

Literatur

- [1] Lee, L. H.: in Lee, L. H.: Adhesion Science and Technology, New York, Plenum Press, 1975, 831–852
- [2] Prime, R. B.: Phot. Sci. Eng. 27 (1983) 1, 19–25
- [3] Satoh, T.; Kawanishi, T.; Shimizu, R.; Kinjo, N.: J. Imaging Science 35 (1991) 6, 373–376
- [4] Williams, E. M.: The Physics and Technology of Xerographic Processes, New York–Chichester–Brisbane–Toronto–Singapore, John Wiley Sons, 1984, 249–259
- [5] Schein, L. B.: Electrophotography and Development Physics, Berlin–Heidelberg–New York–London–Paris–Tokyo, Springer Verlag, 1988
- [6] Canon KK: JP 3107951, 22. 9. 1989
- [7] Canon KK: EP 417812, 14. 9. 1990
- [8] Xerox Corp: USP 5080995, 29. 6. 1990
- [9] Gruber, R. J.; Julien, P. C.: in Diamond, A. S.: Handbook of Imaging Materials, New York–Basel–Hong Kong, Marcel Dekker, 1991, 159–225
- [10] Mita Ind KK: EP 435691, 28. 12. 1990
- [11] Mita Ind KK: EP 435692, 28. 12. 1990
- [12] O'Reilly, J. M.; Erhardt, P. F.: 2. Int. Conf. Elektrophotogr., Washington 1973, 95–100
- [13] Braun, D.; Yu, D.; Kohl, P. R.; Gao, X.; Andradi, L. N.; Manger, E.; Hellmann, G. P.: J. Polymer Sci. B, Polymer Phys. 30 (1992) 6, 577–586
- [14] Baba, Y.; Noethiger, N.; Fujioka, K.; Beatty, C. L.: Org. Coat. Plast. Chem. 45 (1981) 73–79
- [15] Mitsui Toatsu Chem Inc: EP 463840, 24. 6. 1991
- [16] Canon KK: JP 3059570, 28. 7. 1989
- [17] Schellenberg, J.; Vogel, J.: J. Polymer Sci., in Vorbereitung
- [18] Grassie, N.; Mac Callum, J. R.: J. Polymer Sci., Part A, 2 (1964) 983–1000
- [19] Grassie, N.; Speakman, J. G.; Davis, T. I.: J. Polymer Sci., Part A, 1, 9 (1971) 931–948
- [20] Tomoegawa Paper Mfg KK: JP 3041471, 10. 7. 1989
- [21] Ahuja, S. K.: Rheol. Acta 19 (1980) 3, 299–306
- [22] Ahuja, S. K.: Rheol. Acta 19 (1980) 3, 307–313
- [23] Gruber, R. J.; Ahuja, S.; Seanor, D.: in Enc. Polymer Sci. Eng., New York–Chichester–Brisbane–Toronto–Singapore, Wiley Interscience, 1989, Vol. 17, 918–943
- [24] Schuch, H.: Rheol. Acta 27 (1988) 4, 384–396
- [25] Canon KK: JP 3200157, 28. 12. 1989
- [26] Dainippon Ink Chem KK: J 3002762, 31. 5. 1989
- [27] Dainippon Ink Chem KK: J 3249662, 27. 2. 1990
- [28] Hitachi Metal KK: JP 1201674, 8. 2. 1988
- [29] Nashua Corp: USP 4965161, 31. 5. 1989
- [30] Sanyo Chem Ind Ltd: JP 3166554, 25. 11. 1989
- [31] Tomoegawa Paper Mfg KK: JP 3166551, 27. 11. 1989
- [32] Canon KK: JP 3122659, 5. 10. 1989
- [33] Canon KK: EP 470479, 30. 7. 1991
- [34] Bando Chem Ind: JP 3064766, 2. 8. 1989
- [35] Canon KK: USP 5032440, 22. 6. 1989
- [36] Canon KK: EP 427272, 8. 11. 1990
- [37] Fujitsu Ltd: EP 463822, 21. 6. 1991
- [38] Hitachi KK: JP 1147465, 4. 12. 1987
- [39] Ahuja, S. K.: Rheology 2 (1980), 469–476
- [40] Lakdawala, K.; Salovey, R.: Polymer Eng. Sci. 25 (1985) 13, 797–803
- [41] Lakdawala, K.; Salovey, R.: Polymer Eng. Sci. 27 (1987) 14, 1035–1042
- [42] Mita Ind Co Ltd: EP 468494, 24. 7. 1991
- [43] Mita Ind Co Ltd: EP 468495, 24. 7. 1991
- [44] Konica Co: DE 3806595, 2. 3. 1988
- [45] Mita Ind Co Ltd: EP 453907, 12. 4. 1991
- [46] Seventh Annual Toner and Developer Conference, Santa Barbara, CA, 1990, Proceedings
- [47] Canon KK: EP 427278, 8. 11. 1990

(eingegangen am 30. April 1993)

PKA 1190

Dr.-Ing. Sabine Seidler und Doz. Dr. rer. nat. habil. Wolfgang Grellmann

Anwendung bruchmechanischer Werkstoffkenngrößen in der Kunststoffentwicklung

Mitteilung aus dem Institut für Werkstoffwissenschaft des Fachbereichs Werkstoffwissenschaften der Martin-Luther-Universität Halle–Wittenberg

Die fortschreitende technische Anwendung der bruchmechanischen Werkstoffprüfung und die damit verbundene Entwicklung moderner Prüf- und Auswertemethoden haben zu einer für die Kunststoffprüfung neuen Generation von Werkstoffkenngrößen geführt [1, 2].

Ausgehend von dem Aspekt, daß der Bruchvorgang auch bei dynamischer Beanspruchung durch stabiles Rißwachstum gekennzeichnet ist, wird die Anwendung des Rißwiderstandskonzepts zur Beurteilung

des Zähigkeitsverhaltens von faserverstärkten Kunststoffen und Polymerblends vorgestellt. Die Eignung dieses Konzepts zur Beschreibung des Rißinitiierungs- und Rißausbreitungsverhaltens wird nachgewiesen. Mit Hilfe von energetischen Betrachtungen kann man polymerspezifische, die Energiedissipation im Werkstoff beschreibende Kennwerte ableiten, die empfindlich auf strukturelle Änderungen reagieren und einen Beitrag zur Aufklärung von Morphologie-Zähigkeits-Korrelationen liefern.

1. Einleitung

Eine wichtige Eigenschaft der Kunststoffe, die deren Einsatz und Anwendungsverhalten begrenzt, ist die Zähigkeit des Werkstoffs, d. h. der Widerstand gegen stabile und instabile Rißausbreitung bzw. Bruch. Deshalb ist sowohl unter wissenschaftlichen als auch unter praktischen Gesichtspunkten die Frage nach einem Zähigkeitskriterium beim Bruch polymerer Festkörper in den letzten Jahren immer mehr in den Vordergrund des Interesses gerückt.

