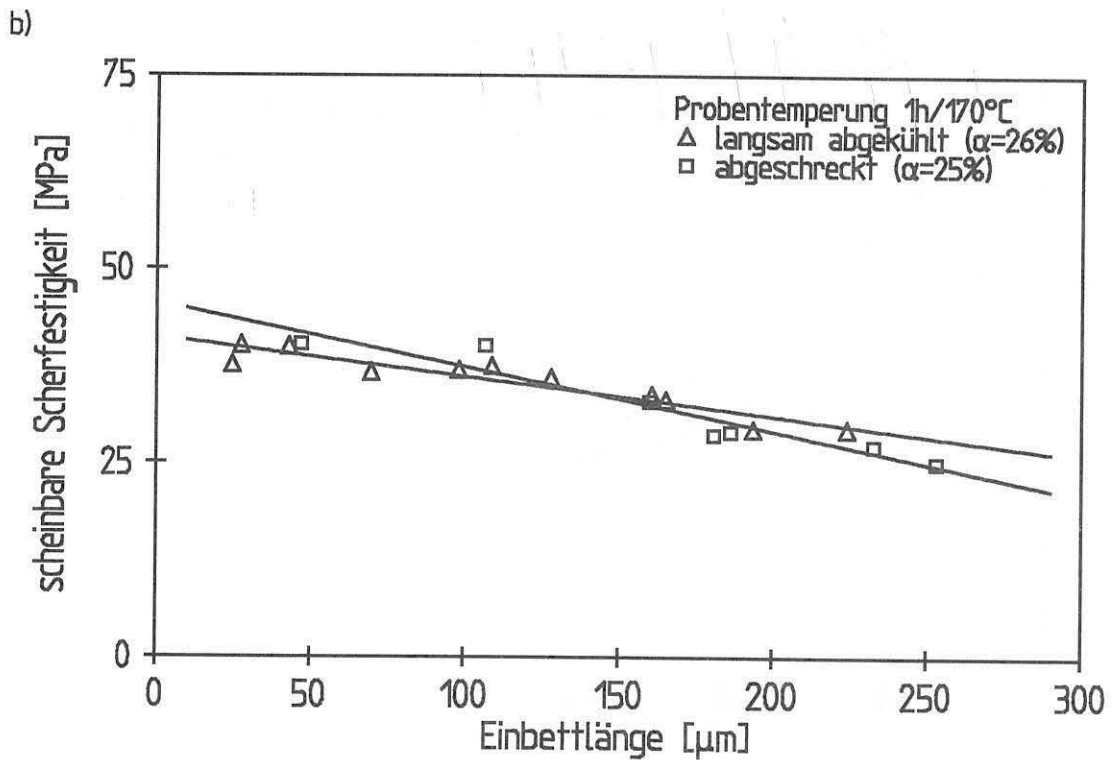
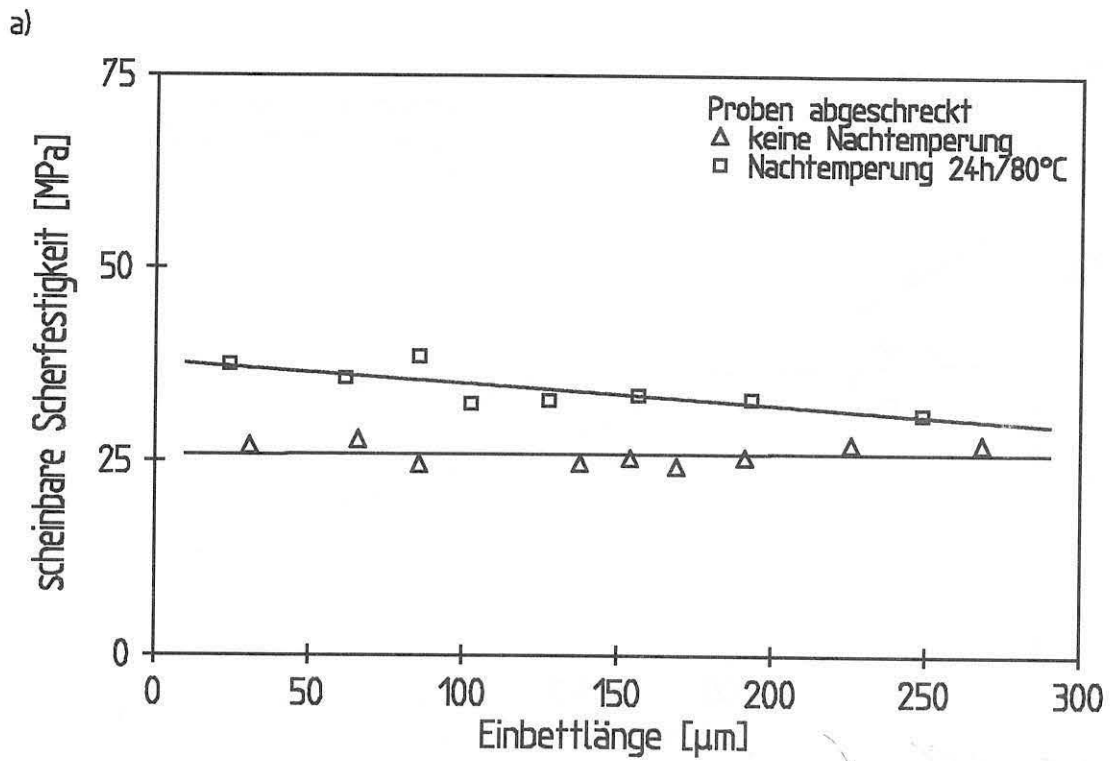
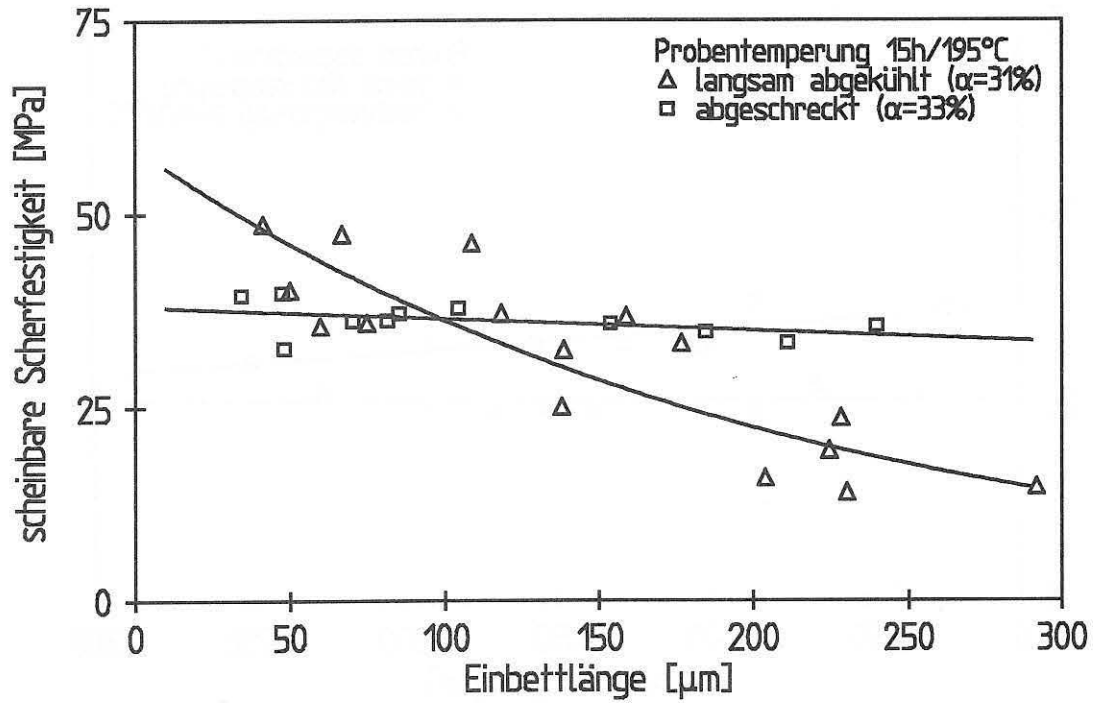


Abb. 33a/b: Scheinbare Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge für das System Glasfaser/PET (7722/VFR) bei a) abgeschreckten und b) 1h bei 170°C getemperten Proben.

c)



d)

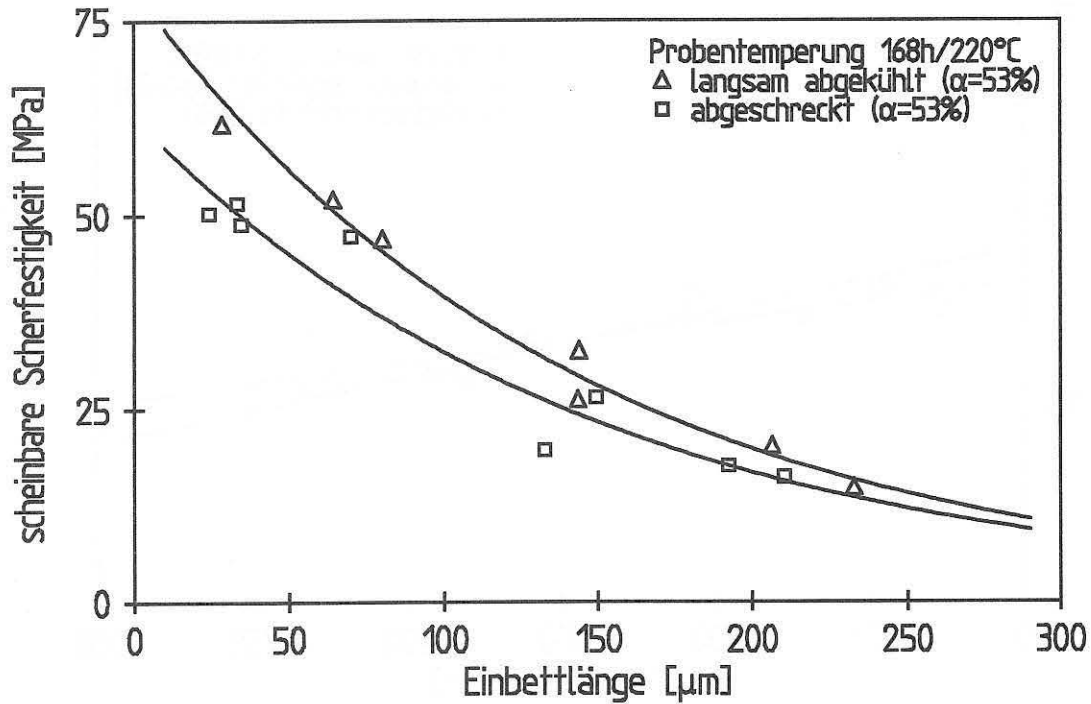


Abb. 33c/d: Scheinbare Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge für das System Glasfaser/PET (7722/VFR) bei c) 15h bei 195°C und d) 168h bei 220°C getemperten Proben.

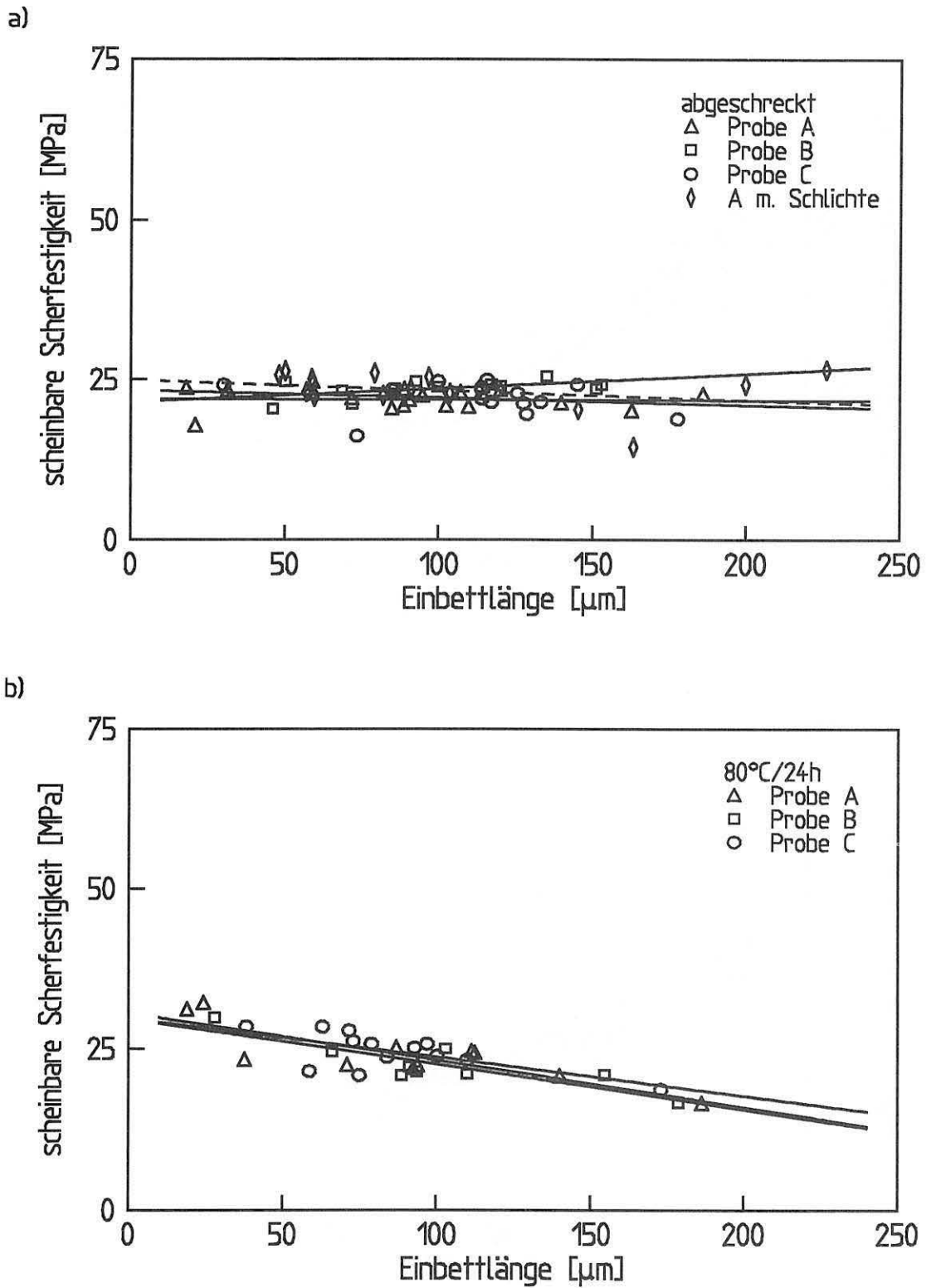
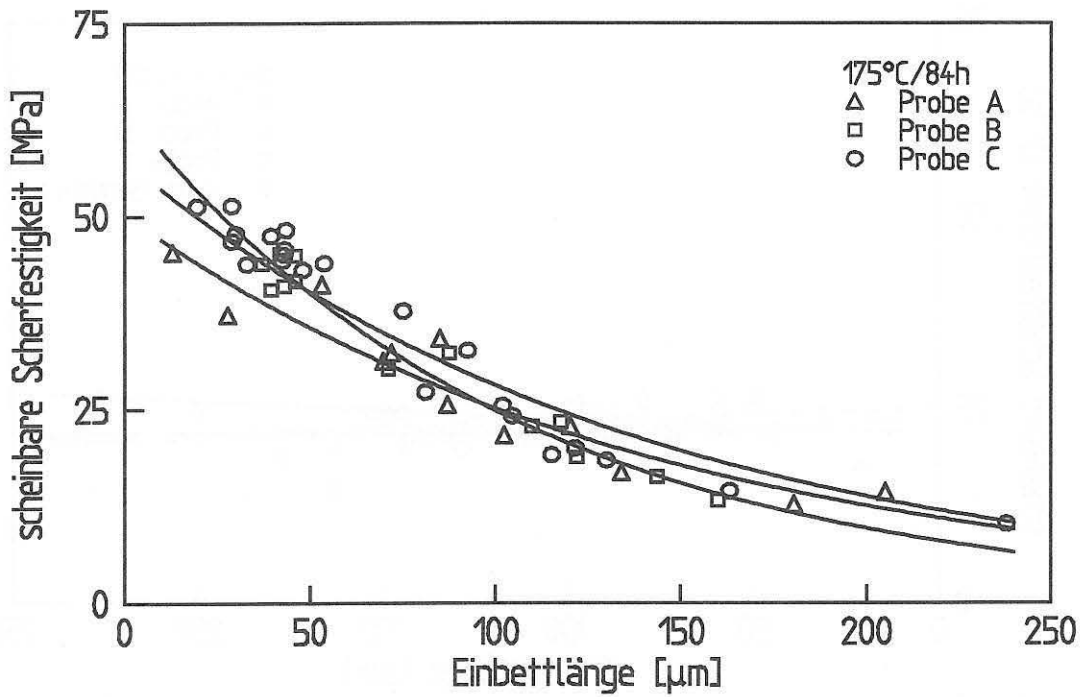


Abb. 34a/b): Scheinbare Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge für das System Glasfaser/PET (Ex5R28/RT51) bei a) abgeschreckten und b) 24h bei 80°C getemperten Proben. Gewichtsmittel der Molmasse Probe A: $M_w=46000\text{g/mol}$, B: $M_w=63000\text{g/mol}$, C: $M_w=80000\text{g/mol}$.

c)



d)

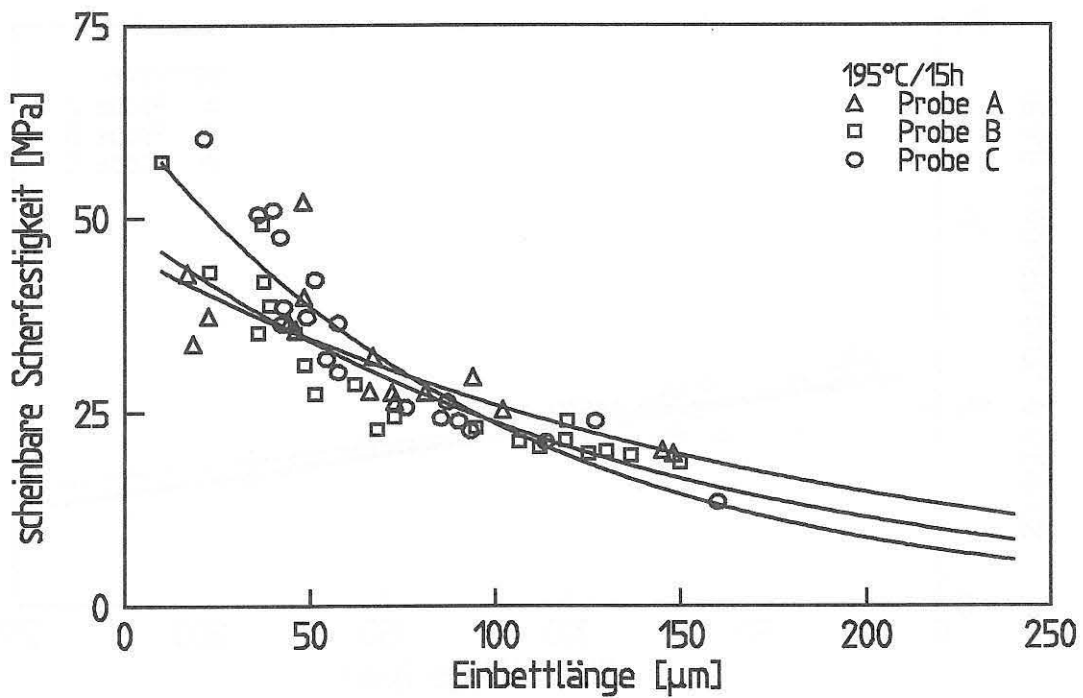


Abb. 34c/d: Scheinbare Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge für das System Glasfaser/PET (Ex5R28/RT51) bei c) 84h bei 175°C d) 15h bei 195°C getemperten Proben. Proben A, B, C wie in Abb. 34a/b.

Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge beobachtet, der Kurvenverlauf bleibt aber *linear* und das Bruchverhalten vorherrschend duktil. Kurven, die ein sprödes Grenzflächenbruchverhalten repräsentieren, zeigen dagegen einen abnehmend *logarithmischen* Verlauf. Abb. 33c zeigt eine Messung, bei der durch geringe Modifikation der Abkühlbedingung *nach* dem 15-stündigen Tempern bei 195°C (schnell bzw. langsam) genau der enge Bereich getroffen wurde, in dem das vorwiegend duktile Bruchverhalten in ein vorwiegend sprödes umkippt. Dieser Umschlagspunkt wurde als ein charakteristischer Wert für eine gegebene Faser-Matrix-Kombination postuliert (Meretz et al., 1991).

Da das duktile Bruchverhalten erst nach langen Temperzeiten in ein sprödes umschlägt, wird angenommen, daß die Glasfaseroberfläche bezüglich einer Kristallkeiminduktion inaktiv ist und die Kristallisation durch die Einschränkung der Ketten- und Segmentmobilität in der Interphase behindert wird.

Von vielen Forschungsgruppen wird die Vermutung geäußert, daß die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix bei schnellem Abkühlen radiale Druckspannungen hervorruft (z.B. Piggott und Dai, 1988, Chua und Piggott, 1985b). Dieser Argumentation zufolge sollte ein solches abgeschrecktes System, das nach dem Abschrecken knapp unterhalb T_g zur *Entspannung* getempert wurde, niedrigere Haftfestigkeitswerte aufweisen. Sowohl Abb. 33a als auch Abb. 34a+b zeigen das Gegenteil. Hier steigt nach dem Tempern bei 80°C die scheinbare Scherfestigkeit deutlich an, wobei das duktile Bruchverhalten erhalten bleibt. Insbesondere die Arbeiten von Thomason und van Rooyen (1992a+b), aber auch von Chabert und Chauchard (1991), legen die Vermutung nahe, daß durch Schubspannungen induzierte lokale Ordnungsprozesse in der Interphase die Anbindung der Matrix an die Faser verbessern. Die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten wirkt sich demnach vor allem in Faserrichtung in Form von Schubspannungen aus, während radiale Druckspannungen keine große Rolle spielen.

Eine Abhängigkeit der Haftfestigkeit und des Bruchverhaltens von der Molmasse (Abb. 34a-d, Proben A, B, C mit zunehmender Molmasse) konnte nicht gezeigt werden, möglicherweise waren die Unterschiede zwischen den drei Proben zu gering. Die Effekte dürften ferner vom hydrolytischen, thermischen und thermooxidativen Abbau des PET während der Probenpräparation überlagert sein.

System C-Faser/PPS

Um weitere Indizien für die Wechselwirkung zwischen Faseroberfläche und fasernaher Matrix und ihren Einfluß auf das Bruchverhalten zu gewinnen, wurden zwei verschiedene C-Fasern mit PPS als Matrix untersucht. Die kristallkeiminduzierende Wirkung von HM-Fasern im Vergleich zu den weniger »aktiven« HF-Fasern insbesondere auf aromatische Polymere ist aus der Literatur bekannt.

Abb. 35a-d zeigt die Ergebnisse der Untersuchung. In den Diagrammen sind die Meßwerte von HS-Fasern durch durchgezogene Kurven und die Meßwerte von HM-Fasern durch gestrichelte Kurven approximiert. Alle Versuche wurden in zwei parallelen Serien durchgeführt: bei sonst gleichen Bedingungen wurden einmal nur in Methanol und Benzin gewaschene Fasern verwendet, und in einer zweiten Serie wurden die Fasern nach dem Waschprozeß zusätzlich 2 Stunden bei 400°C getempert. Das zusätzliche Ausheizen wurde durchgeführt, da sich zeigte, daß auf den Fasern nach dem Waschprozeß noch Rückstände vorhanden waren. Bis auf Abb. 35a, in der die scheinbare Scherfestigkeit mit zunehmender Einbettlänge bei den zusätzlich getemperten Fasern zunimmt, zeigten sich sonst keine qualitativen Unterschiede zwischen den beiden Serien. Die überraschende Zunahme der Haftfestigkeit mit größeren Einbettlängen wird durch schubspannungsinduzierte lokale Ordnungsvorgänge in der Interphase erklärt. Je größer die Einbettlänge ist, desto größer sind insbesondere an den Faserenden auch die infolge der Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten hervorgerufenen Schubspannungen.

Sowohl die Faserauszüge mit »amorphen« Proben (Abb. 35a) als auch die mit 5 Stunden bei 100°C (knapp oberhalb von T_g) getemperten Proben (Abb. 35b) zeigen ein vorwiegend duktileres Bruchverhalten, wobei das Niveau der scheinbaren Scherfestigkeit bei letzteren um ca. 30% höher liegt. Bei längerer Temperung bei höheren Temperaturen (72h/180°C) wird sowohl mit HM- als auch mit HS-Fasern ein überwiegend sprödes Bruchverhalten gefunden (Abb. 35c), wobei diese Tendenz bei den HM-Fasern (gestrichelte Kurven) ausgeprägter ist. Wird die Tempertemperatur weiter erhöht (72h/230°C), so kommt es überraschenderweise zu einer Separation von sprödem Bruchverhalten mit HM-Fasern einerseits und duktilem Bruchverhalten mit HS-Fasern andererseits (Abb. 35d). Das Niveau der scheinbaren Scherfestigkeit bei den HS-Fasern ist dabei mehr als doppelt so hoch wie bei den amorphen Proben. Der Einbettlängenbereich, in dem HS-Fasern bei einer so hohen Haftfestigkeit noch ausgezogen werden können, ist durch die Zugfestigkeit der Faser begrenzt. Die mit einem gemessenen Wert von 4,7GPa Faserfestigkeit berechnete Faserauszugsgrenze ist

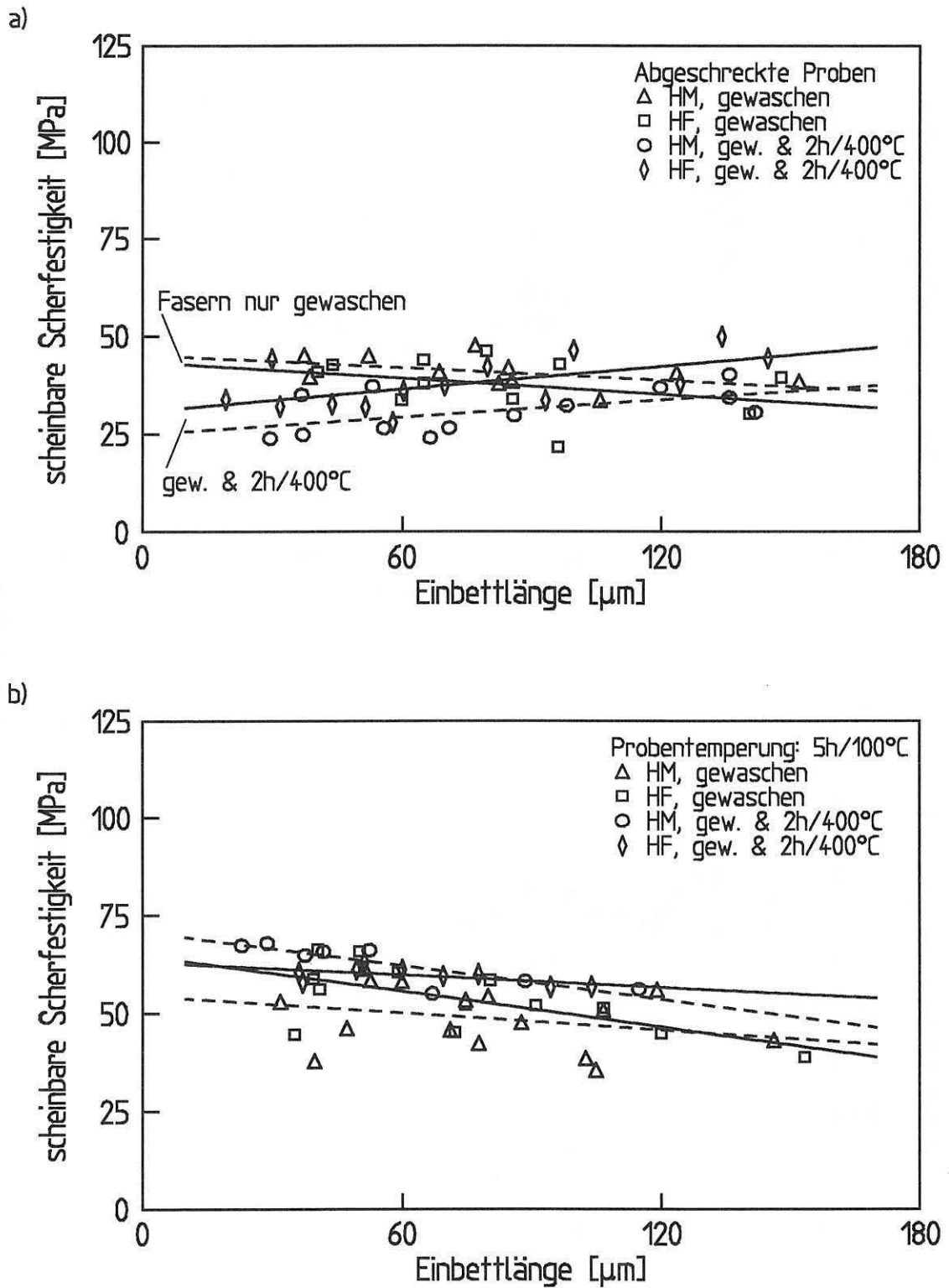


Abb. 35a/b: Scheinbare Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge für das System C-Faser/PPS bei a) abgeschreckten ($\alpha=14\%$) und b) 5h bei 105°C getemperten Proben ($\alpha=33\%$).