Zur Ableitung von Versagenskriterien für Bauteile bzw. Proben mit Rissen wurden verschiedene Konzepte der Bruchmechanik entwickelt [3].

Eines der praktikabelsten Kriterien für den Spröbruch bzw. Quasispröbruch basiert auf der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM). In einer Vielzahl von Untersuchungen [4, 5, 6] bei verschiedensten Beanspruchungen (statisch, dynamisch, Ermüdung usw.) wurde deren Anwendbarkeit zur Quantifizierung eines Bruchkriteriums für spröde Kunststoffe nachgewiesen. Neben diesen Kunststoffen gibt es jedoch eine Vielzahl anderer, bei denen eine Energiezuführung zur Ausbildung einer im Vergleich zur Ausgangsrißlänge nicht vernachlässigbaren energiedissipativen Zone führt. Damit verliert das Konzept der LEBM seine Gültigkeit, und es wird eine Erweiterung der Bruchmechanik durch die Konzepte der Fließbruchmechanik erforderlich. Als Beispiel für ein solches Werkstoffverhalten

von Kunststoffen seien hier die schlagzähmodifizierten Systeme (HIPS), ABS, eine Vielzahl von Blends (PC/ABS, TPU/ABS), Blockcopolymeren, wie PPB, aber auch teilkristalline Polymere wie PE und PP sowie einzelne Thermoplastverbunde genannt.

Das derzeit zur Beurteilung der Zähigkeitseigenschaften von Werkstoffen am häufigsten angewendete Konzept ist das J -Integralkonzept. Die Entwicklung des J -Integrals zu einem technischen Bruchkriterium ermöglicht eine energetische Interpretation des Versagensverhaltens von Werkstoffen. Damit ist sowohl die Ermittlung bruchmechanischer Werkstoffkenngrößen außerhalb des Gültigkeitsbereichs der LEBM als auch die Bestimmung von Versagenskriterien für elastisch-plastisches Werkstoffverhalten vor dem Eintreten des Bruchs unter Einbeziehung des stabilen Rißwachstums nach erfolgter Rißinitiierung gegeben.

Bei elastisch-plastischem Werkstoffverhalten wird der Bruchprozeß durch verschiedene Stadien charakterisiert:

- die Rißabstumpfung
- die Rißinitiierung
- die stabile Rißausbreitung und
- die instabile Rißausbreitung.

Dieser gesamte Prozeß kann durch eine Rißwiderstandskurve (R -Kurve) beschrieben werden. Die Aufnahme einer R -Kurve erfolgt unabhängig von der Beanspruchungsart nach dem folgenden Prinzip:

Von einem Ausgangsriß a ausgehend, werden stabile Anrisse unterschiedlicher Länge Δa erzeugt. Parallel dazu werden Kraft-Kerbaufweitungs- bzw. Kraft-Kraftangriffspunktverschiebungs-Diagramme (bei dynamischer Beanspruchung Kraft-Durchbiegungs-Diagramme) aufgenommen. Anschließend werden die Prüfkörper so zertrennt, daß eine nachträgliche Quantifizierung der stabilen Rißverlängerung Δa auf der Bruchfläche möglich ist. Die so ermittelten stabilen Rißverlängerungen werden in Abhängigkeit vom gewählten Lastparameter, dem Spannungsintensitätsfaktor K_I , der kritischen Rißöffnung δ_i , meist jedoch dem J -Integral J_i , aufgetragen. Diese Rißwiderstandskurve ermöglicht die Quantifizierung eines kritischen Wertes für das Einsetzen des stabilen Rißwachstums, J_i bzw. $J_{0,2}$, sowie die Quantifizierung des Werkstoffwiderstandes gegenüber Rißausbreitung mit Hilfe des „tearing“ Moduls T_J .

Andere experimentelle Vorgehensweisen sind die Ermittlung des Rißinitiierungswertes aus der Änderung der Pro-

bennachgiebigkeit während des Rißfortschritts [7, 8] und die Ermittlung der gesamten J - Δa -Kurve mit der „key curve“-Methode [9].

2. Experimentelles

Die Untersuchungen wurden an PA/Glasfaser-Verbunden der Leuna-Werke AG, PA/Kohlenstoffaser-Verbunden und TPU/ABS-Blends, hergestellt am Institut für Polymerforschung Dresden, sowie an PC/ABS-Blends der Buna AG durchgeführt.

Als Meßeinrichtung wurde ein instrumentiertes Pendel-schlagwerk mit 4 J Arbeitsinhalt bei maximaler Fallhöhe verwendet. Zur Kraftmessung werden Halbleiterdehnmessstreifen verwendet. Mit diesem Meßsystem ist es wahlweise möglich, Kraft-Zeit- oder Kraft-Weg-Diagramme aufzunehmen. Die Auswertung erfolgt über nachgeordnete Aufzeichnungs- und Auswerteeinheiten (Bild 1) [1, 3].

Als Prüfkörper werden ISO Normstäbe für Kunststoffprüfungen mit den Abmessungen Länge $L = 80$ mm, Breite $W = 10$ mm und Dicke $B = 4$ mm verwendet. In die Prüfkörper wurde mittels Metallklinge ein Kerb eingebracht. Der Klingenspitzenradius beträgt $0,2$ μ m.

Es wurden folgende Prüfbedingungen realisiert:

| | |
|---------------------|-----------------------------------|
| Ausgangsrißlänge | $a = 4,5$ mm, d. h., $a/W = 0,45$ |
| Stützweite | $s = 40$ mm, d. h., $s/W = 4$ |
| Prüfgeschwindigkeit | $v_H = 1,5$ m/s |

Für die Aufnahme von dynamischen Rißwiderstandskurven gibt es eine Vielzahl experimenteller Möglichkeiten [10, 11], über deren Anwendbarkeit in [12] ausführlich berichtet wird. In Bild 1 ist eine modifizierte Variante der „stop-block“-Technik enthalten [10]. Man erhält hierbei eine Variation der Rißverlängerung Δa über eine definierte Begrenzung der Prüfkörperdurchbiegung. Diese kann durch Stahlbarrieren oder, wie in Bild 1 gezeigt, durch eine Auffangvorrichtung für den Pendelhammer erfolgen. Parallel dazu werden Schlagkraft (F)-Durchbiegungs (f)-Diagramme aufgenommen. Das Ausmessen der stabilen Rißverlängerung erfolgt auf der Bruchfläche lichtmikroskopisch. Die Bruchflächen werden bei tiefen Temperaturen und hohen Prüfgeschwindigkeiten erzeugt.

Die „stop-block“-Methode wurde gewählt, da sie sich nach der bisher vorliegenden praktischen Erfahrung durch eine

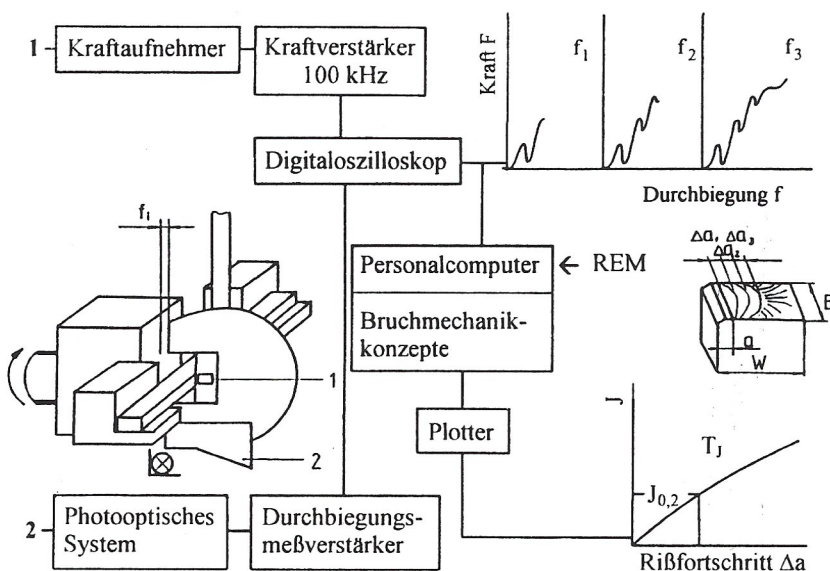


Bild 1. Prüfeinrichtung zur Ermittlung von Rißwiderstandskurven im instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch

hohe Reproduzierbarkeit und einen geringen meß- und präparationstechnischen Aufwand auszeichnet.

3. Ergebnisse

Die Anwendung des Rißwiderstandskonzepts zur Beurteilung des Zähigkeitsverhaltens von Werkstoffen ist dann von besonderer Bedeutung, wenn durch eine herkömmliche Beurteilung des Werkstoffverhaltens eine Differenzierung der Werkstoffe nicht mehr möglich ist. Dieser Sachverhalt soll an folgendem Beispiel erläutert werden:

Zeigen zwei Werkstoffe bis zum Erreichen der maximalen Schlagkraft F_{max} ein nahezu identisches Verhalten, treten jedoch nach Erreichen der maximalen Schlagkraft unterschiedliche Rißverzögerungsenergien auf (Bild 2a), ist an Hand bruchmechanischer Kennwerte, die den Widerstand gegen instabile Rißausbreitung beschreiben, keine Unterscheidung der Werkstoffe möglich. Die Rißverzögerungsenergie ist als Bewertungskriterium unvorteilhaft, da diese auf Grund ihrer Geometrieabhängigkeit keine Werkstoffkenngröße darstellt (Bild 2b) und somit zwar zur Qualitätskontrolle, aber nicht als Zielgröße in der Werkstoffentwicklung eingesetzt werden kann. Erst durch die Ermittlung von Rißwiderstandskurven ist eine Quantifizierung eines solchen qualitativ unterschiedlichen Werkstoffverhaltens möglich.

Gleichzeitig wird deutlich, daß bei der Ermittlung konventioneller Kerbschlagzähigkeiten nicht nur das unterschiedliche Kraft-Verformungs-Verhalten (große Kraft und kleine Verformung liefern unter Umständen die gleiche Kerbschlagarbeit wie kleine Kraft und große Verformung) nicht berücksichtigt werden kann, sondern daß sich zusätzlich die ermittelte Schlagarbeit aus verschiedenen Energieanteilen zusammensetzt, die unterschiedlichen Mechanismen zugeordnet werden müssen.

Für die Ermittlung bruchmechanischer Werkstoffkenngrößen aus Rißwiderstandskurven existieren in der Literatur verschiedene Standards bzw. Standardentwürfe [13 bis 17] sowie ein werkstoffinvariantes physikalisches Konzept, das JT_J -Konzept [18].

Das JT_J -Konzept geht davon aus, daß stabiles Rißwachstum dann auftritt, wenn die in der plastischen Zone materialspezifisch dissipierte Energie den Überschuß an verfügbarer Energie, hervorgerufen durch den Rißzuwachs, kompensiert. Das stabile Rißwachstum wird demnach über das Produkt $J \cdot T_J$ gesteuert.

Für die Anwendung dieses Modells gelten zunächst zwei Grundbedingungen:

Die J - Δa -Wertepaaré müssen eine Wurzelfunktion (Gl. 1) erfüllen.

$$J = \sqrt{(A + B \Delta a)} \quad (1)$$

Der Gültigkeitsbereich des JT_J -Konzepts wird durch das Anstiegskriterium (Gl. 2) bestimmt.

$$\frac{dJ}{d(\Delta a)} \frac{(W - a)}{J} \gg 1 \quad (2)$$

Sind diese Bedingungen erfüllt, kann das Produkt zur Quantifizierung energiedissipativer Prozesse und zum direkten Vergleich von Rißwiderstandskurven herangezogen werden.

Eine standardbezogene Auswertung von Rißwiderstandskurven von Kunststoffen zur Ermittlung eines kritischen J -Wertes, der den Beginn des stabilen Rißwachstums quantifiziert, erfolgt in der Literatur häufig auf der Grundlage des ASTM Standards 813 [13, 19], wobei die ASTM 813-81 [19] einen anderen physikalischen Hintergrund als die ASTM 813-89 [13] besitzt. Der mit Hilfe der ASTM 813-81 ermittelte Rißinitiierungswert J_Q ist physikalisch definiert als der Punkt, an dem die Rißabstumpfung aufhört und die Rißinitiierung beginnt, d. h., er repräsentiert eine Initiierungsenergie. Mit der Überarbeitung der ASTM 813-81, bei der u. a. die Nichtlinearität des Rißwiderstandsverhaltens berücksichtigt wurde, änderte sich auch die Definition des J_Q -Wertes, der nicht mehr eine Initiierungsenergie repräsentiert, sondern die Energie, die notwendig ist, um 0,2 mm Rißverlängerung zu erzeugen.