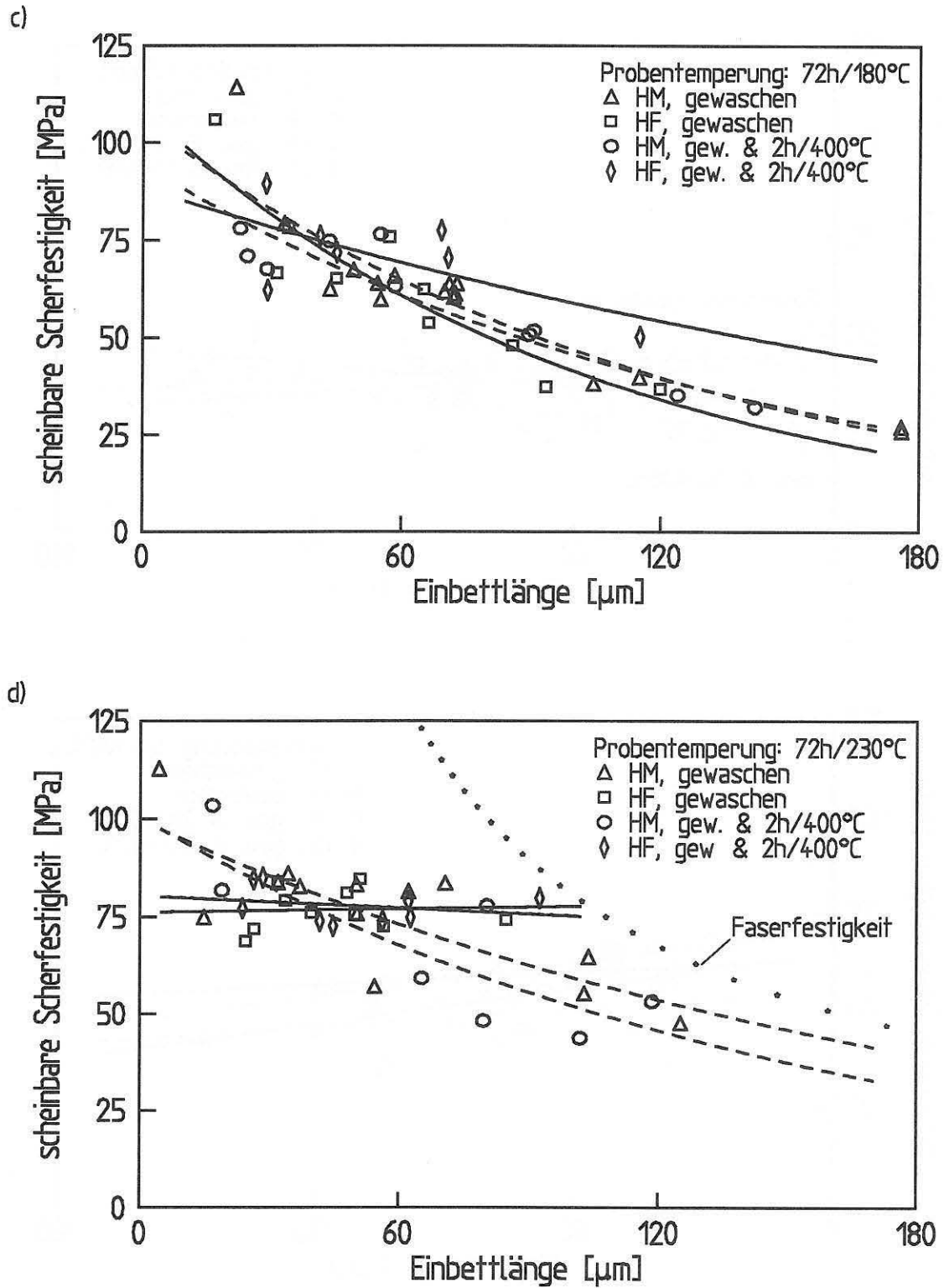


Abb. 35c/d: Scheinbare Scherfestigkeit in Abhängigkeit von der Einbettlänge für das System C-Faser/PPS bei c) 72h bei 180°C ($\alpha=36\%$) und d) 72h bei 230°C getemperten Proben ($\alpha=51\%$).

als gepunktete Kurve in Abb. 35d eingetragen. Einbettlängen größer als 90µm können demnach nicht erreicht werden. REM-Aufnahmen zeigen deutlich plastizierte Matrixzonen auf der HS-Faseroberfläche, obwohl die hohe Kristallinität der Matrix mit 51% einen spröden Bruch hätte erwarten lassen. Duktiler Bruchverhalten wie plastizierte Matrixzonen auf der ausgezogenen Faser deuten darauf hin, daß sich um die Faser eine Interphase mit im Vergleich zur fernen Matrix vermutlich geringerer Kristallinität ausgebildet hat. Ähnliche Effekte wurden auch von Saiello et al. (1990) beobachtet. Diese Interphase bewirkt einerseits eine im Vergleich zur amorphen Matrix hohe Anbindungsstabilität an die Faser, andererseits wird ein Umkippen in einen spröden Versagensmodus der Grenzfläche vermieden. Die HM-Faser hingegen unterstützt durch ihre keimbildungsaktive Oberfläche die Kristallisation in der Interphase. Ob sich eine transkristalline Zone ausbildet, konnte nicht definitiv geklärt werden. Vergleichende polarisationsmikroskopische Untersuchungen mit gleichen Materialien sowie Aramidfasern zeigen zwar die erhöhte Keimbildung auf der Faseroberfläche, der Effekt konnte jedoch nur für die Kristallisation aus der Schmelze gezeigt werden. Bei der Präparation der Einzelfaserauszugsproben liegt eine Kaltkristallisation vor, da die Proben erst nach dem Abschrecken getempert wurden.

Nach diesen Ergebnissen läßt sich die von vielen Forschungsgruppen aufgeworfene Frage, ob sich die verstärkte Keimbildung auf der Faseroberfläche, die zur Ausbildung von transkristallinen Zonen führen kann, *positiv* (so Lee und Porter, 1986, Brady und Porter, 1990, Carvalho und Bretas, 1990, Hsiao und Chen, 1990) oder *negativ* (so Huson und McGill, 1985, Nardin et al., 1991 c) auf die Haftung auswirkt, nur mit einer Differenzierung der Frage selbst beantworten. Die Aufspaltung in die konträren Begriffe "positiv" oder "negativ" kann nicht isoliert entschieden werden, sondern es muß der Einsatzzweck eines möglichen Bauteils miteinbezogen werden. Kommt es auf eine möglichst hohe statische Bruchfestigkeit bei geringer Bruchzähigkeit an, so kann die Ausbildung einer hohen Kristallinität in der Interphase (u.U. transkristalline Zonen) vorteilhaft sein. Ist die Verbesserung der Bruchzähigkeit und der Lebensdauer bei dynamischer Beanspruchung das Ziel, so ist eine Interphase mit hoher Energiedissipation günstiger. Dabei zeigen die Einzelfaserauszugsuntersuchungen, daß die Gleichungen "bruchzäh=geringe Haftung" und "spröde=hohe Haftung" nicht notwendig gültig sind (vgl. auch Davies und Echalié, 1989). Geleitet von der Annahme, daß die Beschaffenheit der Interphase entscheidend für die Qualität der Haftung zwischen Faser und Matrix und damit die Eigenschaften des Verbundes ist, kann es ein Ziel sein, Korrelationen zwischen der Struktur der Interphasen und den Haftungsphänomenen wie auch den Bruchprozessen zu erschließen.

4.2. Experimente im Rahmen des subkritischen Ansatzes

Zur dynamisch-mechanisch-thermischen Analyse der Interphase wurde die in Kap. 3.5. vorgestellte Methode der dynamischen Einzelfaserbelastung (DEB) verwendet. In einer Vorversuchsphase wurde die Apparatur optimiert und günstige Parameter für die Versuchsdurchführung bestimmt (Lahser, 1993). Danach wurden für die weiteren Versuche in der Regel gewählt:

- mittlere bis große Einbettlängen ($100\text{-}250\mu\text{m}$, $l_e/d_f \approx 15$),
- eine freie Faserlänge von $l \approx 100\mu\text{m}$,
- eine Faserdehnamplitude von $\Delta l_f \approx \pm 0,5\mu\text{m}$ ($\approx 0,5\text{-}1\%$ Faserdehnung),
- eine Aufheizrate von $3,3^\circ\text{C}/\text{min}$ und
- eine feste Frequenz von 50Hz .

Die Apparatur ist hinsichtlich des Frequenzbereiches noch ausbaufähig (etwa von $0,5$ bis 5000Hz); für diese Arbeit wurde jedoch eine feste Frequenz gewählt.

Die DEB-Methode wurde ebenfalls eingesetzt, um die dynamisch-mechanischen Eigenschaften der Matrix *ohne* Faser zu bestimmen. Dafür wurde eine sogenannte "*Sputniktechnik*" entwickelt. Drei Glasfasern werden an einem Ende zu einer Glasperle verschmolzen. Das freie Ende aller drei Fasern wird auf dem normalen Faserhalter mit einem Cyanacrylat-Kleber befestigt. Diese einem Sputnik sehr ähnliche Konstruktion dient als Druckstempel zur Kompression der Matrixpartialkugel. Durch die Dreibeinhalterung des Kugelstempels werden laterale Bewegungen bezüglich der Druckrichtung und damit Reibungen auf der Matrix minimiert. Die Sputnikkonstruktion wird als idealelastisch angenommen und die Reibung auf der Matrix über die Versuchsdauer als konstant. Gemessen wird bei dynamischer Druckbelastung mit 50Hz der Verlustfaktor $\tan \delta$ in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Belastungsart²⁷ entspricht damit zwar nicht den Versuchen mit Faser, dennoch wird der Verlustfaktor $\tan \delta$ als geometrieunabhängige Größe als Vergleichsmaß verwendet.

Messungen mit der DEB-Methode sind von mehreren Parametern gleichzeitig abhängig. Zum einen sind Temperatur und Frequenz variierbar, beide Parameter hängen jedoch voneinander ab. Die semiempirische WLF-Gleichung (von Williams, Landel, Ferry) faßt diesen Zusammenhang:

²⁷ Hierbei ist nicht ausschlaggebend, daß es sich um einen dynamischen Druckversuch handelt (im Unterschied zum Zug-Druck-Versuch bei Proben mit Fasern), sondern daß das Verhältnis von Schub- und axialen Zug/Druckspannungen nicht das gleiche sein kann. Die Problematik betreffe jedoch auch andere Varianten dynamischer Versuche mit reinen Matrixproben.

$$T = T_g + \frac{51,6 \log a_T}{17,44 - \log a_T}, \quad (81)$$

wobei T_g die Glasübergangstemperatur für die Frequenz Null, T die dynamische frequenzabhängige Glasübergangstemperatur und der Faktor a_T die empirisch zu ermittelnde Zeit-Temperatur-Verschiebung angibt. Das freie Volumen am Glasübergangspunkt wurde mit 2,5% angenommen, ein Wert, der empirisch für viele Polymere bestätigt wird. Der Temperatur-Frequenz-Zusammenhang ist bei den hier untersuchten teilkristallinen Polymeren noch zusätzlich abhängig von der Kristallinität des Matrixpolymeren sowie vom Kristallisationsprozeß während des Versuches. Es dürfen demnach nur Versuche mit gleicher Ausgangstemperaturbehandlung der Proben und gleicher Aufheizrate verglichen werden.

Vorstudie am System Glasfaser/PET

Abb. 36 zeigt zwei Durchläufe von Messungen an einem Glasfaser/PET-System mit amorpher Ausgangsmatrix. Die Ketten in der amorphen Matrix sind unterhalb von T_g in ihrer Konformation »eingefroren«, da die Aktivationsenergie für Konformationsänderungen zu niedrig ist. Mit steigender Temperatur vergrößert sich das Volumen. Bei ca. 103°C (vgl. Abb. 36, erster Durchlauf) wird eine hohe Beweglichkeit der Polymerketten erreicht; gleichzeitig sind die Kettenbewegungen noch so stark eingeschränkt, daß die Energiedissipation durch die innere Reibung hoch ist. Die Abnahme der Energiedissipation durch die weitere Volumenvergrößerung bei steigender Temperatur ist überlagert vom einsetzenden Kristallisationsprozeß. Im teilkristallinen Material tragen nurmehr die zwischen den kristallinen Bereichen eingespannten Polymerketten der amorphen Bereiche zur Energiedissipation bei. Aufgrund der eingeschränkten Beweglichkeit der Ketten in den amorphen Bereichen ist der Verlust viel geringer als bei der amorphen Probe, und das Dämpfungsmaximum ist zu höheren Temperaturen verschoben (Abb. 36, 2. Durchlauf, vergrößert im kleinen Diagramm, sowie Tab. 2). Die Überlagerung der beiden Prozesse, die zur Verringerung der Energiedissipation des Polymeren führen, ist im hinteren Teil des ersten Durchlaufes der Messung bereits als »Nebenmaximum« zu erkennen.

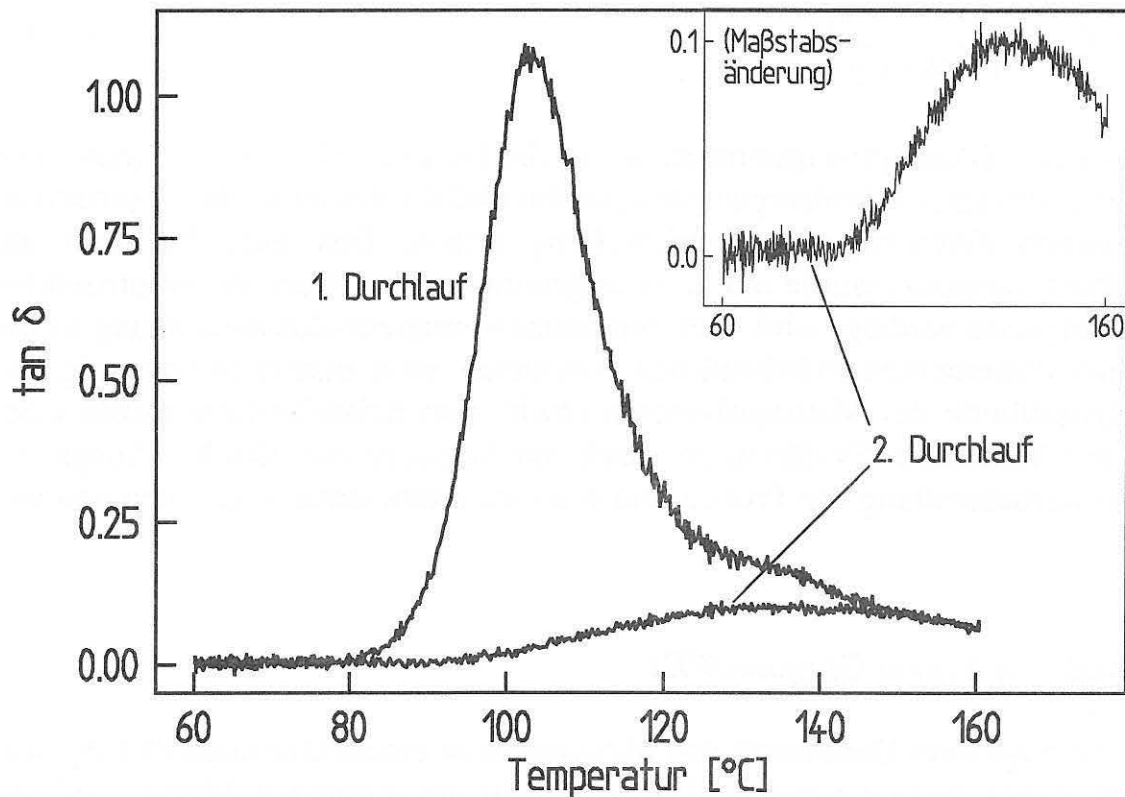


Abb. 36: Dämpfungsmessungen an einer abgeschreckten Glasfaser/PET-Probe (Original-Meßdaten); große Abbildung: 1. und 2. Durchlauf; kleine Abbildung: 2. Durchlauf.

Die Kurven wurden für die Auswertung des Dämpfungsmaximums und die Temperaturlage des Maximums mittels einer gewichteten Splinefunktion geglättet. Die in Abb. 36 dargestellten Meßkurven sind nicht geglättet.

Tab. 2: Dämpfungs-Maxima der DEB-Messungen für das System Glasfaser/PET

Behandlung	Probenanzahl	$(\tan \delta)_{\max}$	$T((\tan \delta)_{\max})$ [°C]
abgeschreckt	6	$0,92 \pm 0,10$	$103,2 \pm 2,4$
dito, 2. Lauf	1	0,099	133
1h/170°C	10	$0,057 \pm 0,006$	$129,5 \pm 1,0$
168h/220°C	8	$0,03 \pm 0,01$	147 ± 6

Die Vorstudien mit der Glasfaser/PET-Kombination (vgl. Lahser, 1993) liefern erste wichtige Ergebnisse:

- mit zunehmender Temperdauer (zunehmender Kristallinität der Matrix) nimmt die Dämpfung ab, und die Lage des Dämpfungsmaximums verschiebt sich zu höheren Temperaturen;
- das Dämpfungsmaximum des 2. Durchlaufs der abgeschreckten Probe liegt oberhalb des Dämpfungsmaximums der 1h bei 170°C getemperten Probe;
- die Streuungen der Temperaturlagen sowie der absoluten Werte des Dämpfungsmaximums sind bei Messungen an *einer* Probe gering (siehe 10 Durchläufe der 1h bei 170°C getemperten Probe), während die entsprechenden Streuungen bei Messungen an *verschiedenen* Proben erheblich größer sind (siehe 8 verschiedene 168h bei 220°C getemperte Proben);
- die Streuungen bei Messungen mit verschiedenen Proben sind bei abgeschreckten (>amorphen<) Proben geringer als bei getemperten (teilkristallinen) Proben.

Die Meßgenauigkeit des Verlustfaktors $\tan \delta$ ist bei der DEB-Methode hoch, auch im Vergleich zu konventionellen DTMA-Meßkonfigurationen (vgl. Dean et al., 1984). Das Ziel der DEB-Methode, die Messung des Einflusses des fasernahen Bereiches, ist gleichzeitig das größte Problem: variiert die Beschaffenheit der Probe und insbesondere die des fasernahen Bereiches, so variieren auch die Meßergebnisse von Probe zu Probe. Aufgrund der hohen Sensitivität kommt der Probenpräparation folglich eine entscheidende Bedeutung zu.

PPS mit verschiedenen Fasern

Um den Einfluß der Interphase zu untersuchen, wurden in einer zweiten Studie verschiedene Fasern mit PPS als Matrix eingesetzt, von denen ihre unterschiedliche keiminduzierende Wirkung bekannt ist (s.o.). Zum Vergleich wurde außerdem die PPS-Matrix mit der oben beschriebenen Sputnik-Konstruktion untersucht. Die Temperbedingungen entsprechen denen bei den Einzelfaserauszugsmessungen mit gleicher Probenkombination (Kap. 4.1., System C-Faser/PPS). Der prinzipielle Kurvenverlauf der einzelnen Messung entspricht dem des in Abb. 36 dargestellten Verlaufs des Systems Glasfaser/PET (vgl. auch Boey et al., 1991). Für die Diskussion werden nur die Temperaturlage und die Absolutwerte des Dämpfungsmaximums herangezogen.

In Tab. 3 sind die Ergebnisse der Messungen zusammengestellt, in Abb. 37a+b sind diese veranschaulicht. Die Probenanzahl variiert stark, da die Handhabbarkeit der Fasern sehr unterschiedlich ist. Während die >dicken< Glasfasern

(Durchmesser ca. 20 μ m) und auch noch die flexiblen hochfesten C-Fasern (HS-Typ) relativ widerstandsfähig gegen laterale mechanische Belastungen sind, sind die hochmoduligen, sehr spröden C-Fasern (HM-Typ) sehr empfindlich. Nimmt mit zunehmender Temperdauer die Kristallinität der Matrix zu, d.h. die Flexibilität des Faser-Matrix-Systems ab, so sinkt der kritische Weg, der zum Zerstören der Faser führt, auf Werte im Mikrometerbereich. Der elastische Anteil des Meßsystems ließ sich auch nicht durch Vergrößerung der freien Faserlänge erhöhen, da sonst (bei gegebener Zug-Druck-Belastung) der knickstabile Bereich der Faser verlassen würde.

Tab. 3: Temperaturlage und Absolutwerte der Verlustfaktor-Maxima der DEB-Messungen an PPS.

Probe	Behandlung	Anzahl	$(\tan \delta)_{\max}$	$T((\tan \delta)_{\max})$ [°C]
PPS-pur	abgeschreckt	9	0,40 \pm 0,17	107,4 \pm 4,0
	dito, 2. Lauf	5	0,021 \pm 0,010	137,6 \pm 1,2
	72h/230°C	6	0,016 \pm 0,006	142,2 \pm 2,0
GF/PPS	abgeschreckt	13	0,59 \pm 0,18	111,5 \pm 3,2
	dito, 2. Lauf	12	0,035 \pm 0,010	152,5 \pm 1,6
	72h/230°C	29	0,022 \pm 0,010	148,9 \pm 5,9
HS/PPS	abgeschreckt	8	0,63 \pm 0,23	111,7 \pm 3,5
	dito, 2. Lauf	7	0,035 \pm 0,014	168,0 \pm 2,5
	72h/230°C	54	0,015 \pm 0,006	149,5 \pm 7,2
HM/PPS	abgeschreckt	8	0,41 \pm 0,21	115,4 \pm 5,0
	dito, 2. Lauf	2	0,032 \pm 0,001	175,4 \pm 0,7
	72h/230°C	6	0,016 \pm 0,009	164,9 \pm 2,9

Abb. 37a veranschaulicht die gemittelten Ergebnisse der Messungen mit abgeschreckten (>amorphen<) Proben. Für die Temperaturlage des Dämpfungsmaximums zeigt sich die Reihenfolge PPS - GF/PPS - HS/PPS - HM/PPS, wobei der Unterschied zwischen Systemen GF/PPS und HS/PPS nicht signifikant ist (zu großer Fehler). Ein ähnliches Bild ergibt sich für die 72h bei 230°C getemperten Proben bei entsprechend höheren Temperaturen (vgl. Abb. 37b). Bei

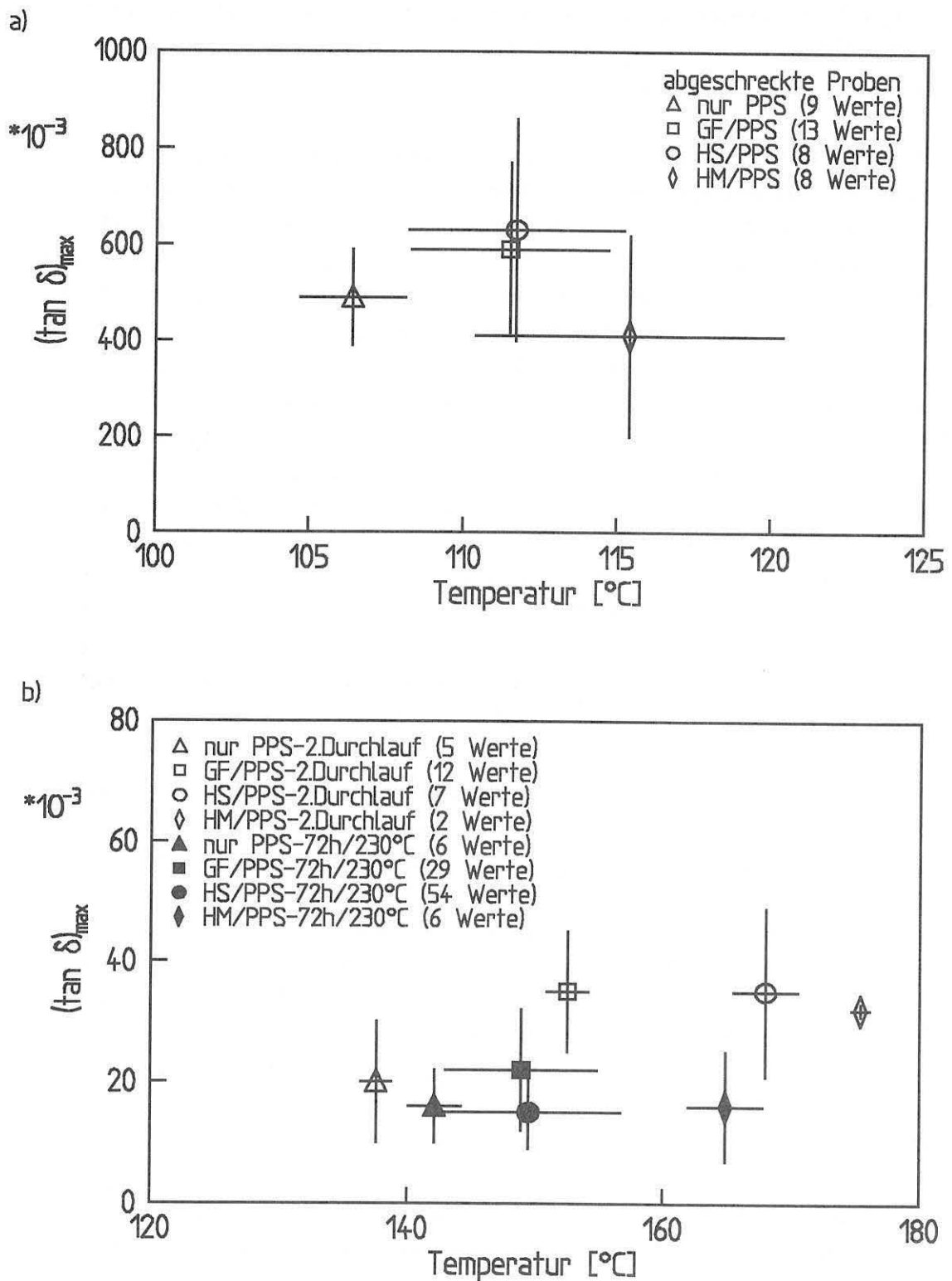


Abb. 37a/b: Maximalwerte von $\tan \delta$ in Abhängigkeit von der gemessenen Temperatur des Maximums. Die eingezeichneten Balken geben die Standardabweichung wieder.

den zweiten Durchläufen der abgeschreckten Proben (Abb. 37b) ist die Reihenfolge PPS - GF/PPS - HS/PPS - HM/PPS für die Temperaturlage von $(\tan \delta)_{\max}$ besonders deutlich; die Fehler sind hier auch kleiner.

Die Temperaturreihenfolge der Dämpfungsmaxima der Faser-PPS-Systeme entspricht den Erfahrungen über die unterschiedliche *direkte* Wechselwirkung der Fasern mit polymeren Matrices (vgl. S. 81). Die amorphe Glasfaser ruft keine merkliche keiminduzierende Wirkung auf viele polymere Matrices hervor. Bei HS-Fasern wird ein schwacher Fasereinfluß gefunden, und von den HM-Fasern wird eine starke keiminduzierende Wirkung berichtet. Nimmt man an, daß eine ›inaktive‹ Faser wie die Glasfaser die Kristallisation in der Interphase durch ihre Gegenwart eher behindert, während eine zunehmende Keimdichte auf der Faseroberfläche zu einer erhöhten Kristallinität in der Interphase führt, so korrelieren die Ergebnisse mit einer solchen Deutung sehr gut. Nicht in dieses Bild passen jedoch die Ergebnisse der Dämpfungsmessungen mit der reinen PPS-Matrix. Nach obiger Deutung müßte die Temperatur des Dämpfungsmaximums *zwischen* der des Systems GF/PPS und (mindestens) der des Systems HM/PPS liegen, da in Abwesenheit einer Faser die Kristallisation weder beschränkt noch gefördert wird. Das Dämpfungsmaximum liegt jedoch deutlich *unterhalb* der Temperaturen des Maximums des GF/PPS-Systems. Diese Beobachtung verweist darauf, daß die *indirekten* Parameter, die eine schubspannungsinduzierte Ordnung in der Interphase bewirken, den Kristallisationsprozeß maßgeblich beeinflussen. Hierbei sind vor allem zwei Faktoren zu nennen:

- Der Interphasenbereich wird durch die aufgebrachte dynamische Belastung *hohen Dehnungen* unterworfen, die im Erweichungsbereich die fasernahe Matrix orientieren können, was ebenfalls die Keimbildung unterstützt.
- Bei *hohen Abkühlraten* beobachteten Thomason und van Rooyen (1992b) die Ausbildung transkristalliner Strukturen von Polypropylen, sogar in Gegenwart von sonst ›inaktiven‹ Glasfasern bei Abkühlraten von 100°C/min oder höher. Die geschätzte Abkühlrate bei der Präparation der DEB-Proben beträgt 6000°C/min, so daß hohe Schubspannungen eingefroren werden, die beim Erreichen der Erweichungstemperatur eine Matrixorientierung in Fasernähe hervorrufen können, was die Keimbildung unterstützt²⁸.

Trotz der Dominanz der indirekten Parameter, die bei allen Faserproben eine schubspannungsinduzierte Kristallisation bewirken, ist die Detektierbarkeit

²⁸ Bei dieser 60-fach höheren Abkühlgeschwindigkeit ist die sehr viel kürzere Faserlänge im DEB-Versuch gegenüber den bei polarisationsoptischen Untersuchungen von Thomason und van Rooyen (1992b) verwendeten Faserlängen zu berücksichtigen, die den Schubspannungseffekt reduzieren.

unterschiedlicher Einflüsse der direkten Faserflächenparameter nicht aufgehoben worden. Besonders eindeutig sind die Resultate für die zweiten Durchläufe der amorphen Proben. Die Kombination von schubspannungsinduzierter Kristallisation und Faseroberflächeneinfluß führt beim Durchfahren des Erweichungsbereiches des Polymeren zur Ausbildung von Interphasen mit unterschiedlichem Verhältnis von Speicher- und Verlustmodul. Je ›aktiver‹ die Wechselwirkung zwischen Faser und Matrix, desto höher ist die Keimdichte auf der Faser, und desto höher ist der Kristallinitätsgrad in der Interphase. Je höher der Kristallinitätsgrad in der Interphase, desto größer ist der Speicher- im Verhältnis zum Verlustmodul der Interphase, was mit der DEB-Methode gemessen werden kann. Die Funktionalität der DEB-Methode hat sich damit bestätigt.

Die vorgestellten Ergebnisse der Faser/PPS-Messungen sollen nun im Lichte der Ergebnisse der Einzelfaserauszugs-Messungen (Kap. 4.1.) interpretiert werden. Bei den 72h bei 230°C getemperten PPS-Proben zeigte sich ein Unterschied im Bruchverhalten bei Auszugsversuchen mit HS- und HM-Fasern (vgl. Abb. 35d). Trotz des relativ engen (wegen der Zugfestigkeit der HS-Faser beschränkten) Einbettlängenbereiches ließ sich für die HS-Faser ein duktiles Versagen der Interphase diagnostizieren. Die HM-Faser-Auszüge waren demgegenüber von einem spröden Versagen gekennzeichnet. Diese Zuordnungen wurden durch REM-Untersuchungen bestätigt, bei denen auf den HS-Fasern plastizierte Matrixzonen, bei der HM-Faser hingegen die ›nackte‹ Faseroberfläche gefunden wurde (Meretz et al., 1993). Die DEB-Untersuchungen zeigen eine deutliche Verschiebung der Temperatur des Dämpfungsmaximums bei den Messungen mit HS-Fasern zu niedrigeren Temperaturen. Hieraus wird geschlossen, daß der Kristallinitätsgrad der Interphase geringer ist als bei den Proben mit HM-Faser. Diese Schicht niedrigerer Kristallinität führt im Einzelfaserauszugsversuch zum Plastizieren der Matrix, während bei der höherkristallinen Matrix (HM-Faser) die Grenzfläche *zwischen* Matrix und Faser schlagartig versagt.

Es wäre denkbar, diese Ergebnisse auf Basis der Gleichung (75) auszuwerten, um z.B. den Mittelwert des Moduls der Interphase abzuschätzen. Hierfür wären jedoch weitere Untersuchungen notwendig, um einen genaueren Aufschluß über die Ausdehnung der Interphase und den komplexen Modul der Matrix zu erhalten. An dieser Stelle bieten sich eine Reihe von weiteren Untersuchungen an (etwa Mikrodeformationsmessungen der Interphase, vgl. Williams, 1990a+b), um letztlich der Frage nach dem Zusammenhang von Struktur und Eigenschaften von polymeren Faserverbundwerkstoffen etwas näher zukommen.

5. Bewertung und Perspektiven

Diese Arbeit hatte die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften der Interphase in Faserverbundwerkstoffen zum Ziel. Drei verschiedene Herangehensweisen innerhalb ihrer kategorialen Systeme wurden vorgestellt, der kritisch-zustandsorientierte Ansatz, der kritisch-prozeßorientierte Ansatz und der subkritische Ansatz. Die Inadäquatheit der für den kritischen Kontext immer noch bedeutsamen *Shear-Lag-Theorie* und der mit ihr verbundenen *elastisch-plastischen Analyse* wurde gezeigt. Als Defizite traten insbesondere hervor:

- die Annahme des linear-elastischen Materialverhaltens der Matrix durch die Shear-Lag-Theorie ist für Polymere eine grobe Vereinfachung; deren viskoelastisch-plastisches Verhalten läßt sich nur im Bereich kleiner Dehnungen durch eine linear-viskoelastische Beschreibung approximieren;
- das komplexe dreidimensionale Spannungsfeld wird durch die Shear-Lag-Theorie auf eine Betrachtung nur der axialen Spannungen reduziert; insbesondere die Vernachlässigung der bezüglich der Faserrichtung radialen Spannungen führt bei mikromechanischen Experimenten zu Fehleinschätzungen;
- die Annahme der Bestimmung eines *Kennwerts* im kritischen Kontext (etwa der ›Scherfestigkeit‹) auf Basis der Shear-Lag-Analyse ist aufgrund der genannten Restriktionen sehr fragwürdig;
- die Annahme der Schubspannungskonstanz nach dem Matrixyielding durch die elastisch-plastische Analyse ist unrealistisch, vielmehr kommt es bei den meisten Polymeren im Verlaufe der Laststeigerung zu einer dehnungsorientierten Verfestigung der Matrix;
- der Prozeßcharakter des Bruchvorgangs ist im kritisch-zustandsorientierten Ansatz nicht abbildbar; hier könnte eine Erschließung des kritisch-prozeßorientierten Ansatzes mit mikromechanischen Methoden (z.B. dem Einzelfaserauszug) im Rahmen der o.g. Restriktionen weitere Fortschritte bringen;
- im kritisch-prozeßorientierten Kontext gelten sonst im wesentlichen die gleichen Einschränkungen wie für den zustandsorientierten Ansatz.

Die vier klassischen mikromechanischen Experimente wurden analysiert. Der Fragmentation-Test, der eng mit dem Shear-Lag-Ansatz und der elastisch-plastischen Analyse verbunden ist, wird als der problematischste und am wenigsten aufschlußreiche Versuch eingeschätzt. Die Überlagerung aufgebrachteter Außen- und induzierter Materialspannungen ist bei allen Varianten des Strip-Off-Tests für die relativ unzuverlässigen Ergebnisse verantwortlich. Von den Einzelfaserauszugsvarianten ist die *Bottom-Load-Konfiguration*, wie sie an der BAM-Berlin eingesetzt wird, als die günstigste bestimmt worden. Unterschiedliche Versagensarten können mit diesem Versuch erkannt werden. Die Möglichkeit der Bestimmung eines komparablen Kennwerts ist jedoch auch hier nicht

gegeben. Der Indentation-Test bietet im Gegensatz zu allen anderen Tests die Möglichkeit von in-situ-Messungen an realen Verbunden. Die Auswertung basiert jedoch auf vielen ungeklärten oder fragwürdigen Annahmen, so die des elastischen Materialverhaltens der Matrix. Für diesen Test sind weitere Verbesserungen zu erwarten. So könnte eine dynamisch-mechanische Belastung der Faser zur Ermittlung der Reiblänge (=Debondlänge) über eine Dämpfungsmessung genutzt werden, da Änderungen der Dämpfung sehr sensitiv mit Schädigungen korreliert sind (vgl. Gibson und Plunkett, 1976). Die Schallemissionsmessung könnte in Verbindung mit mathematisch-approximativen Verfahren des Konnektionismus zur Bestimmung der Versagensarten eingesetzt werden.

Im subkritischen Ansatz wurde das Mesophasen-Modell nach Theocaris et al. und das Block-Modell nach Takayanagi et al. diskutiert. Dabei konnten sowohl problematische als auch nützliche Aspekte hervorgehoben werden. Die Entwicklung innerhalb der Mesophasentheorie, die weg von der Annahme einer im Verhältnis zur ›fernen‹ Matrix *schwächeren* Interphase führt, wurde kritisiert. Für das neuentwickelte Verfahren der dynamischen Einzelfaserbelastung (DEB) wurde eine Modellvorstellung aus einer Kombination von Mesophasen- und Blockmodell entwickelt. Die Funktionalität der DEB-Methode konnte darauf aufbauend abgeschätzt werden.

Experimente wurden im kritisch-zustandsorientierten Kontext (Einzelfaserauszug) und subkritischen Kontext (DEB) durchgeführt. Im Rahmen des kritisch-prozeßorientierten Ansatzes kann auf laufende Parallelarbeiten (Hampe et al., 1993) verwiesen werden. Für die Experimente wurden Glas- und Kohlenstofffasern und als Matrizes Polyphenylensulfid und Polyethylenterephthalat eingesetzt. Unabhängig von den Materialkombinationen lassen sich mit dem Einzelfaserauszugsversuch unterschiedliche Bruchmodi unterscheiden. Eine Einbettlängenunabhängigkeit der nach der vereinfachenden Kelly-Tyson-Identität berechneten scheinbaren Scherfestigkeit korreliert mit einem duktilen Grenzschichtversagen, während sich ein sprödes Bruchverhalten als Abfall der scheinbaren Scherfestigkeit mit zunehmender Einbettlänge zeigt. Der Umschlag vom duktilen in ein sprödes Versagen korreliert mit einer Zunahme der Matrixkristallinität. Wenn die Interphase einen geringeren Kristallinitätsgrad als die ferne Matrix aufweist, dann kann trotz durchschnittlich hoher Kristallinität der Probe das duktile Bruchverhalten auf einem hohen Festigkeitsniveau erhalten bleiben. Dies wurde bei keiminduktions-inaktiven HS-Kohlenstofffasern gefunden. Im Vergleich dazu bewirken keiminduktions-aktive HM-Kohlenstofffasern eine hohe Kristallinität in der Interphase, was sich im Faserauszugsversuch als sprödes Versagen zeigt.

Die Ergebnisse der Faserauszugsversuche müssen vor dem Hintergrund der Ergebnisse der Versuche mit der Methode der dynamischen Einzelfaserbelastung im subkritischen Bereich interpretiert werden. Mit der DEB-Methode konnten auf Basis von temperaturabhängigen Dämpfungsmessungen an einer Einzelfaserprobe qualitative Rückschlüsse auf die Beschaffenheit der Interphase und damit auf die Wechselwirkung zwischen Faser und Matrix gezogen werden. Als Maß für die Dämpfungseigenschaften der Interphase dient die Temperaturlage des Maximums des Verlustfaktors $\tan \delta$. Im Vergleich mit Messungen an unverstärkten Matrixproben zeigte sich, daß bei Faserproben durch das Versuchsprinzip selbst (axiale oszillierende Bewegung der Faser in der Matrix) eine schubspannungsinduzierte Keimbildung provoziert und damit die Kristallisation in der Interphase unterstützt wurde. Obwohl der Einfluß unterschiedlicher Faseroberflächen gegenüber der dominanten Keiminduktion durch Schubspannungen nur sekundär ist, zeigte sich dennoch, daß die Dämpfungseigenschaften der Interphase vom Fasertyp abhängig waren. So ergab sich eine eher zu niedrigeren Temperaturen verschobene Lage des Verlustmaximums bei den keiminduktions-inaktiven Fasern (Glasfaser und tendenziell HS-Faser) und eine umgekehrte Verschiebung bei Proben mit der keimbildungs-aktiven HM-Faser. Diese Ergebnisse korrelieren mit den Ergebnissen der Faserauszugsversuche, bei denen aufgrund des Bruchverhaltens auf die Interphasenstruktur geschlossen wurde. Die DEB-Methode erlaubt folglich indirekte Strukturanalysen des Interphasenbereiches bei Einzelfaserverbunden. Der Vorteil der Methode ist jedoch auch gleichzeitig ihr größter Nachteil: Aufgrund der direkten Messung der Wechselwirkung zwischen *einer* Faser und der umgebenden Matrix ist immer eine sehr hohe Ortsempfindlichkeit gegeben. Der Probenpräparation kommt demnach die entscheidende Bedeutung für die Qualität der Ergebnisse (Streuung) zu.

Die DEB-Methode ist in mehrere Richtungen ausbaufähig. So würde die Erweiterung auf frequenzabhängige Messungen (der Bereich zwischen 0,5Hz und 5000Hz wird für erreichbar gehalten) die Erstellung von Temperatur-Zeit-Masterkurven ermöglichen, die umfassende Charakterisierungen erlauben würden, z.B. die Berechnung der Aktivationsenergien etc. Eine weitere Möglichkeit bestünde in der Durchführung von Laststeigerungs- und Ermüdungsversuchen, auch kombiniert mit anschließenden Faserauszügen. Hier könnten Verbindungen zu den erfolgreichen ersten Versuchen im Rahmen des kritisch-prozeßorientierten Ansatzes (Hampe et al., 1993) hergestellt werden.

Zur Problematik des Kennwerts

Nachdem in dieser Arbeit ausführlich die Unmöglichkeit einer komparablen Auswertung der Einzelfaserauszugsversuche in Form eines Kennwerts begründet worden ist, bleibt die Frage der Nützlichkeit der Einzelfaserauszugs-Tests. Wie bisher dargelegt, scheint die Micro-Bottom-Load-Konfiguration des Einzelfaserauszug-Versuches die günstigste aller mikromechanischen Testmethoden zu sein. Verbesserungen der Auswertbarkeit in Richtung auf einen komparablen materialspezifischen *Kennwert* sind, so die Behauptung, nicht durch weitere Verbesserungen der mikromechanischen Meßkonfigurationen zu erreichen. Trifft die Behauptung zu, so muß die Existenz eines materialspezifischen Kennwerts grundsätzlich in Frage gestellt werden. Materialkennwerte sollen einen Werkstoff unabhängig von der Geometrie und der Anwendung charakterisieren, sie sollen die Naturgesetzlichkeit von Materie widerspiegeln. Bei stofflich einphasigen Systemen stellen in mathematischer Form gefaßte lineare Kausalrelationen meist noch hinreichend gute Approximationen der realen Verhältnisse dar²⁹. Mathematisch-symbolische Repräsentationen realer Weltverhältnisse besitzen den Vorteil der *Kombinierbarkeit*. Verschiedene separat unter idealisierten Verhältnisse gewonnene Kennwerte können, sofern sie hinreichend gute Approximationen darstellen, so miteinander kombiniert werden, daß die neue, kombinierte mathematisch-symbolische Repräsentation die repräsentierten Verhältnisse ebenfalls hinreichend gut approximiert. Extrapolation und Voraussagbarkeit sind dann gegeben. Nun handelt es sich bei Faserverbundwerkstoffen um stofflich mehrphasige und, wie gezeigt wurde, extrem komplexe Werkstoffe. Schon einfache Zusammenhänge können mitnichten als lineare Kausalrelationen abgebildet werden. Die Kombinatorik der Abweichungen stellt die *Kombinierbarkeit* der ›Kennwerte‹ in Frage. Extrapolation auf reale Geometrien ist fast nie gegeben. Das komplexen Systemen innewohnende Prinzip der *nichtlinearen Kausalität* (Davies, 1988) setzt fundamentale Prinzipien der zeitgenössischen Naturwissenschaft, wie das der Vorhersagbarkeit, außer Kraft.

Was ist *Komplexität* und warum sind komplexe Systeme in ihrem Verhalten nicht vorhersagbar? An dieser Stelle sollen kurz einige Aspekte der Komplexitätstheorie³⁰ referiert werden, um aus dieser Perspektive die in dieser Arbeit behandelte Problematik noch einmal Revue passieren zu lassen.

²⁹ Ob dies für Polymere ›an sich‹ noch zutrifft, sei bezweifelt.

³⁰ Ähnliche Bezeichnungen sind *Chaostheorie* (Davies, 1988), *Selbstorganisationstheorie* (Jantsch, 1979), *Synergetik* (Haken, 1977) u.a.m.

Zunächst ist es aus klassischer naturwissenschaftlicher Sicht unverständlich, warum Komplexität mit Nichtvorhersagbarkeit einhergehen soll, ist doch die Gesamteigenschaft aus der Kombination der konstitutiven Einzeleigenschaften ableitbar, sofern die Kausalrelation, also die Art der Kombination bekannt ist. Klassische Naturwissenschaft strebt geradezu an, durch analytische Zerlegung eines Phänomens in seine konstitutiven Bestandteile und Aufklärung ihrer kausalen Zusammenhänge die Erklärung des Phänomens zu synthetisieren. Wenn nun behauptet wird, Komplexität sei dabei nicht mehr nur als Problem der *Quantität* faßbar - etwa als Anzahl der Bestandteile, Parameter, Kausalrelation etc., die das Phänomen erklären -, sondern als eine Frage der *Qualität*, die erreicht wird, sobald eine bestimmte quantitative Schranke überschritten wird, so ist damit das klassische naturwissenschaftliche Paradigma in seiner Universalität in Frage gestellt. Dieser Umschlag von Quantität in Qualität sei an einem einfachen - wohlbekannten - Beispiel demonstriert (vgl. z.B. Haken, 1981, Hess und Markus, 1987, Davies, 1988). *Logistische Rekursionsgleichungen* werden verwendet, um Prozesse darzustellen, deren einzelne Prozeßschritte (übertragen: Zustände) von den jeweils vorherigen Schritten (Zuständen) abhängen:

$$x_{n+1} = rx_n(1-x_n) . \quad (82)$$

Die durch die Rekursionsvorschrift generierbare Zahlenfolge läßt sich grafisch als Pendelschritt zwischen der durch (82) beschriebenen umgedrehten Parabel und der Geraden aus der Ersetzung von x_n durch x_{n+1} (nächster Rekursionsschritt) veranschaulichen. Vom Parameter r hängt der Verlauf der *determi-*

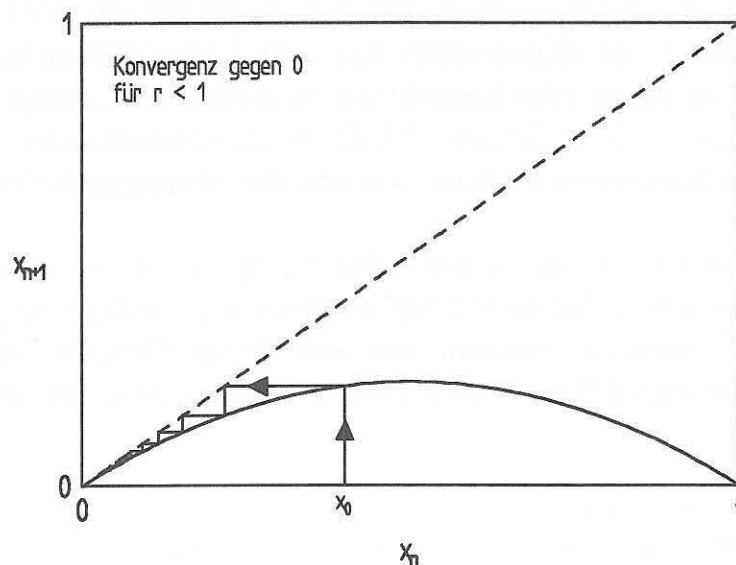


Abb. 35: Konvergenz der mittels der logistischen Rekursionsgleichung erzeugten Zahlenfolge für $r < 1$.

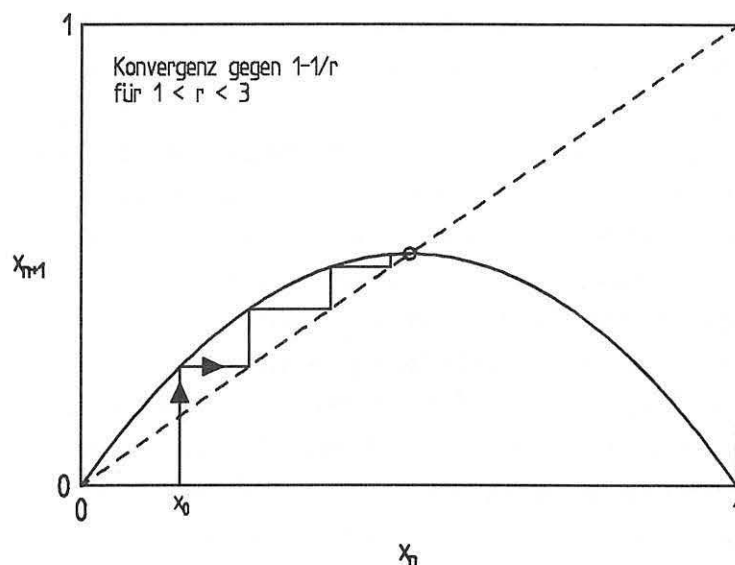


Abb. 36: Konvergenz der mittels der logistischen Rekursionsgleichung erzeugten Zahlenfolge für $1 < r < 3$.

nistischen Zahlenfolge ab. Für $r < 1$ kommt der Prozeß zum Erliegen, die Folge konvergiert - unabhängig vom Startwert - gegen Null (Abb. 35); für $1 < r < 3$ konvergiert die Folge gegen $1 - r^{-1}$ (Abb. 36); für r größer als 3 stellt sich nach einigen Iterationen eine Oszillation zwischen *zwei* Werten ein (Abb. 37); wird r weiter erhöht, so kommt es ab $r > 1 + 6^{1/2}$ zu einer plötzlichen Verdopplung der Periode auf *vier* Werte, zwischen denen die Zahlenfolge pendelt; die Periodenverdopplung setzt sich bei Erhöhung von r weiter fort, bis ein kritischer Wert

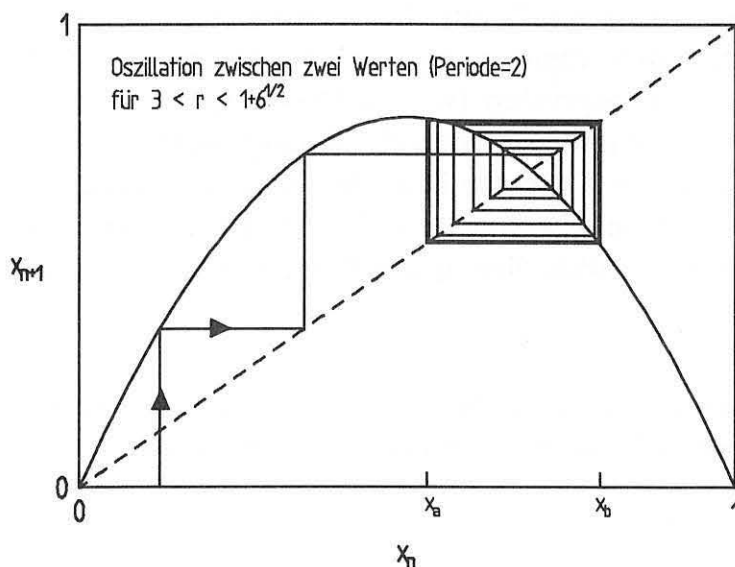


Abb. 37: Oszillation der mittels der logistischen Rekursionsgleichung erzeugten Zahlenfolge für $3 < r < 1 + \sqrt{6}$.

von ungefähr 3,57 erreicht wird, ab dem nun die Zahlenfolge zwischen abgegrenzten Bereichen ("Bändern") hin und her springt; bei weiterer Erhöhung von r rücken die Bänder zusammen bis schließlich bei $r=4$ das gesamte Kontinuum zwischen 0 und 1 in chaotischer, d.h. zufälliger Weise von der Zahlenfolge durchlaufen wird. Auf den ersten Blick scheint die Bezeichnung des hier Demonstrierten als *deterministisches Chaos*, einen Widerspruch darzustellen. Wie kann etwas Berechnetes chaotisch, nicht mehr vorhersagbar sein? Folgende Überlegung plausibilisiert den Zusammenhang zwischen Determinismus und Nichtvorhersagbarkeit: Zwischen zwei beliebig dicht zusammen liegenden Ausgangswerten, die bei $r=4$ nach n Schritten ($n \gg 1$) im Kontinuum zwischen 0 und 1 landen, liegen unendlich viele andere Werte, die wiederum nach eben diesen n Schritten im gesamten Kontinuum zwischen 0 und 1 enden. Wie klein der Abstand zwischen zwei Ausgangswerten auch gewählt wird, die dazwischen liegenden Ausgangswerte werden in ungeordneter Weise auch außerhalb der beiden Endwerte liegen. Die Konsequenz ist, daß erst bei unendlicher Genauigkeit der Endwert vorhersagbar wäre, was bei der tatsächlichen Simulation implizit angenommen ist. Wird die Genauigkeit begrenzt, und dies ist bei realen Meßwerten immer der Fall, so ist der Endwert nicht mehr vorhersagbar. Was hier am Beispiel diskreter logistischer Rekursionsgleichungen demonstriert wurde, läßt sich für reale kontinuierliche zeitabhängige Systeme, die durch Differentialgleichungen beschrieben werden können, ebenfalls zeigen. Entgegen der gängigen Auffassung der mathematischen Komplexitätstheorie³¹ wird hier Komplexität als makroskopisch beobachtbarer Qualitätssprung im Verhalten (je nach interessierender Bezugsdimension) dynamischer Systeme gefaßt. Ein komplexes System besitzt zumeist viele Freiheitsgrade, ist gegenüber seiner Umgebung offen³², und die Natur der interessierenden Phänomene ist in der Regel *nichtlinear*. Ein komplexes System ist demnach nicht bloß als Sammlung einfacher Systeme zu begreifen (wie in (58) ausgedrückt) und ist vor allem - und das ist das erkenntnistheoretisch ›Unangenehme‹ - nicht auflösbar in Teilprobleme, ohne die Charakteristik des Systems aufzulösen. Während hier der klassische reduktionistisch-analytische Ansatz aus prinzipiellen Gründen an eine Erkenntnisgrenze stößt, liegen die Probleme des vermeintlich alternativen

³¹ Der Computer als universelle Referenz hat sich auch bei der Komplexitätsdefinition durchgesetzt. Danach ist Komplexität der minimale algorithmische Aufwand, der zur Berechnung einer als Binärfolge kodierte Sequenz auf einer Turing-Maschine (einem abstrakten Universalrechner) nötig ist.

³² Das ›System‹ ist bloß ein erkenntnistheoretisches Konstrukt, es ist eine künstliche Trennung eines Untersuchungsgegenstandes von seiner Umgebung, der real in dieser eingebettet und mit ihr durch Energie- und Entropie-Import/Export verbunden ist.

Ansatzes einer holistischen (>ganzheitlichen<) Betrachtung in der selten zu realisierenden Operationalisierbarkeit und Verallgemeinerbarkeit der Erkenntnisse.

Was läßt sich mit diesen neuen Kriterien über den in dieser Arbeit behandelten Sachverhalt der Mikromechanik und -dynamik von Faserverbundwerkstoffen sagen? Im kritischen Kontext geht es um die Zerstörung der physikalischen Integrität des Werkstoffes. Eine solche Zerstörung ist kein singuläres Ereignis, sondern ein Prozeß innerhalb eines endlichen - wenn auch zumeist sehr kurzen - Zeitraumes. Die Nichtlinearität der Matrix, gerade im kritischen Bereich, ist evident. Es spricht einiges dafür, daß Bruchprozesse in realen Verbundwerkstoffen als von Randbedingungen extrem abhängige, chaotische Prozesse aufgefaßt werden müssen. Empirische Evidenz dafür liefern Langford et al. (1989), Mecholsky et al. (1989), Dickinson (1990) und Zhenyi et al. (1991), die die fraktale Dimension³³ von Bruchoberflächen in Verbunden und ihre Korrelation mit der Bruchzähigkeit zeigen konnten. Im subkritischen Kontext lassen sich ähnliche Überlegungen anstellen. Wenn bei den in dieser Arbeit vorgestellten dynamisch-mechanischen Analysen beispielsweise von einem nichtlinearen Dämpfungsverhalten der Matrix ausgegangen wird, läßt sich bei bestimmten Belastungsbedingungen chaotisches Spannungs-Dehnungsverhalten provozieren (Davies, 1988, veranschaulicht dies an einem angetriebenen Pendel mit kubischem Dämpfungsverhalten). Diese Möglichkeiten und Folgen chaotischen Verhaltens waren nicht der Untersuchungsgegenstand dieser Arbeit. Sie als Kritik der klassischen Methode am Schluß zu skizzieren, soll noch einmal die Bedeutung des im Einleitungsteil des zweiten Kapitels formulierten erkenntnistheoretischen Apriori, daß die Kategorien den forschenden Zugriff auf den Gegenstand strukturieren, betonen. Andere Kategorien und Theorien bedeuten andere Sichten. Die jeweilige Begrenztheit der aktuell für gültig gehaltenen Theorien kann nur so immer bewußt bleiben.

³³ Eine fraktale Dimension, also eine Dimension *zwischen* den bekannten Dimensionen 0, 1, 2, 3 ... ist mit einem chaotischen Prozeß verbunden; dies kann hier nicht weiter ausgeführt werden.