Der nach der ASTM 813-81 ermittelte J_{IC} -Wert erweist sich als konservatives Bewertungskriterium. Die Zähigkeitsreserve, die der Werkstoff während des stabilen Rißwach-

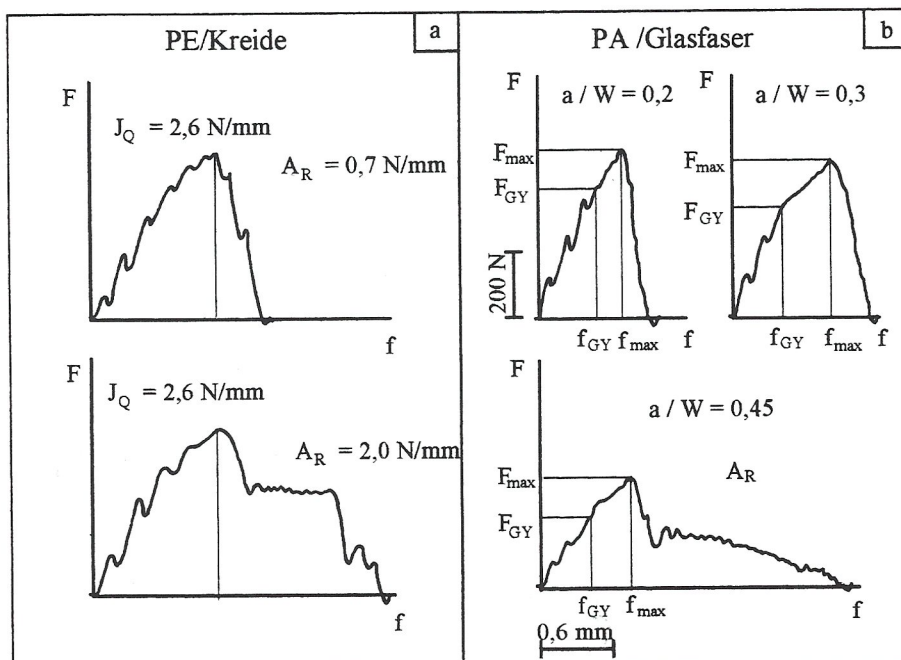


Bild 2. Kraft-Durchbiegungs-Diagramme mit unterschiedlichem Rißausbreitungsverhalten nach Erreichen der maximalen Schlagkraft (a) und Einfluß der Kerbtiefe auf das Rißausbreitungsverhalten (b)

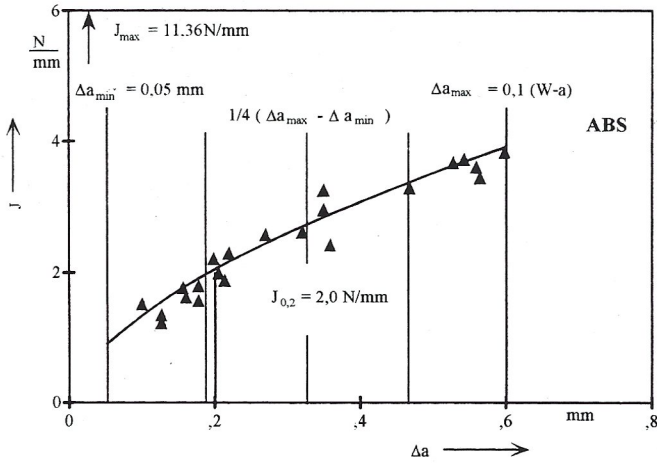


Bild 3. Dynamische J_R -Kurve von ABS, Auswertung nach dem ESIS-Testprotokoll [18]

tums aufweist, wird nicht genutzt. Mit der Einführung eines bestimmten Betrags an Δa als Initiierungskriterium wird diese Reserve zumindest teilweise nutzbar gemacht [12, 20].

Für die Interpretation der Rißwiderstandskurven von Kunststoffen gibt es zur Zeit noch keinen gültigen Standard, jedoch ein innerhalb der ESIS-TC4-Gruppe „Polymers and Composites“ entwickeltes Testprotokoll [17], das sich derzeit in der Erprobungsphase befindet. Bild 3 zeigt am Beispiel von ABS den prinzipiellen Auswerteformalismus, der nach folgenden Einzelschritten erfolgt:

1. Ermittlung der J -Integralwerte

$$J = J_0 \left[1 - \frac{(0,75\eta_e - 1) \Delta a}{(W - a)} \right] \quad (3)$$

Bei der Bestimmung von J_0 wurde in Erweiterung von [17] die bei elastisch-plastischem Werkstoffverhalten charakteristische Aufspaltung der Gesamtenergie in einen elastischen und plastischen Anteil berücksichtigt [12, 20]:

$$J_0 = \eta_{el} \frac{A_{el}}{B(W-a)} + \eta_{pl} \frac{A_{pl}}{B(W-a)} \quad (4)$$

2. Überprüfung des Geometrie criteriums des J -Integrals

$$J_{max} = \frac{(W-a) \sigma_y}{20} \quad \text{bzw.} \quad \frac{B \sigma_y}{20} \quad (5)$$

Bei der Ermittlung von J_{max} ist als kritischer Wert jeweils der kleinere zu verwenden.

3. Kontrolle des Anstiegskriteriums

$$\omega = \frac{(W-a)}{J_{max}} \frac{dJ}{d(\Delta a)} \geq 10 \quad (6)$$

4. Darstellung der J - Δa -Kurve mit Hilfe der experimentell ermittelten Δa -Werte

5. Ermittlung des kritischen Rißinitiierungswertes

Der kritische Rißinitiierungswert wird bei $\Delta a = 0,2$ mm onset ermittelt.

Damit ist erstmals die Möglichkeit gegeben, werkstoffspezifische Belange der Kunststoffe bei der Aufnahme und insbesondere bei der Auswertung von Rißwiderstandskurven zu berücksichtigen.

Ein besonderes Problem bei der Aufnahme von Rißwiderstandskurven an Kunststoffen ist der Bereich des stabilen Rißwachstums und der kleiner Rißverlängerungen ($\Delta a < 0,05$ mm). Dafür gibt es mehrere Ursachen. Zum

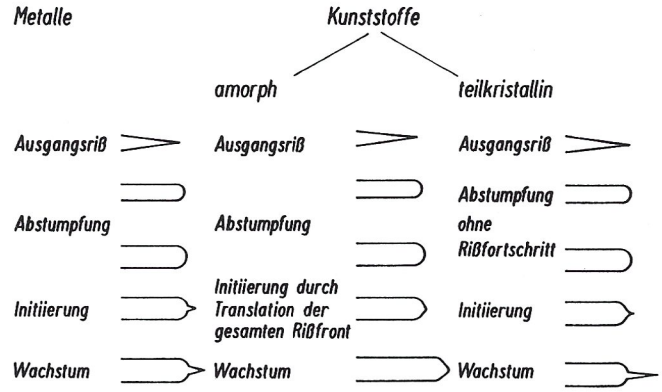


Bild 4. Schematische Darstellung der Rißspitzendeformationsprozesse in Kunststoffen im Vergleich zu Metallen

einen ist der Prozeß der Rißinitiierung von Kunststoffen noch nicht vollständig geklärt und zum anderen ist die Quantifizierung der stabilen Rißverlängerung Δa häufig sehr schwierig und mit einem hohen Grad subjektiver Fehler belastet. Aus diesen Gründen wurde im Testprotokoll [17] der gesamte Prozeß der Rißabstumpfung („blunting“) aus der Bewertung der R -Kurven ausgeklammert.