Anhang 1

Die Ableitung der Shear-Lag-Theorie von Cox (1952) vollzog Piggott (1980) auf Basis der Annahme der invers-linearen radialen Schubspannungsabhängigkeit (12) $\tau_m = \tau_i \cdot r_f / r$, die aus der ausschließlichen Betrachtung der faseraxialen Spannungen bezüglich der z -Koordinate, also der Vernachlässigung der radialen und Umfangsspannungen, resultiert (vgl. dazu auch Abb. 3). Im Falle eines linear-elastischen Materialverhaltens läßt sich das Hooke'sche Gesetz auch für den Fall der Scherbelastung formulieren:

$$\tau_m = G_m \delta = G_m \frac{du}{dr}, \quad (83)$$

wobei $\delta = du/dr$ die Scherdehnung bezeichnet, die sich mit (12) auch schreiben läßt zu

$$\frac{du}{dr} = \frac{\tau_i r_f}{G_m r}. \quad (84)$$

Wird (84) integriert

$$\int_{u_f}^{u_m} du = \frac{\tau_i r_f}{G_m} \int_{r_f}^{r_m} \frac{dr}{r}, \quad (85)$$

so ergibt sich

$$u_m - u_f = \frac{\tau_i r_f}{G_m} \ln(r_m / r_f) \quad (86)$$

bzw.

$$\tau_i = \frac{G_m (u_m - u_f)}{r_f \ln(r_m / r_f)}. \quad (87)$$

Wird τ_i in (87) mit Hilfe der Spannungsbalance (9) $d\sigma_f/dz = 2\tau_i/r_f$ substituiert, so resultiert

$$\frac{d\sigma_f}{dz} = \frac{2 G_m (u_m - u_f)}{r_f^2 \ln(r_m / r_f)}. \quad (88)$$

Die Faserverschiebung u_f kann aus

$$\frac{du_f}{dz} = \varepsilon_f = \sigma_f/E_f \quad (89)$$

und die Matrixverschiebung bei $r=r_m$ aus

$$\frac{du_m}{dz} = \varepsilon_m = \varepsilon, \quad (90)$$

bestimmt werden, wobei ε die aufgebrachte Matrixdehnung ist (vgl. Abb. 3). Nun kann (88) nach z differenziert werden, so daß mit (89) und (90) resultiert

$$\frac{d^2\sigma_f}{dz^2} = \frac{-2G_m(\varepsilon - \sigma_f/E_f)}{r_f^2 \ln(r_m/r_f)} = \frac{-2G_m(E_f\varepsilon - \sigma_f)}{r_f^2 E_f \ln(r_m/r_f)}. \quad (91)$$

Wird nun der Cox'sche Parameter (7)

$$\alpha = \sqrt{\frac{H}{\pi r_f^2 E_f}} = \sqrt{\frac{2G_m}{r_f^2 E_f \ln(r_m/r_f)}}$$

ausgeklammert, so kann (91) geschrieben werden als

$$\frac{d^2\sigma_f}{dz^2} = \alpha^2(\sigma_f - E_f\varepsilon). \quad (93)$$

Diese hat die schon vom Cox'schen Ansatz bekannte Lösung (6), die unter der Randbedingung der Spannungsfreiheit an den Faserenden schließlich auch die gleiche Lösung (8) für die axiale Faserverspannung ergibt (vgl. Kap. 2.1.).

Anhang 2

Die Liste der Shear-Lag-Theorien umfaßt zwei Modellierungstypen: eine mit Matrixbelastung und eine mit Faserbelastung. Unterschiede treten ferner in der Lage des gewählten Koordinatensystems auf.

I. Matrixbelastung

Cox (1952)

Axiale Faserspannung mit $\sigma_f=0$ für $z=0$ und $z=l_e$:

$$\sigma_f = E_f \varepsilon \left(1 - \frac{\cosh \alpha (l_e/2 - z)}{\cosh \alpha l_e/2} \right) \quad (94)$$

mit E_f =axialer Fasermodul, ε =Dehnung und

$$\alpha = \sqrt{\frac{H}{\pi r_f^2 E_f}} \quad \text{mit} \quad H = \frac{2\pi G_m}{\ln(r_m/r_f)} . \quad (95)$$

Grenzflächenschubspannung:

$$\tau_i = -\frac{1}{2} E_f r_f \varepsilon \alpha \frac{\sinh \alpha (l_e/2 - z)}{\cosh \alpha l_e/2} . \quad (96)$$

Analoge Versionen von *Amirbayat und Hearle (1969a+b, 1970)*, *Piggott (1978, 1980)*, *Gibson et al. (1982)*, *Galiotis et al. (1984)*, *Sun et al. (1985)*, *Petermann und Rieck (1987)*, *Jahankhani und Galiotis (1988, 1991)*, *Asloun et al. (1989b)*, *Eitan und Wagner (1990)*, *Favre et al. (1991)*.

Wells und Beaumont (1985)

Approximation der Shear-Lag-Funktion für die axiale Faserspannung mit einem Exponentialansatz (ohne differenzierte Erläuterung):

$$\sigma_f = \sigma_p (1 - \sigma^{-\alpha z}), \quad \sigma_p = \frac{(\varepsilon_m - \varepsilon_f) E_f}{\nu_f}, \quad \alpha = \frac{2\mu \nu_f E_m}{E_f r_f (1 + \nu_m)}, \quad (97)$$

wobei ν die Querkontraktionszahl der Faser bzw. der Matrix angibt.

Whitney und Drzal (1987)

Axiale Faserspannung für Fragmentation-Modell, wobei die Faser als transvers-isotrop angenommen wird:

$$\sigma_f = \alpha \varepsilon (1 - (4,75z/l_c + 1)e^{-4,75z/l_c}), \quad \tau_i = 4,75\alpha\beta\varepsilon z/l_c e^{-4,75z/l_c},$$

$$\alpha = E_{af} \left(1 - \frac{\varepsilon_{af}}{\varepsilon} \right) + \frac{4K_f G_m \nu_{af}}{K_f + G_m} \left(\nu_{af} - \nu_m + \frac{(1 + \nu_m)\varepsilon_m - \varepsilon_{tf} - \nu_{af}\varepsilon_{af}}{\varepsilon} \right), \quad (98)$$

$$\text{mit } K_f = \frac{E_m}{2(2 - E_{tf}/2G_i - 2\nu_{tf}E_{tf}/E_{af})}, \quad \beta = \sqrt{\frac{G_m}{E_{af} - 4\nu_{af}G_m}},$$

wobei ν die Querkontraktionszahl der Faser bzw. der Matrix angibt und die Indizes a bzw. t die axiale bzw. transversale Richtung anzeigen. Die kritische Länge l_c wurde so definiert, daß sie 95% der Fernfeldspannung abdeckt:

$$\sigma_f(l_c) = 0,95\alpha\varepsilon. \quad (99)$$

II. FaserbelastungGreszczuk (1969)

Axiale Faserspannung mit $\sigma_f=0$ am Faserende ($z=l_e$) und $\tau_i=\tau_{\max}$ am Fasereintritt ($z=0$):

$$\sigma_f = \sigma(\tanh\alpha l_e - \cosh\alpha z), \quad \alpha = \sqrt{\frac{2G_m}{E_f r_f r_m}}. \quad (100)$$

Grenzflächenschubspannung:

$$\tau_i = \frac{\sigma r_f}{2}(\sinh\alpha z - \coth\alpha l_e \cosh\alpha z). \quad (101)$$

Analoge Versionen von Gray (1984) und Pitkethly und Doble (1990).

Lawrence (1972)

Axiale Faserspannung mit $\sigma_f=0$ am Faserende ($z=0$) und $\tau_i=\tau_{\max}$ am Fasereintritt ($z=l_e$):

$$\sigma_f = \sigma \frac{\sinh \alpha z}{\sinh \alpha l_e / 2}, \quad \alpha = \sqrt{\frac{H}{A_f E_f}} . \quad (102)$$

Grenzflächenschubspannung:

$$\tau_i = \tau_{\max} \frac{\cosh \alpha z}{\sinh \alpha l_e / 2}, \quad \tau_{\max} = \frac{H E_f}{2 \pi r_f \sigma_f \alpha} . \quad (103)$$

mit τ_{\max} =Scherfestigkeit des Interfaces=konstant.

Takaku und Arridge (1973)

Axiale Faserspannung mit $\sigma_f=0$ am Faserende ($z=0$) und $\tau_i=\tau_{\max}$ am Fasereintritt ($z=l_e$):

$$\sigma_f = \frac{2 \tau_{\max}}{r_f \alpha} \frac{\sinh \alpha z}{\cosh \alpha l_e}, \quad \alpha = \sqrt{\frac{2H}{r_f E_f}} . \quad (104)$$

Grenzflächenschubspannung:

$$\tau_i = \tau_{\max} \frac{\cosh \alpha z}{\cosh \alpha l_e} . \quad (105)$$

mit τ_{\max} =Scherfestigkeit des Interfaces=konstant.

Chua und Piggott (1985), Piggott und Dai (1988)

Axiale Faserspannung für den Einzelfaserauszug:

$$\sigma_f = \sigma \frac{\sinh(\alpha(l_e - x)/r_f)}{\sinh(\alpha l_e / r_f)} \approx \sigma e^{-\alpha x / r_f} \quad \text{für} \quad \frac{\alpha l_e}{r_f} > \ln 10 . \quad (106)$$

Grenzflächenschubspannung:

$$\tau_i = \sigma \alpha \frac{\cosh(\alpha(l_e - x)/r_f)}{2 \sinh(\alpha l_e / r_f)}, \quad \alpha = \sqrt{\frac{E_m}{E_f(1 + \nu_m) \ln(r_m / r_f)}}. \quad (107)$$

Bartoš (1980)

Axiale Faserspannung für Einzelfaserauszug mit $\sigma_f=0$ am Faserende ($z=0$) und $\tau_i=\tau_{\max}$ am Fasereintritt ($z=l_e$):

$$\sigma_f = \frac{q_{\max} \sinh \alpha z_e}{\alpha \cosh \alpha z_e}, \quad \alpha = \sqrt{\frac{A_f E_f + A_m E_m}{A_f E_f \cdot A_m E_m}}, \quad (108)$$

mit q_{\max} =Fließgrenze des Interface=konstant.

Hsueh (1988a, 1990a)

Axiale Faserspannung für Einzelfaserauszug mit $\sigma_f=\sigma_{f0}$ am Faserende ($z=0$) und $\sigma_f=\sigma$ am Fasereintritt ($z=l_e$):

$$\sigma_f = \sigma \frac{1 + \left(\frac{r_m^2}{r_f^2} - 1 \right) \frac{\sinh \alpha z}{\sinh \alpha l_e} \frac{E_m}{E_f}}{1 + \left(\frac{r_m^2}{r_f^2} - 1 \right) \frac{E_m}{E_f}}, \quad \alpha = \sqrt{\frac{1 + \left(\frac{r_m^2}{r_f^2} - 1 \right) \frac{E_m}{E_f}}{(1 + \nu_m) \left(r_m^2 \ln \frac{r_m}{r_f} - \frac{r_m^2 - r_f^2}{2} \right)}}. \quad (109)$$

Grenzflächenschubspannung:

$$\tau_i = \sigma \left(-\frac{a}{2} \right) \left(\frac{r_m^2}{r_f^2} - 1 \right) \frac{E_m}{E_f} \sqrt{(1 - \nu_m) \left(1 + \left(\frac{r_m^2}{r_f^2} - 1 \right) \frac{E_m}{E_f} \right) \left(r_m^2 \ln \frac{r_m}{r_f} - \frac{r_m^2 - r_f^2}{2} \right) \frac{\cosh \alpha z}{\sinh \alpha l_e}}. \quad (110)$$

mit $\sigma_{f0} = \sigma / (1 + (r_m^2/r_f^2 - 1)E_m/E_f)$ für die Spannungsübertragung am Faserende. Ähnliche Modelle wurden von *Hsueh und Lu (1989)* für Faser-Schichte-Systeme, von *Hsueh (1990b)* für Pull-out- und Strip-Off-Konfigurationen (nicht dargestellt), von *Hsueh (1988b)* für Schichten in Keramikverbunden sowie von *Hsueh (1991a-d)* für verschiedene Konfigurationen entwickelt. Analoge Version dieser Shear-Lag-Ableitung wurden auch von *Karbhari und Wilkins (1991)* vorgestellt.

Leung und Li (1990a+b)

Axiale Faserspannung für Einzelfaserverbund mit $\sigma_f=0$ am Faserende ($z=0$) und am Fasereintritt ($z=l_e$):

$$\sigma_f = \alpha \sigma \left(1 - \cosh \frac{\beta z}{r_f} - \left(1 - \cosh \frac{\beta l_e}{r_f} \right) \frac{\sinh \beta z / r_f}{\sinh \beta l_e / r_f} \right). \quad (111)$$

Grenzflächenschubspannung:

$$\tau_i = \alpha \sigma \frac{\beta}{2} \left(\sinh \frac{\beta z}{r_f} + \left(1 - \cosh \frac{\beta l_e}{r_f} \right) \frac{\cosh \beta z / r_f}{\sinh \beta l_e / r_f} \right) \quad (112)$$

mit

$$\alpha = \frac{\nu_f E_f}{\nu_f E_f + \nu_m E_m}, \quad \beta = \sqrt{\frac{2G_m(\nu_f E_f + \nu_m E_m)}{\nu_m E_m E_f \log \frac{r_m}{r_f}}}. \quad (113)$$

Yue und Cheung (1992a+b)

Axiale Faserspannung für Einzelfaserauszug mit $\sigma_f=0$ am Faserende ($z=0$) und $\sigma_f=\sigma$ am Fasereintritt ($z=l_e$):

$$\sigma_f = \sigma \left[1 - \left(\psi + (1-\psi)e^{-\alpha z} - \frac{[\psi + (1-\psi)e^{-\alpha l_e}] \sinh \alpha z}{\sinh \alpha l_e} \right) \right]. \quad (114)$$

Grenzflächenschubspannung:

$$\tau_i = \frac{\sigma r_f}{2} \left\{ \alpha (1-\psi)e^{-\alpha z} + [\psi + (1-\psi)e^{-\alpha l_e}] \frac{\alpha \cosh \alpha z}{\sinh \alpha l_e} \right\} \quad (115)$$

mit

$$\alpha = \sqrt{\frac{2G_m}{\left[\frac{r_m}{r_m - r_f} \ln \left(\frac{r_m}{r_f} - 1 \right) \right] (r_m^2 - r_f^2)}}, \quad \psi = \frac{E_m (r_m^2 - r_f^2)}{E_m (r_m^2 - r_f^2) + E_f r_f^2}. \quad (116)$$

Anhang 3

Behauptung: Die Bedingung der Tangentenkontinuität $[dE_i(r)/dr]_{r=r_i}=0$ schließt Modulwerte der Interphase $E_i(r) < E_m$ für beliebige η_1 und η_2 für Faserverbundwerkstoffe aus.

Beweis: Der Modul der Interphase $E_i(r)$ ist definiert als (vgl. Kap. 2.3):

$$E_i(r) = E_m + E_f \left(\frac{r_f}{r} \right)^{\eta_1} - E_m \left(\frac{r_f}{r} \right)^{\eta_2} = E_m + E_f r_f^{\eta_1} r^{-\eta_1} - E_m r_f^{\eta_2} r^{-\eta_2}. \quad (117)$$

Differentiation von (117) ergibt:

$$E_i(r)' = -E_f r_f^{\eta_1} \eta_1 r^{-(\eta_1+1)} + E_m r_f^{\eta_2} \eta_2 r^{-(\eta_2+1)}. \quad (118)$$

Um die Extrema zu bestimmen, wird $[dE_i(r)/dr]=0$ gesetzt. Nach Umformung erhält man:

$$r^{\eta_2-\eta_1} = \frac{a r_f^{\eta_2-\eta_1}}{\alpha} \quad \text{mit} \quad a = \frac{\eta_2}{\eta_1}, \quad \alpha = \frac{E_f}{E_m}. \quad (119)$$

Logarithmieren und substituieren mit $\beta=a/\alpha$ und $A=\eta_1-\eta_2$ ergibt für (119):

$$-A \log(r) = \log(\beta r_f^{-A}). \quad (120)$$

Mit $\psi = -\log(\beta r_f^{-A})/A$ und der Annahme der Basis x des Logarithmus wird die endgültige Form erreicht:

$$r = x^\psi. \quad (121)$$

(117) hat demnach in Abhängigkeit von η_1 und η_2 bei gegebenen Werten für E_f , E_m und r_f ein Minimum an der Stelle $r=x^\psi$. Die Bedingung der Tangentenkontinuität fordert ein Extremum an der Stelle $r=r_i$, womit weitere Extrema, mithin weitere Minima für $r \neq r_i$ ausgeschlossen sind, q.e.d.

Anhang 4

Theocaris et al. behaupten, daß die Bedingung der Identität von Matrix- und Interphasenmodul an der Grenze zwischen Interphase und Matrix $E_i(r_i)=E_m$ die Existenz von Minima $E_i < E_m$ für $r < r_i$ bei der Drei-Terme-Modell-Funktion (38) ausschließe. Zum Beweis wird (38) bezüglich r differenziert und Null gesetzt (ursprünglich auch bei Papanicolaou et al., 1980). Die Auflösung ergibt für die Lage r_{\min} des Modulminimums E_{\min} :

$$r_{\min} = r_f \left(\frac{E_f \eta_1}{E_m \eta_2} \right)^{\frac{1}{\eta_1 - \eta_2}} \quad (122)$$

Die aus der Bedingung $E_i(r_i)=E_m$ abgeleitete Relation (41) kann umgeformt werden zu

$$\frac{E_f}{E_m} = \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_1 - \eta_2}, \quad (123)$$

was mit (122)

$$\frac{r_{\min}}{r_i} = \left(\frac{\eta_1}{\eta_2} \right)^{\frac{1}{\eta_1 - \eta_2}} \quad (124)$$

ergibt. Für Faserverbundwerkstoffe gilt immer $\eta_1 > \eta_2$, d. h. r_{\min} liegt immer jenseits der Interphasengrenze r_i . Die Ableitung ist korrekt, die Voraussetzung ist jedoch falsch. Hier wurde mit zwei *unterschiedlichen* Modellen gerechnet, einmal dem ursprünglichem Drei-Terme-Modell (38) und zum anderen mit einem Gleichungssystem aus (38) *plus* der Relation $E_i(r_i)=E_m$. Korrekt ist eine Rechnung, die das modifizierte Drei-Terme-Modell (44), das die Bedingung $E_i(r_i)=E_m$ erfüllt, verwendet. Die nötige Algebra sei hier ausgespart (sie ist aufwendiger als für das ›pure‹ Drei-Terme-Modell), das mehrdeutige Ergebnis

$$\frac{r_{\min}}{r_i} = \left(\frac{-r_i \eta_1 + r_{\min} \eta_1 - r_{\min}}{-r_i \eta_2 + r_{\min} \eta_2 - r_{\min}} \right)^{\frac{1}{\eta_1 - \eta_2}} \quad (125)$$

kann wie folgt abgeschätzt werden: Für $r_{\min}/r_i=1$ liefert (125)

$$-r_i\eta_1+r_{\min}\eta_1 = -r_i\eta_2+r_{\min}\eta_2 \quad (126)$$

bzw. $\eta_1=\eta_2$, da $r_{\min}=r_i$. Für $r_{\min}/r_i<1$ liefert (125)

$$-r_i\eta_1+r_{\min}\eta_1 < -r_i\eta_2+r_{\min}\eta_2 \quad (127)$$

bzw.

$$r_i\eta_1-r_{\min}\eta_1 < r_i\eta_2-r_{\min}\eta_2 \quad (128)$$

oder $\eta_1>\eta_2$, da die Gleichung symmetrisch ist. Für alle $\eta_1>\eta_2$ hat das modifizierte Drei-Terme-Modell, auf das sich Theocaris et al. in ihrem Beweis beziehen, Minima mit $r_{\min}<r_i$. Für $r_{\min}=r_i$ ist $E_i(r_i)=E_m$, q.e.d.

Anhang 5

Die Mischungsregel des Blockmodells aus Kap. 3.5. (Abb. 16) ist eine Kombination aus Parallel- und Reihenschaltung:

$$E_c = E_f v_f + E_{im}(1-v_f) , \quad (129)$$

wobei E_{im} der Modul der Reihe aus Interphase und Matrix ist. Die Reihenschaltung von Interphase und Matrix ergibt

$$E_{im} = \left(\frac{v_i}{E_i} + \frac{v_m}{E_m} \right)^{-1} \quad (130)$$

Der mittlere Modul der Interphase E_i^a unter Zugrundelegung des in Kapitel 3.5. entwickelten Modells (73) berechnet sich aus

$$E_i^a = \frac{1}{\Delta r} \int_{r_f}^{r_i} E_i(r) dr = \frac{1}{\Delta r} \int_{r_f}^{r_i} \left\{ E_m + E_m \left(\frac{r_i - r}{r_i - r_f} \right) \left[\left(\frac{r_f}{r} \right)^{n_1} - \left(\frac{r_f}{r} \right)^{n_2} \right] \right\} dr, \quad (131)$$

wobei $\Delta r = r_i - r_f$ ist. Zur Durchführung der partiellen Integration wird (131) zu

$$E_i^a = E_m + \frac{1}{\Delta r} \int_{r_f}^{r_i} uv' dr = E_m + uv - \frac{1}{\Delta r} \int_{r_f}^{r_i} u'v dr \quad (132)$$

gesetzt, wobei u und v' die korrespondierenden Produktterme aus (131) sind. Die Differentiation von u ergibt

$$u' = \left(\frac{E_m r_i}{r_i - r_f} - \frac{E_m r}{r_i - r_f} \right) = - \frac{E_m}{r_i - r_f} \quad (133)$$

und die Integration von v'

$$\begin{aligned}
 v &= \int_{r_f}^{r_i} v' dr = \int_{r_f}^{r_i} r_f^{\eta_1} r^{-\eta_1} dr - \int_{r_f}^{r_i} r_f^{\eta_2} r^{-\eta_2} dr \\
 &= \frac{r_f^{\eta_1}}{-\eta_1+1} \left(r_i^{-\eta_1+1} - r_f^{-\eta_1+1} \right) - \frac{r_f^{\eta_2}}{-\eta_2+1} \left(r_i^{-\eta_2+1} - r_f^{-\eta_2+1} \right).
 \end{aligned} \tag{134}$$

Die Integration von v wiederum liefert

$$\int_{r_f}^{r_i} v dr = \left[\frac{r_f}{(1-\eta_1)(2-\eta_1)} r^{2-\eta_1} - \frac{r_f}{(1-\eta_2)(2-\eta_2)} r^{2-\eta_2} \right]_{r_f}^{r_i}. \tag{135}$$

Damit kann nun das Integral für den mittleren Modul der Interphase aufgeschrieben werden:

$$\begin{aligned}
 E_i^a &= E_m + \frac{1}{\Delta r} \left\{ -E_m \left(\frac{r_f^{\eta_1}}{1-\eta_1} r_f^{1-\eta_1} - \frac{r_f^{\eta_2}}{1-\eta_2} r_f^{1-\eta_2} \right) \right. \\
 &\quad + \frac{E_m}{r_i - r_f} \left[\left(\frac{r_f}{(1-\eta_1)(2-\eta_1)} r_i^{2-\eta_1} - \frac{r_f}{(1-\eta_2)(2-\eta_2)} r_i^{2-\eta_2} \right) \right. \\
 &\quad \left. \left. - \left(\frac{r_f}{(1-\eta_1)(2-\eta_1)} r_f^{2-\eta_1} - \frac{r_f}{(1-\eta_2)(2-\eta_2)} r_f^{2-\eta_2} \right) \right] \right\}
 \end{aligned} \tag{136}$$

bzw. nach einigen Vereinfachungen als

$$\begin{aligned}
 E_i^a = E_m - \frac{1}{\Delta r} & \left\{ E_m \left(\frac{r_f}{1-\eta_1} - \frac{r_f}{1-\eta_2} \right) \right. \\
 & - \frac{E_m}{\Delta r} \left[\frac{r_i^2}{(1-\eta_1)(2-\eta_1)} r_i^{2-\eta_1} \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_1} - \frac{r_i^2}{(1-\eta_2)(2-\eta_2)} r_i^{2-\eta_2} \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_2} \right] \\
 & \left. + \frac{E_m}{\Delta r} \left(\frac{r_f^2}{(1-\eta_1)(2-\eta_1)} - \frac{r_f^2}{(1-\eta_2)(2-\eta_2)} \right) \right\}. \quad (137)
 \end{aligned}$$

Einige Substitutionen erleichtern den Überblick. Mit

$$\Phi = 1 - \frac{1}{\Delta r^2} \left[r_i \Delta r (\zeta_1 - \zeta_2) - r_i^2 (\xi_1 \rho_1 - \xi_2 \rho_2) + r_f^2 (\xi_1 - \xi_2) \right], \quad (138)$$

wobei

$$\zeta_i = \frac{1}{1-\eta_i}, \quad \xi_i = \frac{\zeta_i}{2-\eta_i}, \quad \rho_i = \left(\frac{r_f}{r_i} \right)^{\eta_i}, \quad i \in [1, 2], \quad (139)$$

ist, lassen sich (137) bzw. (131) schreiben als

$$E_i^a = E_m \Phi. \quad (140)$$

Die Mischungsregel (129) unter Verwendung des Mittelwerts des Moduls der Interphase ergibt schließlich

$$E_c = E_f v_f + E_m \frac{\Phi(1-v_f)}{v_i + \Phi v_m}. \quad (141)$$

Literatur

Aksoy, A. & Carlsson, L. A. (1992), Interlaminar shear fracture of interleaved graphite/epoxy composites, *Comp. Sci. Techn.*, **43**, 55-69.

Allara, D. L., Fowkes, F. M., Noolandi, J., Rubloff, G. W. & Tirrell, M. V. (1986), Bonding and Adhesion of Polymer Interfaces, *Mat. Sci. Engn.*, **83**, 213-226.

Amirbayat, J. & Hearle, J. W. S. (1969a), Properties of Unit Composites as Determined by the Properties of the Interface. Part I: Mechanism of Matrix-Fibre Load Transfer, *Fib. Sci. Techn.*, **2**, 123-141.

Amirbayat, J. & Hearle, J. W. S. (1969b), Properties of Unit Composites as Determined by the Properties of the Interface. Part II: Effect of Fibre Length and Slippage on the Modulus of Unit Composites, *Fib. Sci. Techn.*, **2**, 143-153.

Amirbayat, J. & Hearle, J. W. S. (1970), Properties of Unit Composites as Determined by the Properties of the Interface. Part III: Experimental Study of Unit Composites without a Perfect Bond between the Phases, *Fib. Sci. Techn.*, **2**, 223-239.

Anderson, C. H. & Dartman, T. (1991), Wetting and Adhesion of Some Thermoplastic Materials to Fibres, *Proc. IPCM'91, Leuven, Belgien*, 61-64.

Asloun, E. M., Nardin, M. & Schultz, J. (1989a), Stress transfer in single-fibre composites: effect of adhesion, elastic modulus of fibre and matrix, and polymer chain mobility, *J. Mat. Sci.*, **24**, 1835-1844.

Asloun, E. M., Donnet, J. B., Guilpain, G., Nardin, M. & Schultz, J. (1989b), On the estimation of the tensile strength of carbon fibres at short lengths, *J. Mat. Sci.*, **24**, 3504-3510.

Atkinson, C., Avila, J., Betz, E. & Smelser, R. E. (1982), The Rod Pull Out Problem, Theory and Experiment, *J. Mech. Phys. Solids*, **30**, 97-120.

Auer, C. (1991), Kristallisationskinetische Untersuchungen an reinem und faserverstärktem Polyphenylsulfid, Diplomarbeit, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe / Fachgruppe Polymerphysik, Technische Universität Berlin.

Auersch, W. (1992), Untersuchungen zu Struktur und mechanischen Eigenschaften der Grenzschicht Kohlenstofffaser/Polyphenylsulfid, Diplomarbeit, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe / Fachgruppe Polymerphysik, Technische Universität Berlin.

Bacon, C. R., Willams, J. G. & Cornilsen, B. C. (1990), Interphase Chemistry via Micro-Raman Spectroscopy, *Proc. Am. Soc. Comp., E. Lansing, Michigan*, 137-143.

Banthia, N. (1991), Temperature sensitivity of steel fibre pull-out from cement-based matrices, *J. Mat. Sci. Lett.*, **10**, 448-450.

- Barton, J. M. & Greenfield, D. C. L. (1986), The Use of Dynamic Mechanical Methods to Study the Effect of Absorbed Water on Temperature-dependent Properties of an Epoxy Resin-Carbon Fibre Composite, *Brit. Polym. J.*, **18**, 51-56.
- Bartoš, P. (1980), Analysis of pull-out tests on fibres embedded in brittle matrices, *J. Mat. Sci.*, **15**, 3122-3128.
- Bascom, W. D. (1987), The Adhesion of Carbon Fibres to Thermoplastic Polymers, *ICCM & ECCM*, 5424-5438.
- Bascom, W. D. & Jensen, R. M. (1986), Stress Transfer in Single Fiber/Resin Tensile Tests, *J. Adhesion*, **19**, 219-239.
- Becker, G. W. (1955), Mechanische Relaxationserscheinungen in nicht weichgemachten hochpolymeren Kunststoffen, *Kolloid-Z.*, **140**, 1-32.
- Bernal, C. R., Frontini, P. M. & Herrera R. (1992), Fracture Toughness Determination of ABS Polymers Using the *J*-method, *Polym. Test.*, **11**, 271-288.
- Bessell, T. & Shortall, J. B. (1975), The crystallisation and interfacial bond strength of nylon-6 at carbon and glass fibre surfaces, *J. Mat. Sci.*, **10**, 2035-2043.
- Betz, E. (1982), Experimental studies of the fibre pull-out problem, *J. Mat. Sci.*, **17**, 691-700.
- Biro, D. A., McLean, P. & Deslandes, Y. (1990), Application of the Microbond Technique: Characterisation of Carbon-Epoxy Interfaces, Draft-Manuscript for 9th NRCC/IMI Symposium "Composites '90", Boucherville Quebec, Canada.
- Blumenauer, H. & Pusch, G. (1987), *Technische Bruchmechanik*, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig.
- Boey, F. Y. C., Lee, T. H. & Yue, C. Y. (1991), Annealing Effects on the Dynamical Mechanical Properties of Aromatic Polyphenylene Sulphide Fibre Reinforced Composite, *Polym. Test.*, **10**, 221-228.
- Bonart, R. (1967), Molekulare Deformationsmechanismen in teilkristallinen Stoffen, *Kunststoffe*, **57**, 391-395.
- Bowden, P. B. (1970), The Effect of Hydrostatic Pressure on the Fibre-Matrix Bond in a Steel-Resin Model Composite, *J. Mat. Sci.*, **5**, 517-520.
- Bowling, J. & Groves, G. W. (1979), The debonding and pull-out of ductile wires from a brittle matrix, *J. Mat. Sci.*, **14**, 431-442.
- Brady, R. L. & Porter, R. S. (1990), Interfacial Adsorption und Crystallization of Polycarbonate in Carbon Fiber Composites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **39**, 1873-1885.

- Brandrup, J. & Immergut, E. H. (Hrsg., 1989), *Polymer Handbook. Third Edition*, Wiley-Interscience Publication, New York.
- Brandt, J. & Warnecke, J. (1983), Torsionsschwingungsmessungen an Faserverbundwerkstoffen, *Kunststoffe*, **73**, 369-373.
- Bretas, R. E. S., de Jesus, M. C. B. & Lunardi, G. J. (1992), Morphology and crystallinity changes during PPS doping, *J. Mat. Sci.*, **27**, 2345-2352.
- Bright, J. D., Danchavijit, S. & Shetty, D. K. (1991), Interfacial Sliding Friction in Silicon Carbide-Borosilicate Glass Composites: A Comparison of Pullout and Pushout Tests, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 115-122.
- Broutman, L. J. (1966), Glass-Resin Joint Strength and Their Effect on Failure Mechanisms in Reinforced Plastics, *Polym. Engn. Sci.*, **7**, 263-272.
- Bürger, A., Neu, A. & Hornbogen, E. (1988), Struktur und bruchmechanische Eigenschaften von Grenzflächen, Diplomarbeit, Institut für Werkstoffe, Ruhr-Universität Bochum.
- Burton, R. H. & Folkes, M. J. (1986), Fibre-Matrix Interactions in Reinforced Thermoplastics, in: D. W. Clegg & A. A. Collyer (Eds.), *Mechanical Properties of Reinforced Thermoplastics*, Elsevier Applied Science Publ., London, Kapitel 9, 269-296.
- Busse, G. (1992), Application of nondestructive testing methods on polymer materials, *Proc. Verbundwerk '92*, D11.1-D11.16.
- Campbell, D. & Qayyum, M. M. (1977), Enhanced fracture strain of polypropylene by incorporation of thermoplastic fibres, *J. Mat. Sci.*, **12**, 2427-2434.
- Campbell, D. & Qayyum, M. M. (1980), Melt Crystallisation of Polypropylene: Effect of Contact with Fiber Substrates, *J. Polym. Sci. Polym. Phys.*, **18**, 83-93.
- Cao, H. C., Evans, A. & Dalglish, B. (1988), Debonding's Critical Role In Toughening Brittle Matrix Composites, 22-27.
- Carrara, A. S. & McGarry, F. J. (1968), Matrix and Interface Stresses in a Discontinuous Fiber Composite Model, *J. Comp. Mat.*, **2**, 222-243.
- Carvalho, W. S. & Bretas, R. E. S. (1990), Thermoplastic/Carbon Fibre Composites: Correlation Between Interphase Morphology and Dynamic Mechanical Properties, *Eur. Polym. J.*, **26**, 817-821.
- Cazeneuve, C., Castle, J. E. & Watts, J. F. (1990), The structure of the interface in carbon fibre composites by scanning Auger microscopy, *J. Mat. Sci.*, **25**, 1902-1908.

Chabert, B. & Chauchard, J. (1991), Cristallisation du polymere en presence des fibres dans les composites a matrice thermoplastique et renfort fibreux, *Ann. Chim. France*, **16**, 173-187.

Cartwright, D. J. und Rooke, D. P. (1978), Evaluation of Stress Intensity Factors, in: Cox et al. (1978), Kapitel 5.

Chatterjee, A. M., Price, F. P. & Newman, S. (1975a), Heterogeneous Nucleation of Crystallisation of High Polymers from the Melt. I. Substrate-Induced Morphologies, *J. Polym. Sci. Polym. Phys.*, **13**, 2369-2383.

Chatterjee, A. M., Price, F. P. & Newman, S. (1975b), Heterogeneous Nucleation of Crystallisation of High Polymers from the Melt. II. Aspects of Transcrystallinity and Nucleation Density, *J. Polym. Sci. Polym. Phys.*, **13**, 2385-2390.

Chatterjee, A. M., Price, F. P. & Newman, S. (1975c), Heterogeneous Nucleation of Crystallisation of High Polymers from the Melt. III. Nucleation Kinetics and Interfacial Energies, *J. Polym. Sci. Polym. Phys.*, **13**, 2391-2400.

Chi, Z. & Chou, T. W. (1983), An Experimental Study of the Effect of Prestressed Loose Carbon Strands on Composite Strength, *J. Comp. Mat.*, **17**, 196-209.

Chua, P. S., Dai, S. R. & Piggott, M. R. (1992a), Mechanical properties of the glass fibre-polyester interphase. Part I: Effects due to silanes, *J. Mat. Sci.*, **27**, 913-918.

Chua, P. S., Dai, S. R. & Piggott, M. R. (1992b), Mechanical properties of the glass fibre-polyester interphase. Part II: Effect of water on debonding, *J. Mat. Sci.*, **27**, 919-924.

Chua, P. S., Dai, S. R. & Piggott, M. R. (1992c), Mechanical properties of the glass fibre-polyester interphase. Part III: Effect of water on interface pressure and friction, *J. Mat. Sci.*, **27**, 925-929.

Chua, P. S. & Piggott, M. R. (1985a), The Glass Fibre-Polymer Interface: I - Theoretical Consideration for Single Fibre Pull-out Tests, *Comp. Sci. Technol.*, **22**, 33-42.

Chua, P. S. & Piggott, M. R. (1985b), The Glass Fibre-Polymer Interface: III- Pressure and Coefficient of Friction, *Comp. Sci. Technol.*, **22**, 185-196.

Chua, P. S. & Piggott, M. R. (1985c), The Glass Fibre-Polymer Interface: IV-Controlled Shrinkage Polymers, *Comp. Sci. Technol.*, **22**, 245-258.

Chung, J. S. & Cebe, P. (1992), Crystallization and Melting of Cold-Crystallized Poly(phenylene sulfide), *J. Polym. Sci. Polym. Phys.*, **30**, 163-176.

Clamroth, R. (1981), Determination of Viscoelastic Properties by Dynamic Testing, *Polym. Test.*, **2**, 263-286.

- Cole, K. C., Noel, D. & Hechler, J. J. (1990), Crystallinity in PPS-Carbon Composites: A Study Using Diffuse Reflection FT-IR Spectroscopy and Differential Scanning Calorimetry, *J. Appl. Polym. Sci.*, **39**, 1887-1902.
- Cook, R. F., Thouless, M. D., Clarke, D. R. & Kroll, M. C. (1989), Stick-Slip During Fibre Pull-Out, *Scripta Met.*, **23**, 1725-1730.
- Cox, H. L. (1952), The elasticity and strength of paper and other fibrous materials, *Brit. J. Appl. Phys.*, **3**, 72-79.
- Cox, H. L., Fessler, H., Miller, K. J., Pook, L. P. & Turner, C. E. (Hrsg., 1978), *A General Introduction to Fracture Mechanics. A Journal of Strain Analysis Monograph*, Mechanical Engineering Publications, London.
- Coyle, T. W., Guyot, M. H. & Jamet, J. F. (1986), Mechanical Behavior of a Microcracked Ceramic Composite, *Ceram. Engn. Sci. Proc.*, **7**, 947-957.
- Crane, R. M. & Gillespie, J. W. (1991), Characterization of the Vibration Damping Loss Factor of Glas and Graphite Fiber Composites, *Comp. Sci. Techn.*, **40**, 355-375.
- Crasto, A., Own, S. H. & Subramanian, R. V. (1986), Interphase Modification in Carbon-Fiber Composites via Electrodeposition, in: Ishida, H. & Koenig, J. L. (Hrsg., 1986), *Composite Interfaces*, Elsevier Sci. Publ., 133-143.
- Davies, P. (1988), *Prinzip Chaos. Die neue Ordnung des Kosmos*, Bertelsmann-Verlag, München.
- Davies, P., Cantwell, W., Moulin, C. & Kausch, H. H. (1989), A Study of the Delamination Resistance of IM6/PEEK Composites, *Comp. Sci. Techn.*, **36**, 153-166.
- Davies, P. & Echaliier, B. (1989), The fibre-matrix interface region in stampable glass fibre-polypropylene composites, *J. Mat. Sci. Lett.*, **8**, 1241-1243.
- Day, R. J. & Young, R. J. (1993), Raman microscopy of fibres and composites, *J. Microscopy*, **169**, 155-161.
- Dean, G. D., Duncan, J. C. & Johnson, A. F. (1984), Determination of Non-Linear Dynamic Properties of Carbon-Filled Rubbers, *Polym. Test.*, **4**, 225-249.
- de la Asunción, M. S., Ribelles, J. L. G. & Pradas, M. M. (1989), Dynamic mechanical behaviour of poly(methyl acrylate) reinforced by poly(ethylene terephthalate) fibres, *J. Mat. Sci. Lett.*, **27**, 263-264.
- Demuts, E. & Shyprykevich (1984), Accelerated environmental testing of composites, *Composites*, **15**, 25-31.

- Denison, P., F. R. Jones, A. Brown, P. Humphrey & J. Harvey (1988), Scanning secondary ion mass spectroscopic studies of the micromechanics and chemical structure in the region of the interface in carbon fibre-epoxy composites, *J. Mat. Sci.*, **23**, 2153-2156.
- Denison, P., Jones, F. R. & Watts, J. F. (1986), XPS Analysis of Barium Labelled Carbon Fibres and Interfacial Effects in Fibre-Epoxy Composites, *Surf. Interf. Analysis*, **9**, 431-435.
- Devaux, E. & Chabert, B. (1990), Non-isothermal crystallization of glass fibre reinforced polypropylene, *Polym. Comm.*, **31**, 391-394.
- Devaux, E. & Chabert, B. (1991), Nature and origin of the transcrystalline interphase of polypropylene/glass fibre composites after a shear stress, *Polym. Comm.*, **32**, 464-468.
- DiAnselmo, A., Accorsi, M. L. & DiBenedetto, A. T. (1992), The effect of an interphase on the stress and energy distribution in the embedded single fiber test, *Comp. Sci. Techn.*, **44**, 215-225.
- DiBenedetto, A. T. & Lex, P. J. (1989), Evaluation of Surface Treatments for Glass Fibres in Composite Materials, *J. Polym. Engn. Sci.*, **29**, 543-555.
- DiBenedetto, A. T., Nicolais, L., Ambrosio, L. & Groeger, J. (1986), Stress Transfer and Fracture in Single Fiber/Epoxy Composites, in: Ishida, H. & Koenig, J. L. (Hrsg., 1986), *Composite Interfaces*, Elsevier Sci. Publ., 47-54.
- Dickinson, J. T. (1990), Fracto-emission, in: Summerscales, J. (Hrsg., 1990), *Non-Destructive Testing of Fibre-Reinforced Plastics Composites*, Elsevier Sci. Publ., 429-482.
- DiLandro, L., DiBenedetto, A. T. & Groeger, J. (1988), The Effect of Fiber-Matrix Stress Transfer on the Strength of Fiber-Reinforced Composite Materials, *Polym. Comp.*, **9**, 209-221.
- DiLandro, L. & Pegoraro, M. (1987), Carbon fibre-thermoplastic matrix adhesion, *J. Mat. Sci.*, **22**, 1980-1986.
- Donnet, J. B., Dong, S., Guilpain, G. & Brendle, M. (1988), Carbon Fibers Electrochemicals and Plasma Surface Treatment and its Assessment, in: Ishida, H. (1988), *Interfaces in Polymer, Ceramic, and Metal Matrix Composites*, Elsevier Sci. Publ., 35-42.
- Droste, D. H. & DiBenedetto, A. T. (1969), The Glass Transition Temperature of Filled Polymers and Its Effect on Their Physical Properties, *J. Appl. Polym. Sci.*, **13**, 2149-2168.
- Drzal, L. T. & Madhukar, M. (1993), Fibre-matrix adhesion and its relationship to composite mechanical properties, *J. Mat. Sci.*, **28**, 569-610.
- Drzal, L. T., Rich, M. J., & Lloyd, P. F. (1982), Adhesion of Graphite Fibers to Epoxy Matrices: I. The Role of Fiber Surface Treatment, *J. Adhesion*, **16**, 1-30.

- Drzal, L. T., Rich, M. J., Koenig, M. F. & Lloyd, P. F. (1983), Adhesion of Graphite Fibers to Epoxy Matrices: II. The Effect of Fiber Finish, *J. Adhesion*, **16**, 133-152.
- Dujardin, S., Lazzaroni, R., Rigo, L., Riga, J. & Verbist, J. J. (1986), Electrochemically polymer-coated carbon fibres: characterization and potential for composite applications, *J. Mat. Sci.*, **21**, 4342-4346.
- Eagles, D. B., Blumentritt, B. F. & Cooper, S. L. (1976), Interfacial Properties of Kevlar-49 Fiber-Reinforced Thermoplastics, *J. Appl. Polym. Sci.*, **20**, 435-448.
- Ehrenstein, G. W. & Förster, R. (1968), Dämpfungseigenschaften glasfaserverstärkter Kunststoffe, *Kunststoffe*, **58**, 936-942.
- Eitan, A. & Wagner, H. D. (1991), Fiber interactions in two-dimensional composites, *Appl. Phys. Lett.*, **58**, 1033-1035.
- Elias, H. G. (1990), *Makromoleküle Bd.1. Grundlagen: Struktur-Synthese-Eigenschaften*, Hüthig & Wepf Verlag Basel, **6. Aufl.**, Kap. 21.-22.
- Favre, J. P. & Jacques, D. (1990), Stress transfer by shear in carbon fibre model composites. Part I: Results of single-fibre fragmentation tests with thermosetting resins, *J. Mat. Sci.*, **25**, 1373-1380.
- Favre, J. P. & Merienne, M. C. (1981), Characterization of fibre/resin bonding in composites using a pull-out test, *Intern. J. Adhesion Adhesives*, **1**, 234-241.
- Favre, J. P. & Perrin, J. (1972), Carbon fibre adhesion to organic matrices, *J. Mat. Sci.*, **7**, 1113-1118.
- Favre, J. P., Sigety, P. & Jaques, D. (1991), Stress transfer by shear in carbon fibre model composites. Part 2: Computer simulation of the fragmentation test, *J. Mat. Sci.*, **26**, 189-195.
- Ferry, J. D. (1961), *Viscoelastic Properties of Polymers*, John Wiley & Sons, New York.
- Fila M., Bredin, C. & Piggott, M. R. (1972), Work of fracture of fibre-reinforced polymers, *J. Mat. Sci.*, **7**, 983-988.
- Fischer, M. & Schmid, R. (1986), Matrix properties and composite failure, *Coll. Polym. Sci.*, **264**, 387-398.
- Fleer, G. J. (1989), Chain Molecules at Interphases: A Versatile Self-Consistent Lattice Model, *Coll. Surf.*, **35**, 151-167.
- Fölster, T. (1992), Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften von Verbundwerkstoffen mit modifizierten Verstärkungsfasern, *Berichte des 16. IKV-Kolloquium Aachen*, 216-226.

- Folkes, M. J. & Hardwick, S. T. (1984), The molecular weight dependence of transcrystallinity in fibre reinforced thermoplastics, *J. Mat. Sci. Lett.*, **3**, 1071-1073.
- Folkes, M. J. & Wong, W. K. (1987), Determination of interfacial shear strength in fibre-reinforced thermoplastic composites, *Polymer*, **28**, 1309-1314.
- Fraser, W. A., Ancker, F. H., DiBenedetto, A. T. & Elbirli, B. (1983), Evaluation of Surface Treatments for Fibers in Composite Materials, *Polym. Comp.*, **4**, 238-248.
- Galiotis, C., Young, R. J., Yeung, P. H. J. & Batchelder, D. N. (1984), The study of model polydiacetylene/epoxy composites, *J. Mat. Sci.*, **19**, 3640-3648.
- Gao, Y. C., Mai, Y. W. & Cotterell, B. (1988), Fracture of fiber-reinforced materials, *J. Appl. Math. Phys.*, **39**, 550-572.
- Garton, A. & Stevenson, W. T. K. (1986), Spectroscopic Characterisation of the Carbon-Epoxy Interface, in: Ishida, H. & Koenig, J. L. (1986), *Composite Interfaces*, Elsevier Sci. Publ., 265-275.
- Gaur, U., Desio, G. & Miller, B. (1989), Measuring Fiber/Matrix Adhesion in Thermoplastic Composites, *Plast. Engn.*, **10**, 43-45.
- Gaur, U. & Miller, B. (1989), Microbond Method for Determination of the Shear Strength of a Fiber/Resin Interface: Evaluation of Experimental Parameters, *Comp. Sci. Techn.*, **34**, 35-51.
- Gent, A. N., Fielding-Russell, G. S., Livingston, D. I. & Nicholson, D. W. (1981), Failure of cord-rubber composites by pull-out or transverse fracture, *J. Mat. Sci.*, **16**, 949-956.
- Gent, A. N. & Liu, G. L. (1991), Pull-out and fragmentation in model fibre composites, *J. Mat. Sci.*, **26**, 2467-2476.
- Gent, A. N. & Yeoh, O. H. (1982), Failure loads for model adhesive joints subjected to tension, compression or torsion, *J. Mat. Sci.*, **17**, 1713-1722.
- Giare, G. S., Herold, A., Edwards, V. & Newcomp, R. R. (1988), Fracture Toughness of Unidirectional Graphite Fibre Reinforced/Epoxy Composite in Mode II (Forward Shear), Using a Thin Tubular Specimen, *Engn. Frac. Mech.*, **30**, 531-545.
- Gibson, R. F. & Plunkett, R. (1976), Dynamic Mechanical Behavior of Fiber-Reinforced Composites: Measurement and Analysis, *J. Comp. Mat.*, **10**, 325-341.
- Gibson, R. F., Chaturvedi, S. K. & Sun, C. T. (1982), Complex moduli of aligned discontinuous fibre-reinforced polymer composites, *J. Mat. Sci.*, **17**, 3499-3509.

- Gill, P. S., Lear, J. D. & Leckenby, J. N. (1984), Recent Developments in Polymer Characterisation by Dynamic Mechanical Analysis, *Polym. Test.*, **4**, 131-138.
- Gorbatkina, Y. A. (1992), *Adhesive Strength in Fibre-Polymer Systems*, Ellis Horwood, New York.
- Graf, R. T., Koenig, J. L. & Ishida, H. (1983), The influence of Interfacial Structure on the Flexural Strength of E-glass Reinforced Polyester, *J. Adhesion*, **16**, 97-114.
- Gray, R. J. (1984), Analysis of the effect of embedded fibre length on fibre debonding and pull-out from an elastic matrix, *J. Mat. Sci.*, **19**, 861-870.
- Greszczuk, L. B. (1969), Theoretical Studies of the Mechanics of the Fiber-Matrix Interface in Composites, *ASTM STP*, **452**, 42-58.
- Griffith, A. A. (1921), The phenomena of rupture and flow in solids, *Phil. Trans. Roy. Soc.*, **221**, 163.
- Gurney, C. & Hunt, J. (1967), Quasi-static crack propagation, *Proc. Roy. Soc. Lond.*, **A299**, 508-524.
- Gustafson, C. G. & Hojo, M. (1987), Delamination Fatigue Crack Growth in Unidirectional Graphite/Epoxy Laminates, *J. Reinf. Plast. Comp.*, **6**, 36-52.
- Haarsma, J. (1979), Evaluation of Resin-Glass Fiber Interface under Environmental Stress, *Polym. Engn. Sci.*, **19**, 350-352.
- Hadjis, N. & Piggott, M. R. (1977), The effect of matrix stresses on fibre pull-out forces, *J. Mat. Sci.*, **12**, 358-364.
- Haken, H. (1977), *Synergetics. An Introduction. Nonequilibrium Phase Transitions and Self-Organization in Physics, Chemistry and Biology*, Springer-Verlag, Berlin.
- Haken, H. (Hrsg., 1981), *Chaos and Order in Nature*. Proceedings of the International Symposium on Synergetics at Schloß Elmau, Springer-Verlag, Berlin.
- Hampe, A. (1987), Grundlegende Untersuchungen an faserverstärkten Polymeren, *Amts- und Mitteilungsblatt der BAM*, **18**, 3-7.
- Hampe, A., Boro, I. & Schumacher, K. (1989), Measure de l'adhérence fibre/matrice, *COMPOSITES*, **3**, 230-234.
- Hampe, A. & Marotzke, C. (1992), Adhesion of Polymers to Reinforcing Fibres, *Polym. Intern.*, **28**, 313-318.

- Hampe, A., Hennecke, M. & Mielke, W. (1992), Prüfmethode für Polymerwerkstoffe, *Materialprüfung*, **34**, 228-231.
- Hampe, A., Kalinka, G., Meretz, S. & Schulz, E. (1993), An Advanced Equipment for the Single Fibre Pull-Out Test Designed to Monitor the Fracture Process, *Poster, IPCM'93, Cambridge, Großbritannien*.
- Hancox, N. L. (1982), Shear Properties of Laminates, in: Pritchard, G. (Hrsg., 1982), *Developments in Reinforced Plastics*, Vol. 2, Kapitel 5.
- Hara, K. & Schonhorn, H. (1972), Heterogenous Nucleation and Crystallisation of Polyethylene with Gold: Dilatometry, *J. Appl. Polym. Sci.*, **16**, 1103-1107.
- Hardwick, S. T. (1987), The Origins and Properties of Transcrystalline Layers in Thermoplastic Composites, Dissertation, Department of Materials Technology, University of Brunel.
- Harris, B., Morley, J. & Phillips, D. C. (1975), Fracture mechanisms in glass-reinforced plastics, *J. Mat. Sci.*, **10**, 2050-2061.
- Heckel, K. (1967), Die Kenngrößen viskoelastischer Stoffe bei freien und erzwungenen Schwingungen, *Rheol. Acta*, **6**, 114-119.
- Heckel, K. (1968), Die Ermittlung einfacher Modelle aus dynamischen Modulmessungen, *Rheol. Acta*, **7**, 51-57.
- Henstenburg, R. B. & Phoenix, S. L. (1989), Interfacial Shear Strength Studies Using the Single-Filament-Composite Test. Part II: A Probability Model and Monte Carlo Simulation, *Polym. Comp.*, **10**, 389-406.
- Hentschel, M. P. (1989), Zerstörungsfreie Prüfung polymerer Verbundwerkstoffe, *Materialprüfung*, **31**, 351-355.
- Herrera-Franco, P. J. & Drzal, L. T. (1992), Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites, *Composites*, **23**, 2-27.
- Hess, B. & Markus, M. (1987), Ordnung und Chaos in chemischen Uhren, in: Küppers, B. O. (Hrsg., 1987), *Ordnung aus dem Chaos*, Piper-Verlag, München, 157-174.
- Hikami, F. & Chou, T. W. (1984), A probabilistic theory for the strength of discontinuous fibre composite, *J. Mat. Sci.*, **19**, 1805-1817.
- Hine, P. J., Brew, B., Duckett, R. A. & Ward, I. M. (1992), Failure mechanisms in carbon-fibre-reinforced poly(ether sulphone), *Comp. Sci. Techn*, **43**, 37-37.
- Hobbs, S. Y. (1972), Polymer Crystallization on Morphological Templates, *Nature Phys. Sci.*, **239**, 28-29.

- Hoffman, W. P., Hurley, W. C., Owens, T. W. & Phan, H. T. (1991a), Advantage of the scanning tunnelling microscope in documenting changes in carbon fibre surface morphology brought about by various surface treatments, *J. Mat. Sci.*, **26**, 4545-4553.
- Hoffman, W. P., Hurley, W. C., Liu, P. M. & Owens, T. W. (1991b), The surface topography of non-shear treated pitch and PAN carbon fibres as viewed by the STM, *J. Mat. Res.*, **6**, 1685-1694.
- Hojo, M., Tanaka, K., Gustafson, C. G. & Hayashi, R. (1989), Fracture Mechanics for Delamination Fatigue Crack Propagation of CFRP in Air and in Water, *Key Engn. Mat.*, **37**, 149-160.
- Hojo, M., Tanaka, K., Gustafson, C. G. & Kemmochi, K. (1990), Effect of Water Environment on Propagation of Delamination Fatigue Cracks in Unidirectional CF/PEEK Laminates, "Benibana" Intern. Conf., Yamagata, Japan, 285-290.
- Hojo, M., Tanaka, K., Gustafson, C. G. & Kemmochi, K. (1991), Propagation of Delamination Fatigue Cracks in Unidirectional CF/PEEK Laminates, *Proc. ICM 6, Kyoto, Japan*, 531-536.
- Hojo, M., Tateishi, Y. & Aoki, T. (1990), Influence of Specimen Thickness on Mode I Interlaminar Fracture Toughness of AS4/PEEK and T800/Epoxy Laminates, *Proc. Japan-U.S. CCM-V, Tokyo*, 193-200.
- Holland, C. (1992), Einfluß der Morphologie auf die Faser-Matrix-Haftung und das Bruchverhalten im Einzelfaserauszugsversuch; Variation der Molmasse, Studienarbeit, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe / Fachgruppe Polymerphysik, Technische Universität Berlin.
- Hsiao, B. S. & Chen, E. J. H. (1990), Transcrystalline Interphase in Advanced Polymer Composites, in: Ishida, H. (Hrsg., 1990), *Controlled Interphases in Composite Materials*, Elsevier Sci. Publ., 613-622.
- Hsueh, C. H. (1988a), Elastic load transfer from partially embedded axially loaded fibre to matrix, *J. Mat. Sci. Lett.*, **7**, 497-500.
- Hsueh, C. H. (1988b), Analytical Evaluation of Interfacial Shear Strength for Fiber-Reinforced Ceramic Composites, *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**, 490-493.
- Hsueh, C. H. (1990a), Some applications of fibre pullout analyses, *J. Mat. Sci. Lett.*, **9**, 29-32.
- Hsueh, C. H. (1990b), Theoretical comparison of two loading methods in fiber pull-out tests, *Mat. Sci. Engn.*, **A130**, L11-L15.
- Hsueh, C. H. (1991a), Interfacial debonding and fiber pull-out stresses of fiber-reinforced composites. Part III: With residual radial and axial stresses, *Mat. Sci. Engn.*, **A145**, 135-142.