Der Rißabstumpfungsprözeß in Kunststoffen wird durch eine Vielzahl strukturell bedingter Faktoren beeinflusst. Rißspitzendeformationsprozesse in Kunststoffen sind eine Kombination aus lokalem Scherfließen, Crazing und Voidbildung, wobei die jeweiligen Anteile sehr stark von der Struktur des einzelnen Kunststoffes und vom konkreten Werkstoffzustand abhängig sind. Diese komplexe Art der Rißspitzendeformationsprozesse stimmt nicht notwendigerweise mit dem Stretchzonenkonzept der Rißspitzenabstumpfung überein [21]. Über das tatsächliche Rißabstumpfungsverhalten von Kunststoffen gibt es eine Vielzahl von Vorstellungen [21 bis 26]. Diese lassen sich für amorphe und teilkristalline Kunststoffe wie in Bild 4 gezeigt zusammenfassen. Zum Vergleich enthält Bild 4 das für Metalle gültige „klassische Rißabstumpfungmodell“.

Zu Beginn des Belastungsprozesses finden in allen drei genannten Werkstoffgruppen vergleichbare Vorgänge statt: Der Riß stumpft ab. Der Grad der Rißabstumpfung wird von der Art und der Größe der plastischen Zone vor der Rißspitze bestimmt [27]. Während eine weitere Erhöhung der Belastung bei Metallen und amorphen Kunststoffen ein Vorwölben der Rißfront bei fortschreitender Abstumpfung bewirkt, soll bei teilkristallinen Werkstoffen der Rißabstumpfungsprözeß ohne Bewegung der Rißfront stattfinden [24]. Der eigentliche Prozeß der Initiierung wiederum erfolgt bei den teilkristallinen Kunststoffen ähnlich wie bei den Metallen durch das Öffnen der Rißflanken, während bei amorphen Kunststoffen lediglich eine keilförmige Umordnung an der Rißspitze stattfindet und die Rißinitiierung durch die Translation der gesamten Rißfront erfolgt. Bei diesen Werkstoffen ist auch im In-situ-Versuch eine deutliche Abgrenzung zwischen dem blunting und dem eigentlichen Rißfortschritt nur schwer möglich [28]. Aus diesem derzeitigen Erkenntnisstand ergibt sich die Notwendigkeit, zur Bestimmung des Rißinitiierungswertes einen Ersatzkennwert heranzuziehen. Ob der in [17] vorgeschlagene $J_{0,2}$ -Wert für Kunststoffe jedoch sinnvoll ist, ist zumindest zweifelhaft.

Im folgenden sollen an einigen Werkstoffbeispielen die Vor- und Nachteile der Bewertung des Rißwiderstandsverhaltens mittels der „ESIC TC 4 Procedure“ und dem JT_J -Konzept dargestellt werden.

TPU/ABS Blends

TPU/ABS Blends zeichnen sich insbesondere durch ihre hohen Zähigkeitseigenschaften aus, die sich u. a. darin äußern, daß schon bei geringen TPU-Gehalten im ABS bei Temperaturen $T > -20^\circ\text{C}$ eine Bestimmung von Reißzähigkeiten als Widerstand gegen instabile Reißausbreitung im Charpy-Versuch nicht mehr möglich ist, da kein Probenbruch eintritt.

Bild 5a zeigt die dynamischen Reißwiderstandskurven von ABS und den Blends mit 20% TPU und 50% TPU, ausgewertet nach dem ESIS-Testprotokoll [17]. Die technischen Reißinitiierungswerte $J_{0,2}$ werden mit zunehmendem TPU-Gehalt größer. Während der Belastung entstehen um die Reißspitze umfangreiche energiedissipative Zonen, die durch eine intensive Weißfärbung charakterisiert sind. Mikrohärtmessungen und Dichtemessungen im Reißspitzenbereich weisen auf volumenschaffende Deformationsmechanismen hin. Der Weißfärbungsbereich wird mit zunehmendem TPU-Gehalt bei gleicher Belastung ebenfalls größer. Der mit Hilfe des ESIS-Testprotokolls ermittelte Reißinitiierungswert liefert eine Aussage zum Werkstoffwiderstand gegen Reißleitung. Energiedissipative Prozesse können mit Hilfe dieser Kenngröße nicht nachgewiesen werden, dazu ist die Anwendung des JT_J -Konzeptes notwendig. Bild 5b zeigt die gleichen R -Kurven wie Bild 5a, jedoch ohne Reißlängenbegrenzung. Auf die Reißlängenbegrenzung kann nach [18]

verzichtet werden, da der Betrag an stabilem Reißwachstum bei der Ermittlung der J -Integralwerte berücksichtigt wird (vgl. Gl. 3). Die Verwendung einer Wurzelfunktion als Regressionsansatz erweist sich als praktikabel. Gleichzeitig wird deutlich, daß sich eine Erhöhung des TPU-Gehalts wesentlich stärker auf den Werkstoffwiderstand gegen Reißausbreitung und – damit verbunden – auf den Anteil energiedissipativer Prozesse auswirkt als auf das Reißinitiierungsverhalten. JT_J bildet hierin ein quantitatives Bewertungskriterium für diese Prozesse und ermöglicht gleichzeitig den direkten Vergleich von Reißwiderstandskurven, die unter den gleichen experimentellen Bedingungen aufgenommen wurden.

PC/ABS Blends

Bild 6a zeigt die dynamischen Reißwiderstandskurven von ABS und verschiedenen PC/ABS Blends, ebenfalls ausgewertet nach [17]. Die Zugabe von PC führt bei diesen Werkstoffen zu einer Verschlechterung des Widerstandes gegenüber Reißleitung im Vergleich zum ABS. Umfangreiche Untersuchungen an PC/ABS Blends [29] mit anderen Ausgangsprodukten führten zu dem Ergebnis, daß sich durch die Zugabe von PC insbesondere der Werkstoffwiderstand gegen Reißausbreitung ändert sowie in Abhängigkeit von der Phasenanordnung auch der JT_J -Wert. Bild 6b zeigt wiederum die J_R -Kurven der PC/ABS Blends, ausge-