- Hsueh, C. H. (1991b), Interfacial debonding and fiber pull-out stresses of fiber-reinforced composites. Part IV: Sliding due to residual stresses, *Mat. Sci. Engn.*, **A145**, 143-150.
- Hsueh, C. H. (1991c), Interfacial debonding and fiber pull-out stresses of fiber-reinforced composites. Part V: With a viscous interface, *Mat. Sci. Engn.*, **A149**, 1-9.
- Hsueh, C. H. (1991d), Interfacial debonding and fiber pull-out stresses of fiber-reinforced composites. Part VI: Interpretation of fiber pull-out curves, *Mat. Sci. Engn.*, **A149**, 11-18.
- Hsueh, C. H. (1992a), Modifications of fibre pull-out analysis, *J. Mat. Sci. Lett.*, **11**, 1663-1666.
- Hsueh, C. H. (1992b), Interfacial debonding and fiber pull-out stresses of fiber-reinforced composites. Part VIII: The energy-based debonding criterion, *Mat. Sci. Engn.*, **A159**, 65-72.
- Hsueh, C. H. & Lu, M. C. (1989), Elastic Stress Transfer from Fiber to Coating in a Fiber-Coating System, *Mat. Sci. Engn.*, **A117**, 115-123.
- Humberg, C. (1990), Untersuchungen zum Kristallisationsverhalten von reinem und kohlefaserverstärktem Polyphenylsulfid, Studienarbeit, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe / Fachgruppe Polymerphysik, Technische Universität Berlin.
- Huson, M. G. & McGill, W. J. (1985), The Effect of Transcrystallinity on the Behavior of Fibers in Polymer Matrices, *J. Polym. Sci. Polym. Phys.*, **23**, 121-128.
- Ishida, H. & Bussi, P. (1991), Surface-Induced Crystallization in Ultrahigh-Modulus Polyethylene Fiber Reinforced Polyethylene Composites, *Macromolecules*, **24**, 3569-3577.
- Jacques, D. & Favre, J. P. (1987), Determination of the Interfacial Shear Strength by Fibre Fragmentation in Resin Systems with a Small Rupture Strain, *ICCM & ECCM*, 5471-5480.
- Jahankhani, H. & Galiotis, C. (1988), Interfacial studies on a Kevlar 49/Epoxy system in tension and compression, in: Ishida, H. (Hrsg., 1988), *Interfaces in Polymer, Ceramic and Metal Matrix Composites*, Elsevier Sci. Publ., 107-121.
- Jahankhani, H. & Galiotis, C. (1991), Interfacial Shear Stress Distribution in Model Composites. Part I: A Kevlar 49 Fibre in an Epoxy Matrix, *J. Comp. Mat.*, **25**, 609-631.
- Janeschitz-Kriegl, H., Wimberger-Friedl, R., Krobath, G. & Liedauer, S. (1987), Über die Ausbildung von Schichtstrukturen in Kunststoff-Formteilen, *Kautschuk + Gummi * Kunststoffe*, **4**, 301-307.
- Jantsch, E. (1979), *Die Selbstorganisation des Universiums*, Hanser-Verlag, München.
- Järvelä, P. (1985), The three-fibre method in determining environmental resistance of a fibre-resin bond, *J. Mat. Sci.*, **20**, 4001-4005.

- Järvelä, P., Laitinen, K. W., Purola, J. & Törmälä, P. (1983), The three-fibre method measuring glass fibre to resin bond strength, *Intern. J. Adhesion Adhesives*, **3**, 141-147.
- Jenckel, E., Teege, E. & Hinrichs, W. (1952), Transkristallisation in hochmolekularen Stoffen, *Kolloid-Z.*, **129**, 19-24.
- Joe, C. R., Otterson, D. M., Kim, H. S. & Kim, B. H. (1989), Determination of the Steady State Crack Resistance Value (R_p) Using a Single Specimen, *Polym. Test.*, **8**, 359-368.
- Johnson, J. R. (1991), *Digitale Signalverarbeitung*, Hanser-Verlag, München.
- Kageyama, K. & Hojo, M. (1990), Proposed Methods for Interlaminar Fracture Toughness Tests of Composite Laminates, *Proc. Japan-U.S. CCM-V, Tokyo, Japan*, 227-234.
- Kalinka, G. (1993), Zur Kristallisationskinetik polymerer Faserverbundwerkstoffe (Arbeitstitel), Dissertations-Manuskript.
- Kanninen, M. F., Rybicki, E. F. und Brinson (1977), A critical look at current applications of fracture mechanics to the failure of fibre-reinforced composites, *Composites*, **8**, 17-22.
- Karbhari, V. M. & Wilkins, D. J. (1991), Constituent scale and property effects on fibre-matrix debonding and pull-out, *J. Mat. Sci.*, **26**, 5888-5898.
- Kelly, A. (1964), The strengthening of metals by dispersed particles, *Proc. Roy. Soc. Lond.*, **A282**, 63-79.
- Kelly, A. (1970), Interface effects and the work of fracture of a fibrous composite, *Proc. Roy. Soc. Lond.*, **A 319**, 95-116.
- Kelly, A. (1987), Matrix Cracking in Fibre-Reinforced and Laminated Composites, *ICCM & ECCM*, 3210-3221.
- Kelly, A. & Tyson, W. R. (1965), Tensile Properties of Fibre-Reinforced Metals: Copper/Tungsten and Copper/Molybdenum, *J. Mech. Phys. Sol.*, **13**, 329-350.
- Kelly, A. & Tyson, W. R. (1966), Tensile Properties of Fibre-Reinforced Metals - II. Creep of Silver/Tungsten, *J. Mech. Phys. Sol.*, **14**, 177-186.
- Kerans, R. J., Hay, R. S., Pagano, N. J. & Parthasarathy, T. A. (1989), The Role of the Fiber-Matrix Interface in Ceramic Composites, *Ceram. Bull.*, **68**, 429-442.
- Keuerleber, R. H., Klein, H. G. & Wimmer, H. W. (1989), Temperaturverhalten verstärkter Hochleistungskunststoffe, *Kunststoffe*, **79**, 1311-1316.
- Kim, B. H. & Joe, C. R. (1987), A Method to Evaluate Critical J -Integral Value: Locus Method, *Polym. Test.*, **7**, 355-363.

- Kim, B. H., Joe, C. R. & Otterson, D. M. (1989), On the Determination of Fracture Toughness in Polymers, *Polym. Test.*, **8**, 119-130.
- Kim, B. H. & Kim, H. S. (1989a), Fracture Characterization of Short Glass Fiber Reinforced Thermoplastic Polyester in Mode II by the *J*-Integral, *Polym. Test.*, **8**, 261-268.
- Kim, B. H. & Kim, H. S. (1989b), Fracture Characterization of Short Glass Fiber Reinforced Thermoplastic Polyester in Mixed Mode (I,II) by the *J*-Integral, *Polym. Test.*, **8**, 313-327.
- Kim, J. K., Baillie, C. & Mai, Y. W. (1991), Interfacial debonding and fibre pull-out stresses. Part I: Critical comparison of existing theories with experiments, *J. Mat. Sci.*, **27**, 3143-3154.
- Kirk, J. N., Munro, M. & Beaumont, P. W. R. (1978), The fracture energy of hybrid carbon and glass fibre composites, *J. Mat. Sci.*, **13**, 2197-2204.
- Kodama, M. & Karino, I. (1986a), Polar-Polar Interaction between the Reinforcement and Matrix for Kevlar Fiber-Reinforced Composite: Effect of Using the Blend of Polar Polymer as Matrix, *J. Appl. Polym. Sci.*, **32**, 5345-5355.
- Kodama, M. & Karino, I. (1986b), Effect of Polar Groups of Polymer Matrix on Reinforcement-Matrix Interaction in Kevlar Fiber-Reinforced Composites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **32**, 5357-5369.
- Komai, K., Minoshima, K. & Shibutani, T. (1991a), Investigations of the Fracture Mechanism of Carbon/Epoxy Composites by AE Signal Analyses, *JSME Intern. J.*, **34**, 381-388.
- Komai, K., Minoshima, K. & Shiroshita, S. (1991b), Hygrothermal degradation and fracture process of advanced fibre-reinforced plastics, *Mat. Sci. Engn.*, **A143**, 155-166.
- Koo, G. P. (1974), Dynamic mechanical testing of polymers, *Plast. Engn.*, **5**, 33-38.
- Koppelman, J. (1955), Über das dynamisch-elastische Verhalten hochpolymerer Stoffe, *Kolloid-Z.*, **144**, 12-41.
- Ladizesky, N. H. & Ward, I. M. (1983), A study of the adhesion of drawn polyethylene fibre/polymeric resin systems, *J. Mat. Sci.*, **18**, 533-544.
- Lahser, K. (1993), Untersuchungen mit dem Verfahren der dynamischen Einzelfaserbelastung (DEB), Studienarbeit, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe / Fachgruppe Polymerphysik, Technische Universität Berlin.
- Langford, S. C., Zhenyi, M. & Dickinson, J. T. (1989), Photon emission as a probe of chaotic processes accompanying fracture, *J. Mater. Res.*, **4**, 1272-1279.
- Latour, R. A., Black, J. & Miller, B. (1989), Fatigue behaviour characterization of the fibre-matrix interface, *J. Mat. Sci.*, **24**, 3616-3620.

- Laughner, J. W., Shaw, N. J., Bhatt, R. T. & DiCarlo, J. A. (1986), Simple Indentation Method for Measurement of Interfacial Shear Strength in SiC/Si₃N₄ Composites, *Ceram. Engn. Sci. Proc.*, **7**, 932.
- Lawrence, P. (1972), Some Theoretical Considerations of Fibre Pull-Out from an Elastic Matrix, *J. Mat. Sci.*, **7**, 1-6.
- Lazan, B. J. (1968), *Damping of Materials and Members in Structural Mechanics*, Pergamon Press, Oxford.
- Leach, D. C., Curtis, D. C. & Tamblin, D. R. (1987), Delamination Behaviour of Carbon Fiber/Poly(etheretherketone) (PEEK) Composites, *ASTM STP 937*, 358-380.
- Lee, S. M. & Holguin, S. (1990), A New Single Fiber/Resin Interface Test for Highly Cross-Linked Resin Systems, *J. Adhesion*, **31**, 91-101.
- Lee, Y. & Porter, R. S. (1986), Crystallization of Poly(etheretherketone) (PEEK) in Carbon Fiber Composites, *Polym. Engn. Sci.*, **26**, 633-639.
- Leung, C. K. Y. & Li, V. C. (1990a), Strength-based and fracture-based approaches in the analysis of fibre debonding, *J. Mat. Sci. Lett.*, **9**, 1140-1142.
- Leung, C. K. Y. & Li, V. C. (1990b), Applications of a two-way debonding theory to short fibre composites, *Composites*, **21**, 305-317.
- Lhymn, C. (1985), Deformation mechanism of a fibre-matrix interface, *J. Mat. Sci. Lett.*, **4**, 1323-1326.
- Lipatov, Y. S. (1977), Structure and properties of filled polymeric systems, and methods of determining them, *Intern. Polym. Sci. Techn.*, **4**, 109-113.
- Lipatov, Y. S. & Fabulyak, F. Y. (1972), Relaxation Processes in the Surface Layers of Polymers at the Interface, *J. Appl. Polym. Sci.*, **16**, 2131-2139.
- Ma, C. C. M., Lee, C. L., Chang, M. J. & Tai, N. H. (1992), Hygrothermal Behavior of carbon Fiber-Reinforced Poly(ether ether ketone) and Poly(phenylene sulfide) Composites, *Polym. Comp.*, **13**, 448-453.
- Maekawa, Z., Hamada, H., Yoshioka, S., Ikuta, N., Tanimoto, T. & Hirashima, T. (1988), Fiber Fragment Distribution in Embedded Single Filament Test, in: Ishida, H. (Hrsg., 1988), *Interfaces in Polymers, Ceramic, and Metal Composites*, Elsevier Sci. Publ., 553-565.
- Mahishi, J. M. (1986), An Integrated Micromechanical and Macromechanical Approach to Fracture Behavior of Fiber-reinforced Composites, *Engn. Frac. Mech.*, **25**, 197-228.

- Mai, Y. W. & Castino, F. (1984), Fracture toughness of Kevlar-epoxy composites with controlled interfacial bonding, *J. Mat. Sci.*, **19**, 1638-1655.
- Mai, Y. W. & Castino, F. (1985), The debonding and pull-out properties of coated Kevlar fibres from an epoxy resin matrix, *J. Mat. Sci. Lett.*, **4**, 505-508.
- Maier, G. & Biehl, K. H. (1986), Thermomechanische Messungen an mit Schlichte versehenen Fasern, *Kunststoffe*, **76**, 282-284.
- Mal, A. K., Karim, M. R. & Bar-Cohen, Y. (1990), Determination of the Properties of Composite Interfaces by an Ultrasonic Method, *Mat. Sci. Engn.*, **A126**, 155-164.
- Mandell, J. F., Chen, J. H. & McGarry, F. J. (1980), A microdebonding test for in situ assessment of fibre/matrix bond strength in composite materials, *Intern. J. Adhesion Adhesives*, **1**, (1980), 40-44.
- Mandell, J. F., Grande, D. H., Tsiang, T. H. & McGarry, F. J. (1986), Modified Microdebonding Test for Direct In Situ Fiber/Matrix Bond Strength Determination in Fiber Composites, *Material und Technik*, **3**, 125-135.
- Mandell, J. F., Hong, K. C. C. & Grande, D. H. (1987), Interfacial Shear Strength and Sliding Resistance in Metal and Glass-Ceramic Matrix Composites, *Ceram. Engn. Sci. Proc.*, **8**, 937-940.
- Manders, P. W. & Chou, T. W. (1983), Variability of Carbon and Glass Fibers, and the Strength of Aligned Composites, *J. Reinf. Plast. Comp.*, **2**, 43-59.
- Marotzke, C. (1989), Étude micromécanique du mécanisme d'adhérence entre fibre et matrice dans les composites, *COMPOSITES*, **3**, 223-229.
- Marotzke, C. (1991), Determination of the Stress Field in the Single Fiber Pull-Out Test with the Aid of the Finite Element Method, *Proc. IPCM, Leuven, Belgien*, 69-72.
- Marotzke, C. (1993), Influence of the fiber length on the stress transfer from glass and carbon fibers into a thermoplastic matrix in the pull-out test, *Composite Interfaces*, **1**, 153-166.
- Marotzke, C. & Hampe, A. (1990), Finite Element Analysis of the Single Fiber Pull-out Test, in A. Niku-Lari, *Struceng and Femcad 90'*, Technology Transfer Series, 131-136.
- Marshall, D. B. (1984), An Indentation Method for Measuring Matrix-Fiber Frictional Stresses in Ceramic Composites, *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**, C259-C260.
- Marshall, D. B. & Evans, A. G. (1985), Failure Mechanisms in Ceramic-Fiber/Ceramic-Matrix Composites, *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**, 225-231.

- Marshall, D. B. & Oliver, W. C. (1987), Measurement of Interfacial Properties in Fiber-Reinforced Ceramic Composites, *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 542-548.
- Marshall, P. & Price, J. (1991), Fibre/matrix interface property determination, *Composites*, **22**, 53-57.
- Marston, T. U., Atkins, A. G. & Felbeck, D. K. (1974), Interfacial fracture energy and the toughness of composites, *J. Mat. Sci.*, **9**, 447-455.
- Matting, A. & Ehrenstein, G. (1965), Grenzflächenprobleme bei glasfaserverstärkten Kunststoffen, *Kunststoffe*, **55**, 893-898.
- Maurer, F. H., Kosfeld, R. & Uhlenbroich, T. (1985), Interfacial interaction in kaolin-filled polyethylene composites, *Coll. Polym. Sci.*, **263**, 624-630.
- McCartney, L. N. (1989), New theoretical model of stress transfer between fibre and matrix in a uniaxially fibre-reinforced composite, *Proc. Roy. Soc. Lond.*, **A425**, 215-244.
- Mecholsky, J. J., Passoja, D. E. & Feinberg-Ringel, K. S. (1989), Quantitative Analysis of Brittle Fracture Surfaces Using Fractal Geometry, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 60-65.
- Meretz, S., Nowak, H., Hampe, A., Hinrichsen, G., Schumacher, K. & Sernow, R. (1991), Investigations of Interfacial Shear Strength between Reinforcing Fibres and Polymer Matrix with the Single Fibre Pull-Out Test, *Proc. IPCM'91, Leuven, Belgien*, 73-76.
- Meretz, S., Linke, T., Schulz, E., Hampe, A. & Hentschel, M. (1992), Diameter measurement of small fibres: laser diffraction and scanning electron microscopy technique results do not differ systematically, *J. Mat. Sci. Lett.*, **11**, 1471-1472.
- Meretz, S. & Kalinka, G. (1992), *Bestimmung des Verlustfaktors $\tan \delta$ mit Hilfe der Diskreten Fourier-Transformation*, Erfindungsmeldung, internes BAM-Papier.
- Meretz, S., Auersch, W., Schulz, E. & Hampe, A. (1993a), Morphologieabhängiges Bruchverhalten in Einzelfaserverbundwerkstoffen, *TU Forschung Aktuell Sonderausgabe*, **42-44**, 24-28.
- Meretz, S., Auersch, W., Marotzke, C., Schulz, E. & Hampe, A. (1993b), Investigations of the Morphology-Dependent Fracture Behaviour with the Single-Fibre Pull-out Test, *Comp. Sci. Techn.*, **48**, 285-290.
- Michaeli, W., Fölster, T., Klink, R. & Kocker, K. (1993), Faserbündel-Pull-out-Versuch, *Kunststoffe*, **83**, 65-68.
- Mielke, W., Hampe, A., Hoyer, O. & Schumacher, K. (1990), Analysis of Acoustic Emission Events from Single Fiber Pullout Experiments, *J. Acoustic Emission*, **9**, 103-108.

- Miller, B. & Gaur, U. (1989), Regeneration of Adhesive Bonding in Fiber/Resin Systems, *J. Adhesion*, **29**, 103-110.
- Miller, B., Muri, M. & Rebenfeld, L. (1987), A Microbond Method for Determination of the Shear Strength of a Fiber/Resin Interface, *Comp. Sci. Techn.*, **28**, 17-32.
- Mishra, A. K. & Schultz, J. M. (1989), Effect of Flow Rate and Temperature on Crystallization Kinetics, Crystallinity Index, and Elastic Modulus of PEEK, *J. Appl. Polym. Sci.*, **38**, 655-666.
- Miwa, M., Ohsawa, T. & Tahara, K. (1980), Effects of Fiber Length on the Tensile Strength of Epoxy/Glass Fiber and Polyester/Glass Fiber Composites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **25**, 795-807.
- Moon, C. K., Cho, H. H., Lee, J. O. & Park, T. W. (1992a), A Solution Microbond Method for Determination of the Shear Strength of a Fiber/Thermoplastic Resin Interphase, *J. Appl. Polym. Sci.*, **44**, 561-563.
- Moon, C. K., Lee, J. O., Cho, H. H. & Kim, K. S. (1992b), Effect of Diameter and Surface Treatment of Fiber on Interfacial Shear Strength in Glass Fiber/Epoxy and HDPE, *J. Appl. Sci.*, **45**, 443-450.
- Morris, W. L., Inman, R. V. & Cox, B. N. (1989), Microscopic deformation in a heated unidirectional graphite-epoxy composite, *J. Mat. Sci.*, **24**, 199-204.
- Morton, J. & Groves, G. W. (1975), Large work of fracture values in wire reinforced, brittle-matrix composites, *J. Mat. Sci. Lett.*, **10**, 170-172.
- Moser, K. & Lumassegger, M. (1988), Weiche Zwischenschichten erhöhen die Dämpfung von Verbundwerkstoffen, *Kunststoffe*, **78**, 701-704.
- Mullin, J. V. (1973), Influence of Fiber Property Variation on Composite Failure Mechanisms, in: *Analysis of the Test Methods for High Modulus Fibers and Composites*, ASTM STP 521, 349-366.
- Nagasawa, C., Sembokuya, H., Hojo, M., Endo, K., Kemmochi, K. & Maki, H. (1990), Tension-Tension and Delamination Fatigue Properties of CF/Epoxy Laminates, *Proc. Ist. France-Japan Seminar on Comp. Mat.*, Paris, 149-156.
- Nairn, J. A. (1992), A variational mechanics analysis of the stresses around breaks in embedded fibres, *Mech. Mat.*, **13**, 131-154.
- Nairn, J. A., Liu, S., Chen, H. & Wedgewood, A. R. (1991), Longitudinal Splitting in Epoxy and K-Polymer Composites: Shear Lag Analysis Including the Effect of Fiber Bridging, *J. Comp. Mat.*, **25**, 1086-1107.

- Nairn, J. A. & Zoller, P. (1991), The Development of Residual Thermal Stresses in Amorphous and Semicrystalline Thermoplastic Matrix Composites, *ASTM STP 937*, 328-341.
- Nammur, G. & Naaman, A. E. (1989), Bond Stress Model for Fiber Reinforced Concrete Based on Bond Stress-Slip Relationship, *ACI Mat. J.*, 45-57.
- Nardin, M., Asloun, E. M. & Schultz, J. (1991a), Study of the Carbon Fiber-Poly(Ether-Ether-Ketone) (PEEK) Interfaces, 1: Surface Characterization of Fibers and Matrices, and Interfacial Adhesion Energy, *Polym. Adv. Techn.*, **2**, 109-114.
- Nardin, M., Asloun, E. M. & Schultz, J. (1991b), Study of the Carbon Fiber-Poly(Ether-Ether-Ketone) (PEEK) Interfaces, 2: Relationship between Interfacial Shear Strength and Adhesion Energy, *Polym. Adv. Techn.*, **2**, 115-122.
- Nardin, M., Asloun, E. M., Muller, F. & Schultz, J. (1991b), Study of the Carbon Fiber-Poly(Ether-Ether-Ketone) (PEEK) Interfaces, 3: Influence and Properties of Interphases, *Polym. Adv. Techn.*, **2**, 161-169.
- Nardin, M., Asloun, E. M., Schultz, J., Brandt, J. & Richter, H. (1991d), Study of the Carbon Fiber-Poly(Ether-Ether-Ketone) (PEEK) Interfaces, 4: Influence of Fiber-Matrix Adhesion on the Mechanical Properties of Unidirectional Composites, *Polym. Adv. Techn.*, **2**, 171-176.
- Narkis, M., Chen, E. J. H. & Pipes, R. B. (1988), Review of Methods for Characterization of Interfacial Fiber-Matrix Interactions, *Polym. Comp.*, **9**, 245-251.
- Netravali, A. N., Schwartz, P. & Phoenix, S. L. (1989a), Study of Interfaces of High-Performance Glass-Fibers and DGEBA-based Epoxy Resins Using Single-Fiber-Composite Test, *Polym. Comp.*, **10**, 385-388.
- Netravali, A. N., Stone, D., Ruoff, S. & Topoleski, L. T. T. (1989b), Continuous Microindenter Push-through Technique for Measuring Interfacial Shear Strength of Fiber Composites, *Comp. Sci. Techn.*, **34**, 289-303.
- Netravali, A. N., Topoleski, L. T. T., Sachse, W. H. & Phoenix, S. L. (1989a), An Acoustic Emission Technique for Measuring Fiber Fragment Length Distributions in the Single-Fiber-Composite Test, *Comp. Sci. Techn.*, **35**, 13-29.
- Neu, A. & Hornbogen, E. (1987), Bruchmechanische Kennzeichnung von Grenzflächen, in: Brockmann, W. (Hrsg., 1987), *Haftung als Basis für Stoffverbunde und Verbundwerkstoffe*, Informationsgesellschaft-Verlag, Oberursel, 35-48.
- Neumann, S. & Marom, G. (1987), Free-volume dependent moisture diffusion under stress in composite materials, *J. Mat. Sci.*, **21**, 26-30.

- Nguyen, H. X. & Ishida, H. (1986), Molecular Analysis of the Interface of Poly(ether ether ketone) and the Basal Plane of Graphite Single Crystals, *Makromol. Chem. Macromol. Symp.*, **5**, 135-149.
- Niederstadt, G., Hufenbach, W. & Hanselka, H. (1990), Viskoelastizität und Dämpfung von CFK-Prepreg-Verbunden, *Kunststoffe*, **80**, 65-69.
- Nowak, H. (1991), Einfluß der Morphologie auf die Faser-Matrix-Haftung eines Glasfaser-Polyethylenterephthalat-Verbundes auf die Scherfestigkeit und das Bruchverhalten im Einzelfaserauszugsversuch, Studienarbeit, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe / Fachgruppe Polymerphysik, Technische Universität Berlin.
- Ohsawa, T., Nakayama, A., Miwa, M. & Hasegawa, A. (1978), Temperature Dependence of Critical Fiber Length for Glass Fiber-Reinforced Thermosetting Resins, *J. Appl. Polym. Sci.*, **22**, 3203-3212.
- Ohtani, R., Kitamura, T., Uematsu, Y. & Hojo, M. (1990), Mode I Delamination of Carbon Fiber Reinforced Thermoplastic Polymer under Static and Cyclic Creep at Elevated Temperatures, *ASTM STP*.
- Outwater, J. P. & Murphy, M. C. (1969), *24th Ann. Tech. Conf. SPI*, Paper **11C**, 1-17.
- Own, S. H., Subramanian, R. V. & Saunders, S. C. (1986), A bimodal lognormal model of the distribution of strength of carbon fibres: effects of electrodeposition of titanium di(dioctyl pyrophosphate)oxyacetate, *J. Mat. Sci.*, **21**, 3912-3920.
- Pamphilis, N. A. (1989), Compositional Analysis of Polyphenylene Sulfide Containing PTFE and Carbon Fibers, *Thermochim. Acta*, **142**, 151-164.
- Papanicolaou, G. C., Paipetis, S. A. & Theocaris, P. S. (1978), The concept of boundary interphase in composite mechanics, *Coll. Polym. Sci.*, **256**, 625-630.
- Papanicolaou, G. C. & Theocaris, P. S. (1979), Thermal properties and volume fraction of the boundary interphase in metal-filled epoxies, *Coll. Polym. Sci.*, **257**, 239-246.
- Papanicolaou, G. C., Theocaris, P. S. & Spathis, G. D. (1980), Adhesion efficiency between phases in fibre-reinforced polymers by means of the concept of boundary interphase, *Coll. Polym. Sci.*, **258**, 1231-1237.
- Papanicolaou, G. C., Messinis, G. J. & Karakatsanidis, S. S. (1989), The effect of interfacial conditions on the elastic-longitudinal modulus of fibre reinforced composites, *J. Mat. Sci.*, **24**, 395-401.
- Pawley, J. W. (Hrsg., 1990), *The Handbook of Biological/Confocal Microscopy*, New York, Plenum Press.

Peacock, J. A., Fife, B., Nield, E. & Barlow, C. Y. (1986a), A Fibre-Matrix Interface Study of some Experimental PEEK/Carbon Fibre Composites, in: Ishida, H. & Koenig, J. L. (Hrsg., 1986), *Composite Interfaces*, Elsevier Sci. Publ., 144-149.

Peacock, J. A., Fife, B., Nield, E. & Crick, R. A. (1986b), Examination of the Morphology of Aromatic Polymer Composite (APC-2) Using an Etching Technique, in: Ishida, H. & Koenig, J. L., *Composite Interfaces*, Elsevier Sci. Publ., 299-307.

Penn, L. S. & Lee, S. M. (1982), Interpretation of the Force Trace for Kevlar/Epoxy Single Filament Pull-out Tests, *Fib. Sci. Techn.*, **17**, 91-97.

Perret, P., Gérard, J. F. & Chabert, B. (1987), A New Method to Study the Fiber-Matrix Interface in Unidirectional Composite Materials: Application for Carbon Fiber-Epoxy Composites, *Polym. Test.*, **7**, 405-418.

Perret, P., Gérard, J. F. & Chabert, B. (1989), Viscoelastic Study of Carbon/Epoxy Unidirectional Composite Materials, *Makromol. Chem. Macromol. Symp.*, **23**, 139-147.

Petermann, J. & Rieck, U. (1987), On the plastic deformation of fibre self-reinforced polymers, *J. Mat. Sci.*, **22**, 1120-1126.

Peters, P. W. M. & Albertsen, H. (1992), The influence of fibre surface treatment on the formation of an interphase in CFRP, *J. Mat. Sci.*, **28**, 1059-1066.

Phoenix, S. L., Schwartz, P. & Robinson, H. H. (1988), Statistics for the Strength and Lifetime in Creep-Rupture of Model Carbon/Epoxy Composites, *Comp. Sci. Techn.*, **32**, 81-120.

Piggott, M. R. (1974), The effect of aspect ratio on toughness in composites, *J. Mat. Sci.*, **9**, 494-502.

Piggott, M. R. (1978), Expressions governing stress-strain curves in short fibre reinforced polymers, *J. Mat. Sci.*, **13**, 1709-1716.

Piggott, M. R. (1980), *Load-Bearing Fibre Composites*, Pergamon Press, New York.

Piggott, M. R. (1987), Debonding and Friction at Fibre-Polymer Interfaces. I: Criteria for Failure and Sliding, *Comp. Sci. Techn.*, **30**, 295-306.

Piggott, M. R. (1989), The Interface in Carbon Fibre Composites, *Carbon*, **27**, 657-662.

Piggott, M. R., Chua, P. S. & Andison, D. (1985), The Interface between Glass and Carbon Fibers and Thermosetting Polymers, *Polym. Comp.*, **6**, 242-248.