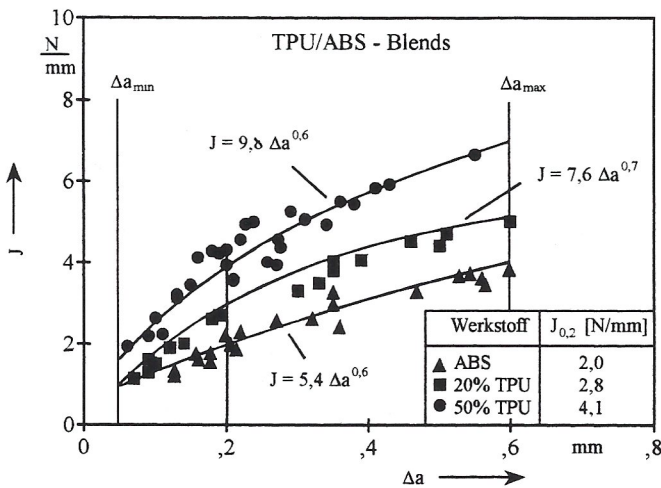


Bild 5a. J_R -Kurven TPU/ABS – ESIS TC4

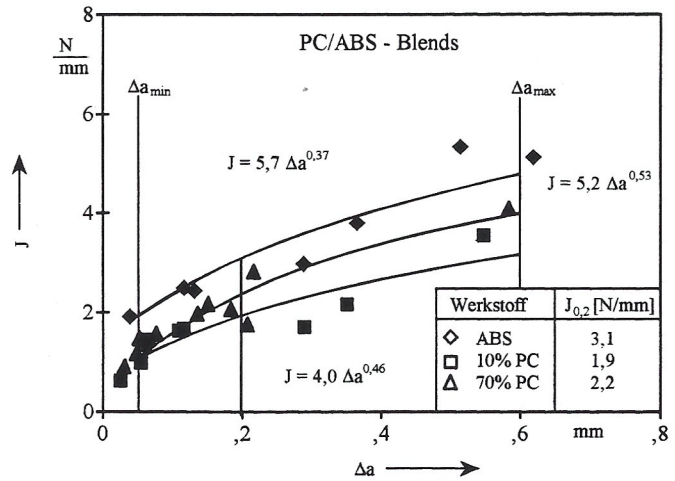


Bild 6a. J_R -Kurven PC/ABS – ESIS TC4

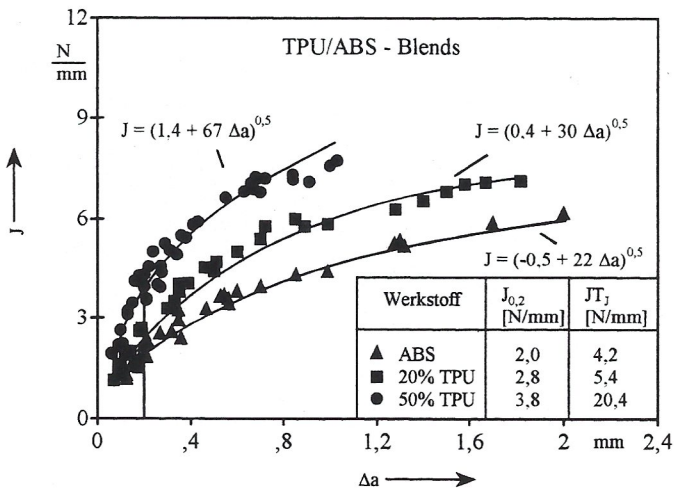


Bild 5b. J_R -Kurven TPU/ABS – JT_J -Konzept*

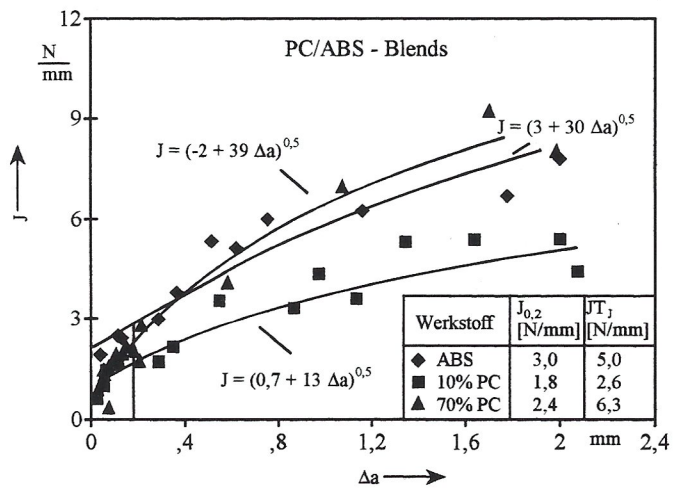


Bild 6b. J_R -Kurven PC/ABS – JT_J -Konzept

wertet nach dem JT_J -Konzept. Hier zeigt sich, daß der Blend mit 70% PC ein deutlich höheres Energieaufnahmevermögen besitzt als das ABS und der Blend mit 10% PC.

Die Bilder 5b und 6b machen zusätzlich deutlich, daß eine Veränderung des Gültigkeitsbereichs von Δa sowie ein veränderter Regressionsansatz auf den ermittelten technischen Rißinitiierungswert keinen Einfluß haben. Damit kann gezeigt werden, daß das JT_J -Konzept zur Interpretation der J_R -Kurven von Blends vorteilhaft anwendbar ist, weil mit diesem Konzept der gesamte Informationsgehalt der Rißwiderstandskurve ausgeschöpft werden kann. Diese mehrparametrische Darstellung des R -Kurvenverhaltens ist insbesondere auf dem Gebiet der Werkstoffentwicklung von Bedeutung [2, 29, 30]. Daß diese Aussage auch für andere Werkstoffgruppen gilt, soll im folgenden gezeigt werden.

Faserverbunde mit PA-Matrix

Kurzfaserverbundstoffe mit optimalen Faser/Matrix-Wechselwirkungen zeichnen sich u. a. durch einen hohen Anteil energiedissipativer Prozesse im Werkstoff unter Belastung aus. Auch in diesen Verbunden kann das stabile Rißwachstum dominierender Rißausbreitungsmechanismus sein. Ein Beispiel für dieses Werkstoffverhalten ist in Bild 7 dargestellt. Es zeigt die dynamischen Rißwiderstandskurven von glasfaserverstärktem und kohlenstofffaserverstärktem Polyamid.

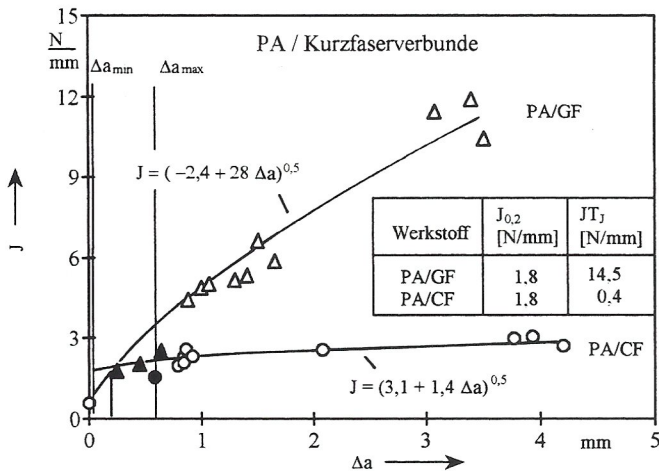


Bild 7. J - Δa -Kurven eines PA/Glasfaser(GF)- und eines PA/Kohlenstofffaser(CF)-Verbunds