- Piggott, M. R. & Dai, S. R. (1988), Brittle Failure at the Fibre-Matrix Interface, in: Ishida, H., *Interfaces in Polymer, Ceramic and Metal Matrix Composites*, Elsevier Sci. Publ., 481-488.
- Pitkethly, M. J. (1993), The use of microscopy in the evaluation of fibre-matrix interfacial properties, *J. Microscopy*, **169**, 183-188.
- Pitkethly, M. J. & Doble, J. B. (1990), Characterizing the fibre/matrix interface of carbon fibre-reinforced composites using a single fibre pull-out test, *Composites*, **21**, 389-395.
- Pitkethly, M. J., Favre, J. P., Gaur, U., Jakubowski, J., Mudrich, S. F., Drzal, L. T., Nardin, M., Wagner, H. D., DiLandro, L., Hampe, A., Arminstead, J. P., Desaegeer, M. & Verpoest, I. (1993), A Round Robin Programme on Interfacial Test Methods, *Comp. Sci. Techn.*, Zur Veröffentlichung eingereichtes Manuskript.
- Poltersdorf, S., Schlüter, W. & Gaddum, V. F. (1990), Dynamisch-mechanische Analysevielseitig von der Polymerforschung bis zur Kunststoff-Anwendungstechnik, *Kunststoffe*, **80**, 1283-1287.
- Price, E., French, D. M. & Tompa, A. S. (1972), The Glass Transition Temperature of a Filled Binder by Nuclear Magnetic Resonance and Thermal Mechanical Analysis, *J. Appl. Polym. Sci.*, **16**, 157-161.
- Pukánsky, B. (1990), Influence of interface interaction on the ultimate tensile properties of polymer composites, *Composites*, **21**, 255-262.
- Pukánsky, B. & Tüdös, F. (1990), Indirect Determination of Interphase Thickness from the Mechanical Properties of Particulate Filled Polymers, in: Ishida, H. (Hrsg., 1990), *Controlled Interphases in Composite Materials, Proc. ICCI-III*, Elsevier Sci. Publ., 691-700.
- Rätzsch, M. (1988), The Influence of the Interface in Polymer Composites, in: Ishida, H. (Hrsg., 1988), *Interfaces in Polymer, Ceramic, and Metal Matrix Composites*, Elsevier Science Publ., 425-441.
- Rätzsch, M., Freitag, K. H., Mäder, E. & Zwiersch, M. (1989), Grenzfläche und Grenzschicht in Faser-Polymer-Verbunden, 28. *Intern. Man-Made Fibres Congress, Dornbirn, Austria*.
- Read, B. E. & Duncan, J. C. (1981), Measurement of Dynamic Properties of Polymeric Glasses for Different Modes of Deformation, *Polym. Test.*, **2**, 135-150.
- Rebenfeld, L. (1986), The Interface between Fibers and Resins in Composites, 25. *Intern. Man-Made Fibres Congress, Dornbirn, Austria*.
- Rebenfeld, L., Desio, G. P. & Wu, J. C. (1991), Effects of Fibers on the Glass Transition Temperature of Polyphenylene Sulfide Composites, *J. Appl. Polym. Sci.*, **42**, 801-805.

Reedy, E. D. (1984), Fiber Stresses in a Cracked Monolayer: Comparison of Shear-Lag and 3-D Finite Element Predictions, *J. Comp. Mat.*, **18**, 595-607.

Reifsnider, K. L. & Henneke, E. G. (1984), Thermography Applied to Reinforced Plastics, in: Pritchard, G. (Hrsg., 1984), *Developments in Reinforced Plastics*, **4**, 89-130.

Reifsnider, K. L. (1993), Modeling of the Interphase in Polymer Matrix Composite Materials, Vortrag, *IPCM'93*, 13.-15.9.93, Cambridge, England.

Ribelles, J. L. G., Sebastia, J. M., Soler, R. M., Pradas, M. M., Greus, A. R. & Anton, J. J. S. (1991), On the Dynamic Mechanical Behaviour of Poly(ethyl methacrylate) Reinforced with Kevlar Fibres, *J. Appl. Polym. Sci.*, **42**, 1647-1657.

Robinson, I. M., Yeung, P. H. J., Galiotis, C., Young, R. J. & Batchelder, D. N. (1986), Stress induced twinning of polydiacetylene single crystal fibres in composites, *J. Mat. Sci.*, **21**, 3440-3444.

Sachse, W. (1990), Measurement of the Interfacial Strength of Fibers and Thin Films, *Mat. Sci. Engn.*, **A126**, 133-139.

Saiello, S., Kenny, J. & Nicolais, L. (1990), Interface morphology of carbon fibre/PEEK composites, *J. Mat. Sci.*, **25**, 3493-3496.

Sawada, Y., Shindo, A. & Nakanishi, Y. (1987), Interfacial Adhesion in a Carbon Fibre-Polyimide Composite, *JCCM & ECCM*, 5448-5457.

Schadler, L. S., Laird, C. & Figueroa, J. C. (1992a), Interphase behaviour in graphite-thermoplastic monofilament composites. Part I: Monotonic behaviour, *J. Mat. Sci.*, **27**, 4024-4034.

Schadler, L. S., Laird, C. & Figueroa, J. C. (1992b), Interphase behaviour in graphite-thermoplastic monofilament composites. Part II: Cyclic behaviour, *J. Mat. Sci.*, **27**, 4035-4044.

Schadler, L. S., Laird, C., Melanitis, N., Galiotis, C. & Figuera, J. C. (1992c), Interfacial studies on carbon/thermoplastic model composites using laser Raman spectroscopy, *J. Mat. Sci.*, **27**, 1663-1671.

Scheer, R. J. & Nairn, J. A. (1992), Variational Mechanics Analysis of Stresses and Failure in Microdrop Debond Specimens, *Comp. Engn.*, **2**, 641-654.

Schulz, E., Auersch, W., Meretz, S., Kalinka, G., Hampe, A. (1993), Investigations of Carbon Fibre Reinforced Poly(Phenylene Sulphide) Model Composites with Polarization Microscopy, Manuskript.

- Seefried, C. G. & Koleske, J. V. (1976) Characterization of Polymeric Materials by Dynamic Mechanical Properties, *J. Test. Eval.*, **4**, 220-227.
- Shaner, J. R. & Corneliussen, R. D. (1972), Transcrystalline Growth at an Internal Surface, *k. A.*, 1611-1613.
- Shelton, C. G. & Marks, P. R. (1988), Failure of ductile interlayer composites: high-resolution X-radiographic examination using an opaque penetrant, *J. Mat. Sci. Lett.*, **7**, 673-675.
- Shinozaki, D. M., Cheng, P. C., Haridoss, S., Mitchell, R. & Fenster, A. (1991), Three-dimensional optical microscopy of water trees in polyethylene, *J. Mat. Sci.*, **26**, 6151-6160.
- Singh, R. N. & Brun, M. K. (1987), Effect of Boron Nitride Coating on Fiber-Matrix Interactions, *Ceram. Engn. Sci. Proc.*, **8**, 636-643.
- Smith, G. E. & Spencer, A. J. (1970), Interfacial Traction in a Fibre-Reinforced Elastic Composite Material, *J. Mech. Phys. Sol.*, **18**, 81-100.
- Stang, H. & Shah, S. P. (1986), Failure of fibre-reinforced composites by pull-out fracture, *J. Mat. Sci.*, **21**, 953-957.
- Steeman, P. A. M., Maurer, F. H. J. & van Es, M. A. (1991), Dielectric monitoring of water absorption in glass-bead-filled high-density polyethylene, *Polymer*, **32**, 523-530.
- Sun, C. T., Gibson, R. F. & Chaturvedi, S. K. (1985), Internal material damping of polymer matrix composites under off-axis loading, *J. Mat. Sci.*, **20**, 2575-2585.
- Takaku, A. & Arridge, R. G. C. (1973), The effect of interfacial radial and shear stress on fibre pull-out in composite materials, *J. Phys. Appl. Phys.*, **D6**, 2038-2047.
- Takayanagi, M., Uemura, S. & Minami, S. (1964), Application of Equivalent Model Method to Dynamic Rheo-Optical Properties of Crystalline Polymer, *J. Polym. Sci.*, **C5**, 113-122.
- Theocaris, P. S. (1984), On the evaluation of adhesion between phases in fiber composites, *Coll. Polym. Sci.*, **262**, 929-938.
- Theocaris, P. S. (1985a), Phase transformation at the boundary layers between polymers, and solid surfaces, *Coll. Polym. Sci.*, **263**, 863-872.
- Theocaris, P. S. (1985b), The Mesophase and its Influence on the Mechanical Behaviour of Composites, *Adv. Polym. Sci.*, **66**, 149-187.
- Theocaris, P. S. (1987a), Synergism phenomena between phases in composites: the mesophase, *Coll. Polym. Sci.*, **265**, 461-480.
- Theocaris, P. S. (1987b), *The Mesophase Concept in Composites*, Springer-Verlag, Berlin.

- Theocaris, P. S. & Papanicolaou, G. C. (1980), Variation of glass transition temperature with direction in unidirectional glass fiber-reinforced composites, *Coll. Polym. Sci.*, **258**, 1044-1051.
- Theocaris, P. S. & Ponirides, P. H. (1986), Adhesion Quality and Extent of Mesophase in Particulates along the Whole Viscoelastic Spectrum, *J. Appl. Polym. Sci.*, **32**, 6267-6279.
- Theocaris, P. S., Spathis, G. & Kefalas, B. (1982), The adhesion coefficient of fiber-reinforced polymers evaluated by dynamic measurements, *Coll. Polym. Sci.*, **260**, 837-841.
- Theocaris, P. S. & Varias, A. G. (1986), The influence of the mesophase on the transverse and longitudinal moduli and the major Poisson ratio in fibrous composites, *Coll. Polym. Sci.*, **264**, 561-569.
- Theocaris, P. S. & Varias, A. G. (1987), Accurate evaluation of the transverse shear modulus in unidirectional fibrous composites, *Rheol. Acta*, **26**, 182-192.
- Thomason, J. L. (1992), A note on the investigation of the composite interphase by means of thermal analysis, *Comp. Sci. Techn.*, **44**, 87-90.
- Thomason, J. L. & Knoester, A. (1990), Application of confocal scanning optical microscopy to the study of fibre-reinforced polymer composites, *J. Mat. Sci. Lett.*, **9**, 258-262.
- Thomason, J. L. & van Rooyen, A. A. (1992a), Transcrystallized interphase in thermoplastic composites. Part I. Influence of fibre type and crystallization temperature, *J. Mat. Sci.*, **27**, 889-896.
- Thomason, J. L. & van Rooyen, A. A. (1992b), Transcrystallized interphase in thermoplastic composites. Part II. Influence of interfacial stress, cooling rate, fibre properties and polymer molecular weight, *J. Mat. Sci.*, **27**, 897-907.
- Timoshenko, S. P. & Goodier, J. N. (1951), *Theory of elasticity*, McGraw-Hill, New York.
- Tissington, B., Pollard, G. & Ward, I. M. (1992), A study of the effects of oxygen plasma treatment on the adhesion behaviour of polyethylene fibres, *Comp. Sci. Techn.*, **44**, 185-195.
- Tobolsky, A. V. (1967), *Properties and Structure of Polymers*, 3. Auflage, John Wiley & Sons, New York.
- Tomlinson, W. J. & Barnes, R. S. (1992), Fibre coatings and the mechanical properties of carbon fibre/nylon 6 composites, *J. Mat. Sci. Lett.*, **11**, 440-442.
- Turner, C. E. (1978), Yielding Fracture Mechanics, in: Cox et al. (1978), Kapitel 4.
- Tyson, W. R. & Davies, G. J. (1965), A photoelastic study of the shear stresses associated with the transfer of stress during fibre reinforcement, *Brit. J. Appl. Phys.*, **16**, 199-205.

- van der Poel, C. (1958), On the Rheology of Concentrated Dispersions, *Rheol. Acta*, **1**, 198-205.
- Vautey, P., Merienne, M. C., Cottenot, C. & Favre, J. P. (1989), Shear stress transfer in AS4/PEEK single filament model composites, *Proc. IPCM'89*, 53-56.
- Waddon, A. J., Hill, M. J., Keller, A. & Blundell, D. J. (1987), On the crystal texture of linear polyaryls (PEEK, PEK and PPS), *J. Mat. Sci.*, **22**, 1773.
- Wadsworth, N. J. & Spilling, I. (1968), Load transfer from broken fibres in composite materials, *Brit. J. Appl. Phys. (J. Phys. D)*, **1**, 1049-1058.
- Wagner, H. D. & Eitan, A. (1990), Interpretation of the fragmentation phenomenon in single-filament composite experiments, *Appl. Phys. Lett.*, **56**, 1965-1967.
- Wagner, H. D., Migliaresi, C., Gilbert, A. H. & Marom, G. (1992), Transverse loading of monofilament reinforced microcomposites: a novel fragmentation technique for measuring the fibre compressive strength, *J. Mat. Sci.*, **27**, 4175-4180.
- Wagner, H. D., Phoenix, S. L. & Schwartz, P. (1984), A Study of Statistical Variability in the Strength of Single Aramid Filaments, *J. Mat. Sci.*, **18**, 312-338.
- Wagner, H. D., Schwartz, P. & Phoenix, S. L. (1986), Lifetime statistics for single Kevlar 49 filaments in creep-rupture, *J. Mat. Sci.*, **21**, 1868-1878.
- Wagner, H. D. & Steenbakkens, L. W. (1989), Microdamage analysis of fibrous composite monolayers under tensile stress, *J. Mat. Sci.*, **24**, 3956-3975.
- Watson, A. S. & Smith, R. L. (1985), An examination of statistical theories for fibrous materials in the light of experimental data, *J. Mat. Sci.*, **20**, 3260-3270.
- Wells, J. K. & Beaumont, P. W. R. (1982), Construction and Use of Toughness Maps in a Fracture Analysis of the Micromechanics of Composite Failure, *ASTM STP 787*, 147-162.
- Wells, J. K. & Beaumont, P. W. R. (1985), Debonding and pull-out processes in fibrous composites, *J. Mat. Sci.*, **20**, 1275-1284.
- Wells, J. K. & Beaumont, P. W. R. (1987), The prediction of R-curves and notched tensile strength for composite laminates, *J. Mat. Sci.*, **22**, 1457-1468.
- Wells, J. K. & Beaumont, P. W. R. (1988), The toughness of a composite containing short brittle fibres, *J. Mat. Sci.*, **23**, 1274-1278.
- Wetton, R. E. & de Blok, R. (1989), Einfluß der Orientierung auf die Glasübergangstemperatur, *Kunststoffe*, **79**, 60-62.

- Whitney, J. M. & Drzal, L. T. (1987), Axisymmetric Stress Distribution Around an Isolated Fiber Fragment, *ASTM STP 937*, 179-196.
- Williams, J. G., Donnellan, M. E., James, M. R. & Morris, W. L. (1990a), Properties of the Interphase in Organic Matrix Composites, *Mat. Sci. Engn.*, **A126**, 305-312.
- Williams, J. G., Donnellan, M. E., James, M. R. & Morris, W. L. (1990b), Elastic and Inelastic Deformations in the Interphase in Organic Matrix Composites, *Proc. Am. Soc. Comp., E. Lansing, Michigan*, 127-136.
- Wolstenholme, L. C. & Smith, R. L. (1989), Statistical inference about stress concentrations in fibre-matrix composites, *J. Mat. Sci.*, **24**, 1559-1569.
- Wu, H. F. & Claypool, C. M. (1991), An analytical approach of the microbond test method used in characterizing the fibre-matrix interface, *J. Mat. Sci. Lett.*, **10**, 260-262.
- Yamini, S. & Young, R. J. (1980), The mechanical properties of epoxy resins, *J. Mat. Sci.*, **15**, 1823-1831.
- Yates, B., Overy, M. J., Sargent, J. P., McCalla, B. A., Kingston-Lee, D. M., Phillips, L. N. & Rogers, K. F. (1978), The thermal expansion of carbon-fibre reinforced plastics. Part 2: The influence of the fibre volume fraction, *J. Mat. Sci.*, **13**, 433-440.
- Yates, B., Rogers, K. F., Kingston-Lee, D. M. & Phillips, L. N. (1982), The thermal expansion of carbon-reinforced plastics. Part 7: Technological implications, *J. Mat. Sci.*, **17**, 1880-1888.
- Yuan, L. Y., Shyu, S. S. & Lai, J. Y. (1991), Plasma Surface Treatments on Carbon Fibres. II. Mechanical Property and Interfacial Shear Strength, *J. Appl. Polym. Sci.*, **42**, 2525-2534.
- Yue, C. Y. & Cheung, W. L. (1991), Discriminating between strength-based and fracture-based approaches in debonding in glass fibre-reinforced polypropylene composite, *J. Mat. Sci. Lett.*, **10**, 1335-1337.
- Yue, C. Y. & Cheung, W. L. (1992a), Interfacial properties of fibrous composites. Part I: Model for the debonding and pull-out processes, *J. Mat. Sci.*, **27**, 3173-3181.
- Yue, C. Y. & Cheung, W. L. (1992b), Interfacial properties of fibrous composites. Part II: Determination of interfacial shear strength, interfacial coefficient of friction, and the shrinkage pressure on the fibre, *J. Mat. Sci.*, **27**, 3181-3191.
- Zeng, H. & Kong, B. (1986), Investigations on the Structure and Properties of the Carbon Fiber/Nylon-1010 Composites, in: Ishida, H. & Koenig, J. L. (Hrsg., 1986), *Composite Interfaces*, Elsevier Sci. Publ., 55-64.

Zhenyi, M., Langford, S. C., Dickinson, J. T., Engelhard, M. H. & Baer, D. R. (1991), Fractal character of crack propagation in epoxy and epoxy composites as revealed by photon emission during fracture, *J. Mat. Res.*, **6**, 183-195.

Zhou, L. M., Kim, J. K. & Mai, Y. W. (1991), Interfacial debonding and fibre pull-out stresses. Part II: A new model based on the fracture mechanics approach, *J. Mat. Sci.*, **27**,

Ziegel, K. D. & Romanov, A. (1973a), Modulus Reinforcement in Elastomer Composites. I. Inorganic Fillers, *J. Appl. Polym. Sci.*, **17**, 1119-1131.

Ziegel, K. D. & Romanov, A. (1973b), Modulus Reinforcement in Elastomer Composites. II. Polymeric Fillers, *J. Appl. Polym. Sci.*, **17**, 1133-1142.

Bisher erschienene Forschungsberichte der BAM

Nr. 1/1968

Forschung und Entwicklung in der Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM)
Rechenschaftsbericht für den Bundesminister für Bildung und Wissenschaft

Nr. 2/1970 (vergriffen)

G. Andreas
Zum Problem des Feuchtigkeitsschutzes von Dehnungsmeßstreifen und Halbleitergebern

Nr. 3/1970

J. Ziebs
Über das mechanische Verhalten von Aluminium-Stahl-Freileitungsseilen als Beispiel für Verbundbauteile

Nr. 4/1970 (vergriffen)

A. Burmester
Formbeständigkeit von Holz gegenüber Feuchtigkeit - Grundlagen und Vergütungsverfahren

Nr. 5/1971

N. Steiner
Die Bedeutung der Netzstellenart und der Netzwerkkettendichte für die Beschreibung der elastischen Eigenschaften und des Abbaus von elastomeren Netzwerken

Nr. 6/1971

P. Schneider
Zur Problematik der Prüfung und Beurteilung des Luftschallschutzes von Bauelementen bei unterschiedlichen Einbaubedingungen

Nr. 7/1971

H.-J. Petrowitz
Chromatographie und chemische Konstitution - Untersuchungen über den Einfluß der Struktur organischer Verbindungen auf das Verhalten bei der Dünnschicht-Chromatographie

Nr. 8/1971

H. Veith
Zum Spannungs-Drehungs-Verhalten von Baustählen bei Wechselbeanspruchung

Nr. 9/1971

K.-H. Möller
Untersuchung über die sichernde Wirkung poröser Massen in Acetylenflaschen

Nr. 10/1972

D. Aurich, E. Martin
Untersuchungen über die Korngrößenbestimmung mit Ultraschall zur Entwicklung einer für die Praxis geeigneten zerstörungsfreien Meßmethode

Nr. 11/1972

H.-J. Krause
Beitrag zur Kenntnis der Schnittriefenbildung und Schnittgütwerte beim Brennschneiden

Nr. 12/1972

H. Feuerberg
Über Veränderungen von Nylon-6-Fasern beim Texturieren

Nr. 13/1972

K.-H. Habig, K. Kirschke, W.-W. Maennig, H. Tischer
Festkörpergleitreibung und Verschleiß von Eisen, Kobalt, Kupfer, Silber, Magnesium und Aluminium in einem Sauerstoff-Stickstoff-Gemisch zwischen 760 und $2 \cdot 10^{-7}$ Torr

Nr. 14/1972

E. Fischer
Untersuchungen zur Amplitudenabhängigkeit der Ultraschalldämpfung in Metallen bei 20 kHz

Nr. 15/1972

H. Pohl
Studie und Probleme der chemischen Edelmetall-Analyse

Nr. 16/1972

E. Knublauch
Über Ausführung und Aussagefähigkeit des Normbrandversuches nach DIN 4102, Blatt 2, im Hinblick auf die Nachbildung natürlicher Schadenfeuer

Nr. 17/1972

P. Reimers
Aktivierungsanalyse mit schnellen Neutronen, Photonen und geladenen Teilchen

Nr. 18/1973

W. Struck
Das Spröbruchverhalten des Baustahles R St 37-2 N in geschweißten Konstruktionen, dargestellt mit Hilfe der Methode des Temperaturvergleiches

Nr. 19/1973

K. Kaffanke, H. Czichos
Die Bestimmung von Grenzflächentemperaturen bei tribologischen Vorgängen

Nr. 20/1973

R. Rudolphi
Brandrisiko elektrischer Leitungen und Installationen in Wänden

Nr. 21/1973

D. Klaffke, W. Maennig
Die kontinuumsmechanische Erfassung des zeitlichen Ablaufs der elastisch-plastischen Dehnungen bei der Zerrütung

Nr. 22/1973

R. Rudolphi, E. Knublauch
Untersuchungen für ein Prüfverfahren zur Bemessung der Brandschutzbekleidung von Stahlstützen

Nr. 23/1973

W. Ruske
Reichs- und preußische Landesanstalten in Berlin. Ihre Entstehung und Entwicklung als außeruniversitäre Forschungsanstalten und Beratungsorgane der politischen Instanzen

Nr. 24/1973

J. Stanke, E. Klement, R. Rudolphi
Das Brandverhalten von Holzstützen unter Druckbeanspruchung

Nr. 25/1973

E. Knublauch
Über das Brandgeschehen vor der Fassade eines brennenden Gebäudes unter besonderer Berücksichtigung der Feuerbeanspruchung von Außenstützen

Nr. 26/1974

P. Jost, P. Reimers, P. Weise
Der Elektronen-Linearbeschleuniger der BAM - Eigenschaften und erste Anwendungen

Nr. 27/1974

H. Wüstenberg
Untersuchungen zum Schallfeld von Winkelprüfköpfen für die Materialprüfung mit Ultraschall

Nr. 28/1974

H. Heinrich
Zum Ablauf von Gasexplosionen in mit Rohrleitungen verbundenen Behältern

Nr. 29/1974

P. Schneider
Theorie der dissipativen Luftschalldämmung bei einem Idealisotropen porösen Material mit starrem Skelet für senkrechten, schrägen und allseitigen Schalleinfall

Nr. 30/1974 (vergriffen)

H. Czichos, G. Salomon
The Application of Systems Thinking and Systems Analysis to Tribology

Nr. 31/1975

G. Fuhrmann
Untersuchungen zur Klärung des Verhaltens thermoplastischer Kunststoffe bei Wechseldehnungsbeanspruchung

Nr. 32/1975

R. Rudolphi, B. Böttcher
Ein thermo-elektrisches Netzwerkverfahren zur Berechnung stationärer Temperatur- und Wärmestromverteilungen mit Anwendungsbeispielen

Nr. 33/1975

A. Wagner, G. Kieper, R. Rudolphi
Die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit von Baustoffen mit Hilfe eines nicht-stationären Meßverfahrens

Nr. 34/1976 (vergriffen)

H.-J. Deppe
Untersuchungen zur Vergütung von Holzwerkstoff

Nr. 35/1976

E. Limberger
Der Widerstand von Platten, die als Beplankungsmaterial leichter Wände verwendet werden, gegenüber dem Aufprall harter Körper - Vorschlag für ein Prüfverfahren -

Nr. 36/1976 (vergriffen)

J. Hundt
Wärme- und Feuchtigkeitsleitung in Beton unter Einwirkung eines Temperaturgefälles

Nr. 37/1976

W. Struck
Die stoßartige Beanspruchung leichter, nichttragender Bauteile durch einen mit der Schulter gegenprallenden Menschen - Vorschlag für ein Prüfverfahren -

Nr. 38/1976

K.-H. Habig
Verschleißuntersuchungen an gas-, bad- und ionitriertem Stahl 42 CrMo 4

Nr. 39/1976

K. Kirschke, G. Kempf
Untersuchung der viskoelastischen Eigenschaften von Flüssigkeiten (mit Nicht-Newton'schem Fließverhalten) insbesondere bei höherer Schwerbeanspruchung

Nr. 40/1976

H. Hantsche
Zum Untergrundabzug bei energiedispersiven Spektren nach verschiedenen Verfahren

Nr. 41/1976

B. Böttcher
Optische Eigenschaften cholesterinischer Flüssigkeiten

Nr. 42/1976

S. Dietlen
Ermittlung der Mindestzündenergie brennbarer Gase in Mischung mit Luft

Nr. 43/1976

W. Struck
Das Spröbruchverhalten geschweißter Bauteile aus Stahl mit zäh-sprödem Übergang im Bruchverhalten, dargestellt mit Hilfe der Methode des Temperaturvergleiches

Nr. 44/1976

W. Matthees
Berechnung von räumlichen, linear elastischen Systemen, die aus finiten Stab- und Balkenelementen zusammengesetzt sind, unter Verwendung des Programms "Stab-Werk"