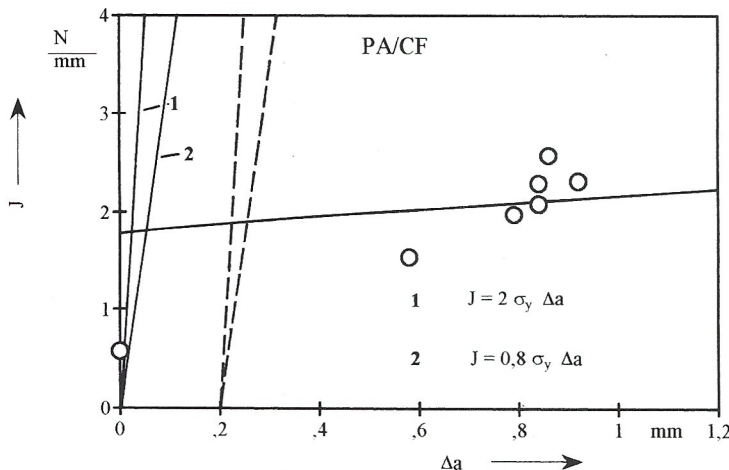


Bild 8. Experimentelle Bestimmung der blunting line (SZH im PA/CF-Verbund)

Bei der Diskussion dieser Rißwiderstandskurven sind einige Besonderheiten zu beachten [3]. Es ist bei diesen Verbunden sehr schwierig, eine homogene Meßpunkteverteilung zu realisieren. Dafür gibt es im wesentlichen zwei Gründe:

1. die starke Zerklüftung der Bruchfläche, die eine Quantifizierung von Δa sehr kompliziert macht
2. den starken Einfluß der Faserorientierung auf das Rißausbreitungsverhalten [30].

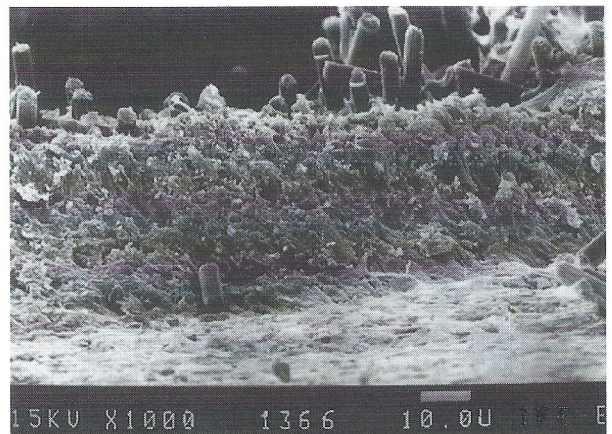
Eine Auswertung dieser Rißwiderstandskurven nach der ESIS-Prozedur hätte zur Folge, daß nur 1 bzw. 3 Meßpunkte im Gültigkeitsbereich lägen und somit die Konstruktion der J - Δa -Kurven sowie die Ermittlung der Rißinitiierungswerte unmöglich wäre. Durch die Anwendung des JT_J -Konzepts ist eine bruchmechanische Auswertung dieser J - Δa -Kurven gegeben. Es wird deutlich, daß das Rißinitiierungsverhalten durch die Faserart nicht beeinflußt wird. Demzufolge wird der $J_{0,2}$ -Wert wesentlich vom Verhalten der Matrix bestimmt. Im Gegensatz dazu werden der T_J - und der JT_J -Wert durch die Faserart, die Faser/Matrix-Wechselwirkungen und die Faserorientierung bestimmt. Im PA/GF-Verbund liegen offensichtlich die günstigeren Voraussetzungen für einen erhöhten Werkstoffwiderstand gegen Rißausbreitung vor. Die morphologischen Ursachen für dieses Werkstoffverhalten sollen an dieser Stelle nicht diskutiert werden.

Auf Grund des Mangels an geeigneten Auswertevorschriften und Standards für bruchmechanische Untersuchungen an Kunststoffen ist es allgemein üblich, sich an den Standards und Prüfvorschriften für metallische Werkstoffe zu orientieren [24]. Die zur Zeit zur Bewertung des Rißwiderstandsverhaltens metallischer Werkstoffe gültigen Standards bzw. Standardentwürfe [13 bis 16] enthalten zur Charakterisierung des Rißabstumpungsverhaltens eine „blunting line“. Diese blunting line wird entweder nach Gl. (7)

$$J = \omega \sigma_y \Delta a \quad (7)$$

mit $\omega = 2$ [13] oder aus dem Verfestigungsverhalten des Werkstoffs [15, 16] berechnet.

Vergleichende Untersuchungen zum Rißabstumpungsverhalten zeigen, daß sich die Bestimmung des Anstiegs der blunting line nach der ASTM 813-89 [13] in vielen Fällen als nicht praktikabel erweist [31 bis 34]. Somit erscheint es zweckmäßig, den Anstieg der blunting line experimentell zu bestimmen und den Einfluß der Berücksichtigung des blunting auf den nach dem ESIS-Testprotokoll [17] ermittelten $J_{0,2}$ -Wert zu untersuchen.



Erste Ergebnisse zu dieser Problematik liegen vor und sollen im folgenden am Beispiel der J_R -Kurve des PA/CF-Verbunds erläutert werden.

Für die experimentelle Bestimmung des Anstiegs der blunting line ist die Ermittlung von Meßpunkten der J - Δa -Kurve im Rißabstumpfungsbereich notwendig und parallel dazu müssen Stretchzonenuntersuchungen durchgeführt werden. Aus dem ermittelten J -Integralwert bei $\Delta a = 0$ und der Stretchzonenweite kann durch Einsetzen in Gl. (7) der Anstieg der blunting line experimentell bestimmt werden. Bild 8 zeigt einen Ausschnitt aus der J_R -Kurve des PA/CF-Verbunds mit blunting line nach ASTM 813-89 und der experimentell ermittelten blunting line, sowie einen Ausschnitt aus der Stretchzonenhöhe SZH dieses Verbundes. Eine Quantifizierung der Stretchzonenweite ist auf Grund der starken Zerklüftung der Bruchfläche kaum möglich.

An Hand von Bild 8 wird deutlich,

1. daß für diesen Werkstoff die Berücksichtigung des blunting keinen Beitrag zur Ermittlung des Rißinitiierungswertes liefert,
2. daß die Anwendung eines allgemeinen Zusammenhangs zur Quantifizierung des Rißabstumpfungsverhaltens zu einer Unterschätzung dieses Prozesses führen kann, was bei zähen Werkstoffsystemen eine Unterschätzung der Zähigkeitseigenschaften zur Folge hätte, und
3. daß der nach dem ESIS-Testprotokoll [17] ermittelte Rißinitiierungswert ein konservatives Bewertungskriterium darstellt und somit zur Zähigkeitsbewertung geeignet ist.

4. Zusammenfassung

Das ESIS-TC-4-Protokoll ist für die Bestimmung eines technischen Rißinitiierungswerts $J_{0,0,2}$ beim derzeitigen Erkenntnisstand als geeignet anzusehen. Der Rißinitiierungswert allein liefert jedoch keinen Beitrag zur Aufklärung quantitativer Morphologie/Zähigkeits-Korrelationen, da er wesentlich vom Matrixverhalten bestimmt wird.

Das JT_J -Konzept ermöglicht eine umfassende mehrparametrische Bewertung des Rißwiderstandsverhaltens der Kunststoffe, wobei durch die energetische Betrachtung der Vorgänge an der Rißspitze der Prozeß des „blunting“ zwar nicht im Einzelnen abzuheben, aber in jedem Fall werkstoffspezifisch berücksichtigt ist. Zusätzlich erfolgt eine Quantifizierung energiedissipativer Prozesse, die in engem Zusammenhang mit ablaufenden Deformationsmechanismen und strukturellen Größen stehen.

Das JT_J -Konzept ist als ein einheitliches Bewertungskriterium anzusehen auf dessen Grundlage ein direkter quantitativer Vergleich von Rißwiderstandskurven vorgenommen werden kann.

Vordringliche Aufgabe für zukünftige Arbeiten ist die Aufklärung des Rißabstumpfungsprozesses in Kunststoffen, um den Prozeß der physikalischen Rißinitiierung zu erfassen.

Die Kenntnis der Prozesse der Rißabstumpfung ist Grundvoraussetzung für die Definition eines sinnvollen technischen Rißinitiierungswertes für Kunststoffe.

5. Verzeichnis der verwendeten Formelzeichen

| | |
|-----------------|--|
| $A_{el, pl}$ | elastischer bzw. plastischer Anteil an der Gesamtverformungsarbeit |
| A_R | Rißverzögerungs- („crack propagation“)energie |
| a | Ausgangsrißlänge |
| B | Probendicke |
| W | Probenbreite |
| Δa | stabile Rißverlängerung |
| $\eta_{el, pl}$ | Geometriekorrekturfunktionen für A_{el} bzw. A_{pl} |
| σ_Y | Fließgrenze |

Literatur

- [1] Grellmann, W.: Handbuch der Kunststoffprüfung (Hrsg. H. Schmiedel), München, Carl Hanser Verlag, 1992
- [2] Seidler, S.; Grellmann, W.: Fortschr.-Ber. VDI Reihe 18, Nr.92, Düsseldorf, VDI Verlag, 1991
- [3] Grellmann, W.; Seidler, S.; Nezbedová, E.: Plaste u. Kautschuk 37 (1990) 232
- [4] Williams, J. G.: Failure in Polymers: Advances in Polymer Science 27 (1978) New York, Springer Verlag
- [5] Agarwal, C. M.; Pearsall, G. W.: J. of Mat. Sci. 26 (1991) 1919
- [6] Friedrich, K.: J. Mat. Sci. 21 (1986) 2889
- [7] Kobayashi, T.; Niinomi, M.: Nuclear Engineering and Design 111 (1989) 27
- [8] Falk, J.; Dahl, W.: Proc. 24. Vortragsveranstaltung des DVM Arbeitskreises Bruchvorgänge, 18.–19.2.1992 Aachen, 131
- [9] Ernst, H.; Paris, P. C.; et al.: ASTM STP 677 (1979) 581
- [10] Savadori, A.; Bramuzzo, M.; Marega, C.: Polymer Testing 4 (1984) 73
- [11] Sunderland, P.; Kausch, H. H.: Makromol. Chem., Macromol. Symp. 16 (1988), 365
- [12] Grellmann, W.; Seidler, S.: Materialprüfung 33 (1991) 213
- [13] ASTM 813-89: Standard Test Method for J_{Ic} , A Measure of Fracture Toughness
- [14] ASTM E 1152: Standard Test Method for Determining J-R Curves
- [15] DVM Merkblatt 002-87: Ermittlung von Rißinitiierungswerten und Rißwiderstandskurven bei Anwendung des J-Integrals
- [16] ESIS-Procedure P2-91: ESIS Procedure for Determining the Fracture Behaviour of Materials
- [17] Standard draft ESIS TC4: A Testing Protocol for Conducting J-Crack Growth Resistance Curve Tests on Plastics
- [18] Will, P.: Fortschr.-Ber. VDI Reihe 18 Nr.56, VDI Verlag Düsseldorf 1988
- [19] ASTM 813-81: The Determination of J_{Ic} , a Measure of Fracture Toughness
- [20] Bernal, C. R.; Frontini, P. M.: Polymer Testing 11 (1992) 271
- [21] Takemori, M. T.; Narisawa, I.: Proc. 7th Intern. Conf. on Fracture, ICF 7, University of Houston, Texas, March 20.–24. 1989, 2733
- [22] Zhang, M. J.; Dong, X. L.: Proc. Toughness Fracture and Fatigue of Polymers and Composites. „How to Improve the Toughness of Polymers and Composites“ Yamagata, 8.–11.10.1990, 195
- [23] Friedrich, K.: Proc. Toughness Fracture and Fatigue of Polymers and Composites. „How to Improve The Toughness of Polymers and Composites“. Yamagata, 8.–11.10.1990, 201
- [24] Narisawa, I.; Takemori, M. T.: Polymer Eng. Sci. 29 (1989) 671
- [25] Rimnac, C. M.; Wright, T. M.: Polymer Eng. Sci. 28 (1988) 1586
- [26] Huang, D. D.: Proc. 7th Intern. Conf. on Deformation, Yield and Fracture of Polymers, Churchill College, Cambridge, UK, 8.–11.4.1991, 24/1
- [27] Bandyopadhyay, S.: J. Mat. Sci. Letters 3 (1984) 39
- [28] Kishimoto, K.; Notomi, M.: Proc. Toughness Fracture and Fatigue of Polymers and Composites. „How to Improve the Toughness of Polymers and Composites“. Yamagata, 8.–11.10.1990, 160
- [29] Seidler, S.; Grellmann, W.: J. Mat. Sci. 28 (1993), erscheint demnächst
- [30] Grellmann, W.; Seidler, S.: J. Polymer Eng. 11 (1992) 71
- [31] Hashemi, S.; Williams, J. G.: Polymer 27 (1986) 384
- [32] Keller, H. P.; Munz, D.: Proc. 10th Conference on Flow, Growth and Fracture in ASTM Techn. Publ. 631 (1977) 217
- [33] Sih, C. F. J.: Mech. Phys. Solids 29 (1981) 305
- [34] Gilmore, C. M.: Metall. Sci. 17 (1983) 177

(eingegangen am 5. Mai 1993)

PKA 1193