- Nr. 45/1976
W. Paatsch
Untersuchung des Elektrodenverhaltens im Vakuum aufgedampfter Metallschichten
- Nr. 46/1977 (vergriffen)
G. Schickert, H. Winkler
Versuchsergebnisse zur Festigkeit und Verformung von Beton bei mehraxialer Druckbeanspruchung
Results of Test Concerning Strength and Strain of Concrete Subjected to Multiaxial Compressive Stresses
- Nr. 47/1977
A. Plank
Bautechnische Einflüsse auf die Tragfähigkeit von Kunststoffdübeln für Fassadenbekleidungen
- Nr. 48/1977
U. Holzlöhner
Setzung von Fundamenten infolge dynamischer Last, angewendet auf die Fundamente einer geplanten Schnellbahn
- Nr. 49/1977
G. Wittig
Untersuchungen zur Anwendung von Mikrowellen in der zerstörungsfreien Prüfung
- Nr. 50/1978 (vergriffen)
N. Czaika, N. Mayer, C. Amberg, G. Magiers, G. Andreae, W. Markowski
Zur Meßtechnik für die Sicherheitsbeurteilung und Überwachung von Spannbeton-Reaktordruckbehältern
- Nr. 51/1978
J. Sickfeld
Auswirkung von chemischen und physikalisch-technologischen Einflußfaktoren auf das Beständigkeitsverhalten von Oberflächenbeschichtungen auf der Basis von Reaktionsbeschichtungsstoffen
- Nr. 52/1978
A. Tomov
Zum Einfluß der Gleitgeschwindigkeit auf das tribologische Verhalten von Werkstoffen hoher Härte bei reiner Festkörperreibung
- Nr. 53/1978
R.-G. Rohrmann, R. Rudolphi
Bemessung und Optimierung beheizbarer Straßen- und Brückenbeläge
- Nr. 54/1978
H. Sander
Magnetisches Verhalten dünner Eisen-schichten bei mechanischer Wechselbeanspruchung
- Nr. 55/1978
D. Klaffke
Beobachtung und Orientierungsbestimmung der Oberflächenkristalle polykristalliner 99,999 %-A1-Proben bei Biegewechselbeanspruchung
- Nr. 56/1979
W. Brünner, C. Langlie
Stabilität von Sandwichbauteilen
- Nr. 57/1979
M. Stadthaus
Untersuchungen an Prüfmitteln für die Magnetpulverprüfung
Investigations on Inspection-Media for Magnetic Particle-Testing
- Nr. 58/1979
W. Struck
Ermittlung des Bauteilwiderstandes aus Versuchsergebnissen bei vereinbartem Sicherheitsniveau
- Nr. 59/1979
G. Plauk
Ermittlung der Verformungen biegebeanspruchter Stahlbetonbalken mit der
- Methode der Finiten Elemente unter besonderer Berücksichtigung des Verbundes zwischen Beton und Stahl**
- Nr. 60/1979
H. Spreckelmeyer, R. Helms, J. Ziebs
Untersuchungen zur Erfassung der Kaltformbarkeit von Feinblechen beim Strecken
- Nr. 61/1979
K. Richter
Beschreibung von Problemen der höheren Farbmetrik mit Hilfe des Gegenfarbensystems
- Nr. 62/1979
W. Gerisch, G. Becker
Geomagnetobiologisch bedingter Zusammenhang zwischen der Fraßaktivität von Termiten und der Zahl der Sterbefälle
- Nr. 63/1979
E. Behrend, J. Ludwig
Untersuchungen an Stopfbuchsen von Ventilen und Schiebern für Gase
- Nr. 64/1980
W. Rücker
Ermittlung der Schwingungserregung beim Betrieb schienengebundener Fahrzeuge in Tunneln sowie Untersuchung des Einflusses einzelner Parameter auf die Ausbreitung von Erschütterungen im Tunnel und dessen Umgebung
- Nr. 65/1980
P. Schmidt, D. Aurich, R. Helms, H. Veith, J. Ziebs
Untersuchungen über den Einfluß des Spannungszustandes auf bruchmechanische Kennwerte
- Nr. 66/1980
M. Hattwig
Auswirkung von Druckentlastungsvorgängen auf die Umgebung
- Nr. 67/1980
W. Matthees
Beitrag zur dynamischen Analyse von vorgespannten und vorbelasteten Feder-Masse-Systemen mit veränderlicher Gliederung unter stoßartiger Beanspruchung
- Nr. 68/1980
D. Petersohn
Oberflächenmeßverfahren unter besonderer Berücksichtigung der Stereomeßtechnik. Entwicklung eines vollzentrischen Präzisions-Goniometers
- Nr. 69/1980
F. Buchhardt, P. Brandl
Untersuchungen zur Integrität den Liners von Reaktorsicherheitschillen (Containments) in Stahlbeton- und Spannbetonbauweise
- Nr. 70/1980 (vergriffen)
G. Schickert
Schwellenwerte beim Betondruckversuch
- Nr. 71/1980
W. Matthees, G. Magiera
Untersuchungen über durch den Boden gekoppelte dynamische Wechselwirkungen benachbarter Kernkraftwerksbauten großer Masse unter seismischen Einwirkungen
- Nr. 72/1980
R. Rudolphi
Übertragbarkeit der Ergebnisse von Brandprüfungen am Beispiel von Stahl- und Holzstützen
- Nr. 73/1980
P. Wegener
Vergleichende Untersuchungen zum Tragverhalten von Klemmkupplungen für Stahlrohrgerüste nach bestehenden deutschen Prüfvorschriften und geplanten europäischen bzw. internationalen Prüfnormen
- Nr. 74/1980
R. Rudolphi, R. Müller
ALGOL-Computerprogramm zur Berechnung zweidimensionaler instationärer Temperaturverteilungen mit Anwendungen aus dem Brand- und Wärmeschutz
- Nr. 75/1980
H.-J. Heinrich
Beitrag zur Kenntnis des zeitlichen und örtlichen Druckverlaufs bei der plötzlichen Entlastung unter Druck stehender Behälter und Behälterkombinationen
- Nr. 76/1980
D. Klaffke, W.-W. Maennig
Deformationsverhalten von Rein- und Reinstaluminium sowie Cu 99,9 und St 37 bei Biegewechselbeanspruchung im Rasterelektronenmikroskop
- Nr. 77/1981
M. Gierloff, M. Mautzsch
Untersuchung des Verhaltens von Lagerzementen
- Nr. 78/1981
W. Rücker
Dynamische Wechselwirkung eines Schienen-Schwellensystems mit dem Untergrund
- Nr. 79/1981
V. Neumann
Ein Beitrag zur Untersuchung der wasserstoffbeeinflussten Kalttrißeignung höherfester niedriglegierter Feinkornbaustähle mit dem Implantversuch
- Nr. 80/1981
A. Plank, W. Struck, M. Tzschätzsch
Ursachen des Teileinsturzes der Kongreßhalle in Berlin-Tiergarten
- Nr. 81/1981
J. Schmidt
Graphisch-rechnerisches Verfahren zum Erfassen der Zündhäufigkeit zündbarer Stoffe; Anwendung auf Datenmaterial aus dem Bereich der Statistik
- Nr. 82/1982
R. Helms, H.-J. Kühn, S. Ledworuski
Zur werkstoffmechanischen Beurteilung des Kerbschlagbiegeversuches
Assessment of the mechanical behaviour of materials in the notched bar impact test
- Nr. 83/1982
H. Czichos, P. Feinle
Tribologisches Verhalten von thermoplastischen Kunststoffen - Kontaktdeformation, Reibung und Verschleiß, Oberflächenuntersuchungen -
- Nr. 84/1982
R. Müller, R. Rudolphi
Übertragbarkeit der Ergebnisse von Brandprüfungen im Kleinprüfstand (Vergleichsversuche)
- Nr. 85/ISBN 3-88314-231 -X/1982
H. Czichos
Technische Materialforschung und -prüfung - Entwicklungstendenzen und Rahmenvorschläge für ein EG-Programm "Basic Technological Research" Materials Research and Testing - Development Trends and Outline Proposals for a Community Programme "Basic Technological Research" -
- Nr. 86/ISBN 3-88314-232-8/1982
K. Niesel, P. Schimmelwitz
Zur quantitativen Kennzeichnung des Verwitterungsverhaltens von Naturwerksteinen anhand ihrer Gefügemerkmale
- Nr. 87/ISBN 3-88314-240-9/1982
B. Isecke, W. Stichel
Einfluß baupraktischer Umgebungsbedingungen auf das Korrosionsverhalten von Spannstählen vor dem Injizieren

- Nr. 88/ISBN 3-88314-254-9/1983
A. Erhard
Untersuchungen zur Ausbreitung von Longitudinalwellen an Oberflächen bei der Materialprüfung mit Ultraschall
- Nr. 89/ISBN 3-88314-263-8/1983
D. Conrad, S. Dietlen
Untersuchungen zur Zerfallsfähigkeit von Distickstoffoxid
- Nr. 90/ISBN 3-88314-264-6/1983
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
- Nr. 91/ISBN 3-88314-265-4/1983
M. Weber
Dreidimensionale Analyse von unbewehrtem Beton mit nichtlinear-elastischem Materialgesetz
- Nr. 92/ISBN 3-88314-266-2/1983
L. Auersch
Ausbreitung von Erschütterungen durch den Boden
- Nr. 93/ISBN 3-88314-283-2/1983
P. Studt
Unterdrückung stick-slip-induzierter Kurvengeräusche schienengebundener Fahrzeuge durch eine physikalisch-chemische Oberflächenbehandlung der Schienen
- Nr. 94/ISBN 3-88314-284-0/1983
Xian-Quan Dong
Untersuchungen der Störschwingungen beim Kerbschlagbiegeversuch und deren Abschwächungen
- Nr. 95/ISBN 3-88314-289-1/1983
M. Römer
Über die Fokussierung des Schallfeldes von Ultraschall-Prüfköpfen mit Fresnelschen Zonenplatten
- Nr. 96/ISBN 3-88314-296-4/1983
H. Eifler
Verbundverhalten zwischen Beton und geripptem Betonstahl sowie sein Einfluß auf inelastische Verformungen biegebeanspruchter Stahlbetonbalken
- Nr. 97/ISBN 3-88314-297-2/1983
G. Fuhrmann, W. Schwarz
Typische Bruchflächenausbildung thermoplastischer Kunststoffe nach wechselnder mechanischer Beanspruchung
- Nr. 98/ISBN 3-88314-312-X/1983
E. Schnabel
Bestimmung des elastischen Verhaltens von Maschenwaren - Stretch- und Erholungsvermögen -
- Nr. 99/ISBN 3-88314-317-0/1983
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
- Nr. 100/ISBN 3-88314-298-0/1984
G. Klamrowski, P. Neustupny
Untersuchungen zur Prüfung von Beton auf Frostwiderstand
- Nr. 101/ISBN 3-88314-327-8/1984
P. Reimers, J. Goebbels, H. Heidt, P. Weise, K. Wilding
Röntgen- und Gammastrahlen-Computer-Tomographie
- Nr. 102/ISBN 3-88314-335-9/1984
G. Magiers
Weiterentwicklung des hydraulischen Kompensationsverfahrens auf Druckspannungsmessung in Beton
- Nr. 103/ISBN 3-88314-328-6/1984
D. Schnitger
Radiographie mit Elektronen aus Metallverstärkerfolien
- Nr. 104/ISBN 3-88314-339-1/1984
M. Gierloff
Beeinflussung von Betoneigenschaften durch Zusatz von Kunststoffdispersionen
- Nr. 105/ISBN 3-88314-345-6/1984
B. Schulz-Forberg
Beitrag zum Bremsverhalten energieumwandelnder Aufsetzpuffer in Aufzugsanlagen
- Nr. 106/ISBN 3-88314-360-X/1984
J. Lehnert
Setzung von Fundamenten infolge dynamischer Last
- Nr. 107/ISBN 3-88314-361-8/1984
W. Stichel, J. Ehreke
Korrosion von Stahlradiatoren
- Nr. 108/ISBN 3-88314-363-4/1984
L. Auersch
Durch Bodenerschütterungen angeregte Gebäudeschwingungen - Ergebnisse von Modellrechnungen
- Nr. 109/ISBN 3-88314-381-2/1985
M. Omar
Zur Wirkung der Schrumpfbegrenzung auf den Schweißspannungszustand und das Sprödbruchverhalten von unterpulvergeschweißten Blechen aus St E 460 N
- Nr. 110/ISBN 3-88314-382-0/1985
H. Walde, B. Kropp
Wasserstoff als Energieträger
- Nr. 111/ISBN 3-88314-383-9/1985
K. Ziegler
Über den Einfluß der Initiierung auf die detonative Umsetzung von Andex-Sprengstoffen unter Berücksichtigung sicherheitstechnischer Gesichtspunkte
- Nr. 112/ISBN 3-88314-409-6/1985
W. Lützwow
Zeitstandverhalten und strukturelle Veränderungen von vielfach wiederverarbeiteten Polyethylenen
- Nr. 113/ISBN 3-88314-410-X/1985
R. Helms, H. Henke, G. Oelrich, T. Saito
Untersuchungen zum Frequenzeinfluß auf die Schwingungskorrosion von Offshore-Konstruktionen
- Nr. 114/ISBN 3-88314-419-3/1985
P. Rose, P. Raabe, W. Daum, A. Szameit
Neue Verfahren für die Prüfung von Reaktorkomponenten mittels Röntgen- und Gammastrahlen
- Nr. 115/ISBN 3-88314-420-7/1985
K. Richter
Farbempfindungsmerkmal Elementaruntunton und Buntheitsabstände als Funktion von Farbart und Leuchtdichte von In- und Umfeld
- Nr. 116/ISBN 3-88314-460-6/1985
F.-J. Kasper, R. Müller, R. Rudolphi, A. Wagner
Theoretische Ermittlung des Wärmedurchgangskoeffizienten von Fensterkonstruktionen unter besonderer Berücksichtigung der Rahmenproblematik
- Nr. 117/ISBN 3-88314-468-1/1985
H. Czichos, G. Sievers
Materials Technologies and Techno-Economic Development
A Study for the German Foundation for International Development (Deutsche Stiftung für Internationale Entwicklung)
- Nr. 118/ISBN 3-88314-469-X/1985
H. Treumann, H. Andre, E. Blossfeld, N. Pfeil, M.-M. Zindler
Brand- und Explosionsgefahren explosionsgefährlicher Stoffe bei Herstellung und Lagerung - Modellversuche mit pyrotechnischen Sätzen und Gegenständen
- Nr. 119/ISBN 3-88314-472-X/1985
J. Herter, K. Brandes, E. Limberger
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Versuche an Stahlbetonplatten, Teil 1
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
Tests on Reinforced Concrete Slabs, Part 1
- Nr. 120/ISBN 3-88314-514-9/1986
A. Hecht
Zerstörungsfreie Korngrößenbestimmung an austenitischen Feinblechen mit Hilfe der Ultraschallrückstreuung
- Nr. 121/ISBN 3-88314-530-0/1986
P. Feinle, K.-H. Habig
Versagenskriterien von Stahlgleitpaarungen unter Mischreibungsbedingungen; Einflüsse von Stahlzusammensetzung und Wärmebehandlung
- Nr. 122/ISBN 3-88314-521-1/1986
J. Mischke
Entsorgung kerntechnischer Anlagen
Sonderkolloquium der Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM) am 10. 12. 1985 mit Beiträgen von B. Schulz-Forberg, K. E. Wieser und B. Droste
- Nr. 123/ISBN 3-88314-531-9/1986
D. Rennoch
Physikalisch-chemische Analyse sowie toxische Beurteilung der beim thermischen Zerfall organisch-chemischer Baustoffe entstehenden Brandgase
- Nr. 124/ISBN 3-88314-538-6/1986
H.-M. Thomas
Zur Anwendung des Impuls-Wirbelstromverfahrens in der zerstörungsfreien Materialprüfung
- Nr. 125/ISBN 3-88314-540-8/1986 (vergriffen)
B. Droste, U. Probst
Untersuchungen zur Wirksamkeit der Brandschutzisolation von Flüssiggas-Lagertanks
- Nr. 126/ISBN 3-88314-547-5/1986
W. Stichel
Korrosion und Korrosionsschutz von Metallen in Schwimmhallen
- Nr. 127/ISBN 3-88314-564-5/1986 (vergriffen)
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
Versuche an Stahlbetonbalken, Teil 1
Tests on Reinforced Concrete Beams, Part 1
- Nr. 128/ISBN 3-88314-568-8/1986 (vergriffen)
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
Versuche an Stahlbetonbalken, Teil 11
Tests on Reinforced Concrete Beams, Part 11
- Nr. 129/ISBN 3-88314-569-6/1986 (vergriffen)
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Reinforced Concrete Members under Impact Load
Zugversuche an Betonstahl mit erhöhter Dehngeschwindigkeit
Reinforcing Steel Tension Tests with high strain rates

- Nr. 130/ISBN 3-88314-570-X/1986
W. Struck
Einfache Abschätzung der Durchbiegung und der Energieaufnahme von Trägern aus duktilem Material
- Nr. 131/ISBN 3-88314-585-8/1986
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Reinforced Concrete Members under Impact Load
Versuche an Stahlbetonplatten, Teil 11
Tests on Reinforced Concrete Slabs, Part 11
- Nr. 132/ISBN 3-88314-595-5/1987
Chr. Herold, F.-U. Vogdt
Ermittlung der Ursachen von Schäden an bituminösen Dachabdichtungen unter besonderer Berücksichtigung klimatischer Beanspruchungen
- Nr. 133/ISBN 3-88314-609-9/1987 (vergriffen)
M. Woydt, K.-H. Habig
Technisch-physikalische Grundlagen zum tribologischen Verhalten keramischer Werkstoffe
- Nr. 134/ISBN 3-88314-615-3/1987
G. Andreas, G. Niessen
Über den Kernstrahlungseinfluß auf Dehnungsmeßstreifen
- Nr. 135/ISBN 3-88314-618-8/1987
J. Ludwig, W.-D. Mischke, A. Ulrich
Untersuchungen über das Verhalten von Tankcontainern für unter Druck verflüssigte Gase bei Fallbeanspruchungen
- Nr. 136/ISBN 3-88314-636-6/1987
H.-J. Deppe, K. Schmidt
Untersuchung zur Beurteilung von Brett-schichtverleimungen für den Holzbau
- Nr. 137/ISBN 3-88314-637-4/1987
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte auf der Grundlage von Forschungsergebnissen auf dem Gebiete der Komponentensicherheit
- Nr. 138/ISBN 3-88314-635-8/1987
M. Dogurike, F. Buchhardt
Zur geowissenschaftlichen Einordnung des Gebietes der Bundesrepublik Deutschland und einer sicheren Auslegung technischer Systeme gegen den Lastfall Erdbeben
- Nr. 139/ISBN 3-88314-658-7/1987
J. Olschewski, S.-P. Scholz
Numerische Untersuchung zum Verhalten des Hochtemperaturwerkstoffes Nimonic PE 16 unter monotoner und zyklischer Belastung bei Verwendung verschiedener plastischer und viskoplastischer Materialmodelle
- Nr. 140/ISBN 3-88314-643-9/1987
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members
- Nr. 141/ISBN 3-88314-694-3/1987
F. Buchhardt, W. Matthees, G. Magiera, F. Mathiak
Zum Einfluß des Sicherheits- und Auslegungserdbebens auf die Bemessung von Kernkraftwerken
- Nr. 142/ISBN 3-88314-695-1/1987
H. Treumann, G. Krüger, N. Pfeil, S. von Zahn-Ullmann
Sicherheitstechnische Kenndaten und Gefährzahlen binärer Mischungen aus oxidierenden und verbrennlichen Substanzen
- Nr. 143/ISBN 3-88314-701-X/1987
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen
Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively
- Loaded Reinforced Concrete Members**
Experimentelle und numerische Untersuchungen zum Trag- und Verformungsverhalten von Stahlbetonbauteilen bei Stoßbelastung
Experimental and numerical Investigations concerning Load Bearing Behaviour of Reinforced Concrete Members under Impact Load
- Nr. 144/ISBN 3-88314-702-8/1987
F. Buchhardt, G. Magiera, W. Matthees, M. Weber, J. Altes
Nichtlineare dynamische Berechnungen zum Penetrationsverhalten des AVR- Reaktor-gebäudes
- Nr. 145/ISBN 3-88314-711-7/1987
U. Holzlöhner
Untersuchung selbstähnlicher Systeme zur Bestimmung von Materialeigenschaften von Reibungsböden
- Nr. 146/ISBN 3-88314 714-1/1987
W. Schon, M. Mallon
Untersuchungen zur Wirksamkeit von Wasserberieselungseinrichtungen als Brandschutzmaßnahme für Flüssiggas-Lagertanks
- Nr. 147/ISBN 3-88314-720-6/1987
H.-D. Kleinschrodt
Lösung dynamischer Biege- und Torsionsprobleme von Stabsystemen aus dünnwandigen elastischen Stäben mit offenem Querschnitt mittels frequenzabhängiger Ansatzfunktionen
- Nr. 148/ISBN 3-88314-774-5/1988
W. Müller
Theoretische Untersuchung von Variationsprinzipien für elastoplastisches Materialverhalten sowie Entwicklung und numerische Erprobung von Finite-Element-Verfahren für den ebenen Spannungszustand
- Nr. 149/ISBN 3-88314-775-3/1988
U. Holzlöhner
Bestimmung baugruddynamischer Kenngrößen aus der Untersuchung von Bodenproben
- Nr. 150/ISBN 3-88314-776-1/1988
M. Weber
VG3D Zeichenprogramm für vektorgraphische Darstellung dreidimensionaler Strukturen
- Nr. 151/ISBN 3-88314-785-0/1988
L. Auersch-Saworski
Wechselwirkung starrer und flexibler Strukturen mit dem Baugrund insbesondere bei Anregung durch Bodenerschütterungen
- Nr. 152/ISBN 3-88314-796-6/1988
G. Plauk, G. Kretschmarin, R.-G. Rohrmann
Untersuchung des baulichen Zustandes und der Tragfähigkeit vorgespannter Riegel von Verkehrszeichenbrücken der Berliner Stadtautobahn
- Nr. 153/ISBN 3-88314-797-4/1988
H. Sander, W.-W. Maennig
Magnetisches Verhalten von Eisenproben bei mechanischer Wechselbeanspruchung
- Nr. 154/ISBN 3-88314-822-9/1988
K. Breitkreutz, P.-J. Uttech, K. Haedecke
Druckgesinterte Stähle als zertifiziertes Referenzmaterial für die Spektrometrie
- Nr. 155/ISBN 3-88314-825-3/1988
L. Auersch
Zur Entstehung und Ausbreitung von Schienenverkehrserschütterungen: Theoretische Untersuchungen und Messungen am Hochgeschwindigkeitszug Intercity Experimental
- Nr. 156/ISBN 3-88314-887-3/1989
G. Klamrowski, P. Neustupny, H.-J. Deppe, K. Schmidt, J. Hundt
Untersuchungen zur Dauerhaftigkeit von Faserzementen
- Nr. 157/ISBN 3-88314-888-1/1989
E. Limberger, K. Brandes
Versuche zum Verhalten von Stahlbetonbalken mit Übergreifungsstößen der Zugbewehrung unter stoßartiger Belastung
- Nr. 158/ISBN 3-88314-889-X/1989
R. Wäsche, K.-H. Habig
Physikalisch-chemische Grundlagen der Feststoffschmierung - Literaturübersicht
- Nr. 159/ISBN 3-88314-890-3/1989
R. Müller, R. Rudolphi
Berechnung des Wärmedurchlaßwiderstandes und der Temperaturverteilung im Querschnitt von Hausschornsteinen nach DIN 18160, Teil 6
- Nr. 160/ISBN 3-88314-917-9/1989
W. Matthees
Entwicklung eines Makroelementes durch Kondensation am Beispiel der Lastfälle Flugzeugabsturz und Erdbeben bei Boden-Bauwerk-Wechselwirkung mit biegeweichen Fundamenten
- Nr. 161/ISBN 3-88314-920-9/1989
G. Mellmann, M. Maultzsch
Untersuchung zur Ermittlung der Biegefestigkeit von Flachglas für bauliche Anlagen
- Nr. 162/ISBN 3-88314-921-7/1989
W. Brünner
Untersuchungen zur Tragfähigkeit großer Glasscheiben
- Nr. 163/ISBN 3-88314-922-5/1989
W. Brünner, G. Mellmann, W. Struck
Biegefestigkeit und Tragfähigkeit von Scheiben aus Flachglas für bauliche Anlagen
- Nr. 164/ISBN 3-88314-934-9/1989
R. Helms, B. Jaenicke, H. Wolter, C.-P. Bork
Zur Schwingfestigkeit großer geschweißter Stahlträger
- Nr. 165/ISBN 3-88314-935-7/1989
P. Gobel, L. Meckel, W. Schiller
Untersuchung zur Erarbeitung von Kennwerten bei Einrichtungsmaterialien (Holzwerkstoffen, Möbeln und Textilien) hinsichtlich der Formaldehyd-Emission - Teil B: Textilien
- Nr. 166/ISBN 3-88314-936-5/1989
K. Breitkreutz
Modelle für Stereologische Analysen
- Nr. 167/ISBN 3-88314-937-3/1989
A. Mitakidis, W. Rücker
Erschütterungsausbreitung im elastischen Halbraum bei transienten Belastungsvorgängen
- Nr. 168/ISBN 3-88314-958-6/1990
F.-J. Kasper, R. Müller, R. Rudolphi
Numerische Untersuchung geometriebedingter Wärmebrücken (Winkel und Ecken) unter Einsatz hochauflösender Farbgraphik bei Berücksichtigung der Tauwasserproblematik und des Mindestluftwechsels
- Nr. 169/ISBN 3-88314-959-4/1990
Chr. Kohl, W. Rucker
Integration der Untergründynamik in das Programmsystem MEDYNA, dargestellt am Beispiel des Intercity Experimental (ICE)
- Nr. 170/ISBN 3-88314-960-8/1990
P. Studt, W. Kerner, Tin Win
Untersuchung der mikrobiologischen Schädigung wassergemischter Kühlschmierstoffe mit dem Ziel der Verbesserung der Arbeitshygiene, der Minderung der Geruchsbelastung und der Menge zu entsorgender Emulsionen
- Nr. 171/ISBN 3-88314-997-7/1990
F. Buchhardt
Ein Operator zur Koppelung beliebig benachbarter dynamischer Systeme am Beispiel der Boden-Bauwerk-Wechselwirkung

- Nr. 172/ISBN 3-88314-998-5/1990
J. Vielhaber, G. Plauk
Grenztragfähigkeit großer Verbundprofilstützen
- Nr. 173/ISBN 3-88314-999-3/1990
B. Droste, J. Ludwig, B. Schulz-Forberg
Höherwertige Transporttechnik und ihre Konsequenzen für die Beförderung gefährlicher Güter
- Nr. 174/ISBN 3-88429-021-8/1990
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte
- Nr. 175/ISBN 3-88429-022-6/1990
W. Brocks, D. Klingbeil, J. Olschewski
Lösung der HRR-Feld-Gleichungen der elastisch-plastischen Bruchmechanik
- Nr. 176/ISBN 3-88429-035-6/1990
W. Matthees, G. Magiera
Iterative Dekonvolution der seismischen Basiserregung für den Zeitraum
- Nr. 177/ISBN 3-89429-090-0/1991
G. Schickert, M. Krause, H. Wiggenhauser
Studie zur Anwendung zerstörungsfreier Prüfverfahren bei Ingenieurbauwerken
- Nr. 178/ISBN 3-89429-429-9/1991
G. Andreae, J. Knapp, G. Niessen
Entwicklung und Untersuchung eines kapazitiven Hochtemperatur-Dehnungsaufnehmers für Einsatztemperaturen bis ca. 1000 °C
- Nr. 179 / ISBN 3-89429-100-1/1991
H. Eifler
Die Drehfähigkeit plastischer Gelenke in Stahlbeton-Plattenbalken, bewehrt mit naturhartem Betonstahl BS 500 S im Bereich negativer Biegemomente
- Nr. 180/ISBN 3-89429-101-X/1991
E. Klement, G. Wieser
Zur numerischen Übertragbarkeit von Prüfungsergebnissen an Hausschornsteinen auf Schornsteine mit anderen lichten Querschnitten
- Nr. 181/ISBN 3-89429-105-2/1991
H. Czichos, R. Helms, J. Lexow
Industrial and Materials Technologies Research and Development Trends and Needs
- Nr. 182/ISBN 3-89429-145-1/1992
M. Weber
Bestimmung von Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich geometriebedingter Wärmebrücken
- Nr. 183/ISBN 3-89429-163-X/1992
F. Buchhardt
Zur Dekonvolution im Zeitbereich
- Nr. 184/ISBN 3-89429-164-8/1992
M. Maultzsch, W. Stichel, E.- M. Vater
Feldversuche zur Einwirkung von Auftamitteln auf Verkehrsbauwerke (im Rahmen des Großversuchs "Umweltfreundlicheres Streusalz")
- Nr. 185/ISBN 3-89429-165-6/1992
Renate Müller
Ein numerisches Verfahren zur simultanen Bestimmung thermischer Stoffeigenschaften oder Größen aus Versuchen Anwendung auf das Heißdraht-Parallelverfahren und auf Versuche an Hausschornsteinen
- Nr. 186/ISBN 3-89429-211-3/1992
B. Löffelbein, M. Woydt, K. -H. Habig
Reibungs- und Verschleißuntersuchungen an Gleitpaarungen aus Ingenieurkeramischen Werkstoffen in wässrigen Lösungen
- Nr. 187/ISBN 3-89429-216-4/1992
Th. Schneider, E. Santner
Mikrotribologie: Stand der Forschung und Anwendungsmöglichkeiten. Literaturübersicht
- Nr. 188/ISBN 3-89429-243-1/1992
K. Mallwitz
Verfahren zur Vorausermittlung der Setzung von Fundamenten auf geständerten Strecken infolge zyklischer Beanspruchung
- Nr. 189/ISBN 3-89429-244-X/1992
W. Matthees, G. Magiera
Impedanzeigenschaften von Finiten Elemente Modellen bei Integration im Zeitraum
- Nr. 190/ISBN 3-89429-245-8/1992
G. Zachariev
Untersuchung des Versagens thermoplastischer Kunststoffe im Kurzzeit-Zugversuch und Retardations-Zugversuch
- Nr. 191/ISBN 3-89429-246-6/1992
H.- M. Bock, S. Erbay, J. With
Kritische Stahitemperatur als charakteristischer Kennwert für die Feuerwiderstandsdauer von Bauwerkssystemen aus Stahl
- Nr. 192/ISBN 3-89429-329-2/1993
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte; Lokales Ribwachstum, Ermittlung des Ribwiderstandsverhaltens aus der Kerbschlagarbeit
- Nr. 193/3-89429-291-1/1993
W. Gerisch, Th. Fritz, S. Steinborn
Statistical Consulting in the Frame of VAMAS. The Role of the Technical Working Arfea/Advisory Group. Statistical Techniques for Interlaboratory Studies and Related Projects (VAMAS Report No. 13)
- Nr. 194/ISBN 3-89429-330-6/1993
U. Krause
Ein Beitrag zur mathematischen Modellierung des Ablaufs von Explosionen
- Nr. 195/ISBN 3-89429-331-4/1993
U. Schmidtchen, G. Würsig
Lagerung und Seetransport großer Mengen flüssigen Wasserstoffs am Beispiel des "Euro-Québec Hydro-Hydrogen Pilot Projekts. Überblick über die in Deutschland anzuwendenden Gesetze, Verordnungen und technischen Regeln
- Nr. 196/ISBN 3-89429-362-4/1993
D. Lietze
Untersuchungen über das Anlaufen von Detonationen im Innern geschlossener Systeme
- Nr. 197/ISBN 3-89429-400-0/1993
A. Skopp
Tribologisches Verhalten von Siliziumnitridwerkstoffen bei Festkörpergleitreibung zwischen 22 °C und 1000 °C
- Nr. 198/ISBN 3-89429-421-3/1994
St. Meretz
Ein Beitrag zur Mikromechanik der Interphase in polymeren Faserverbundwerkstoffen

**Bundesanstalt für
Materialforschung und -prüfung (BAM)**

**Federal Institute for
Materials Research and Testing**

**Institut Fédéral pour la
Recherche et l'Essai des Matériaux**

Unter den Eichen 87
D-12205 Berlin
☒ D-12200 Berlin

Telefon (0 30) 81 04-0
Telefax (0 30) 8 11 20 29
Telex 1 83 261 bamb d

- **Berichte**
- **Gutachten**
- **Zulassungen**
- **Zertifikate**
- **Tagungspapiere**
- **Prüfungszeugnisse**
- **Prüfstellenanerkennungen**

