

Iris Kruppke  
ITM, TU Dresden

# **Modul: Grundlagen des Verarbeitungs-maschinen- und Textilmaschinenbaus (5 LP)**

## **Lehrveranstaltung: Funktionalisierung und Grenzschichtdesign (2/2/2)**

**Teilnehmer:** MwDMB5-VTM, MwDMB-3-AVT, DA-Wing

**Lehrveranstaltung 9:** Verbundprüfungen

# Inhalte

Einleitung

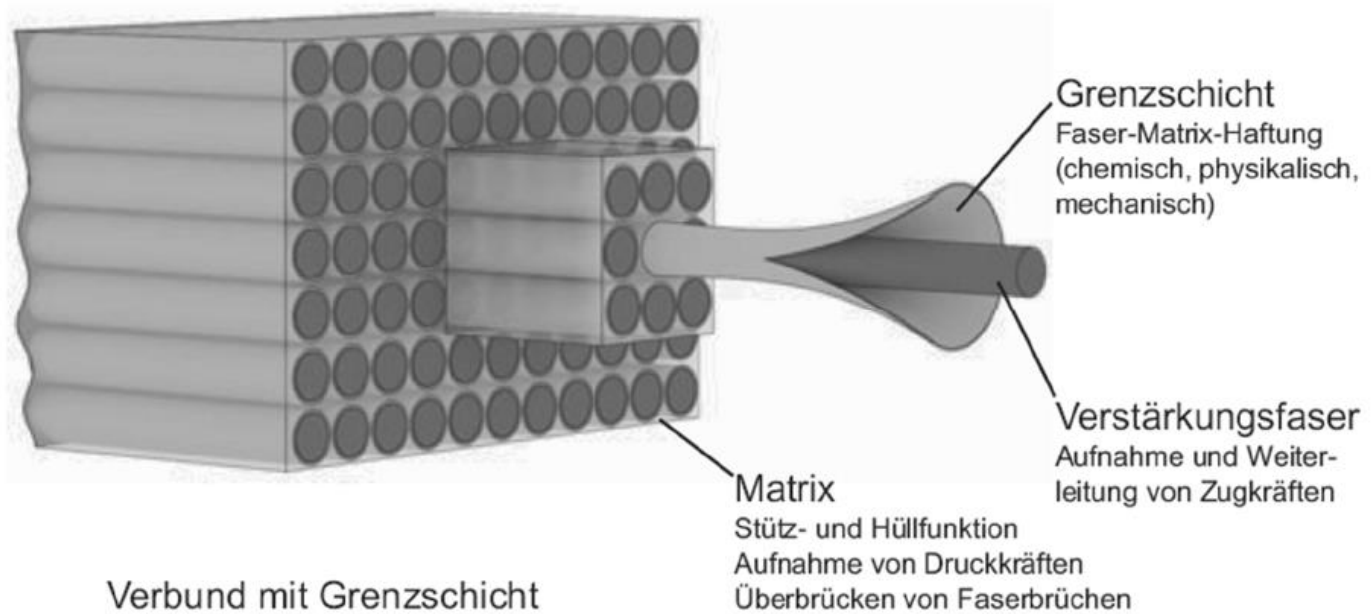
Untersuchungen zur Faser-Matrix-Haftung - Verbunduntersuchungen

**Mikroebene:** Einzelfaser Push-Out, Einzelfaser Pull-Out, Mikrobond

**Mesoebene:** Biegeversuch, Einzelfaserauszug, Verklebprüfungen, Textilauszugsversuche, DMTA

**Makroebene:** Dauerstands- und Biegeversuche

Zusammenfassung / Lernerfolgsfragen



# Verbunduntersuchungen

Zusammenwirken von mikro- und makroskopischen, mechanischen Effekten

## Makromechanische Eigenschaften

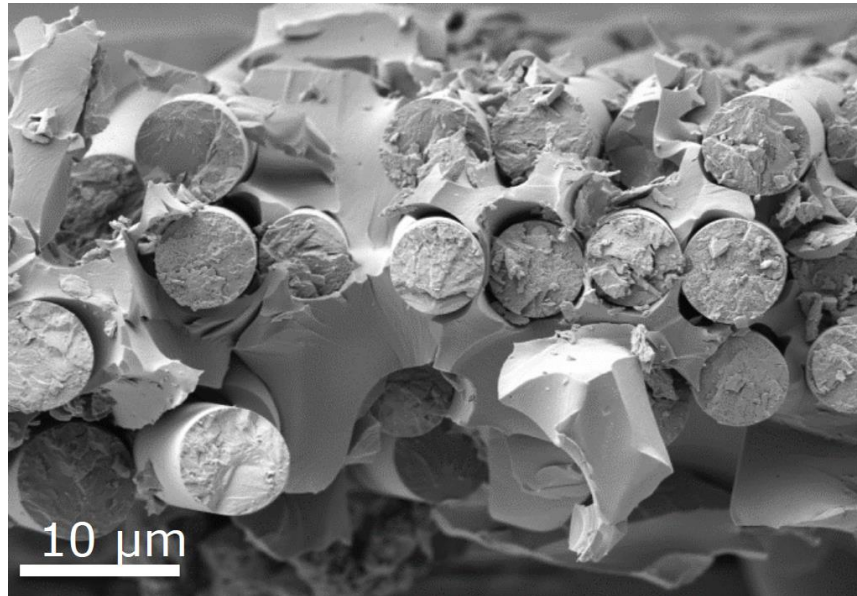
Fasergehalt

Faserorientierung

Faser-Matrix-Adhäsion

Faserlänge

Matraxeigenschaften



REM von NHC:BADGE:HHPA-Composite | © M. Buchmeiser, iTCF Denkendorf

## Mikromechanische Eigenschaften

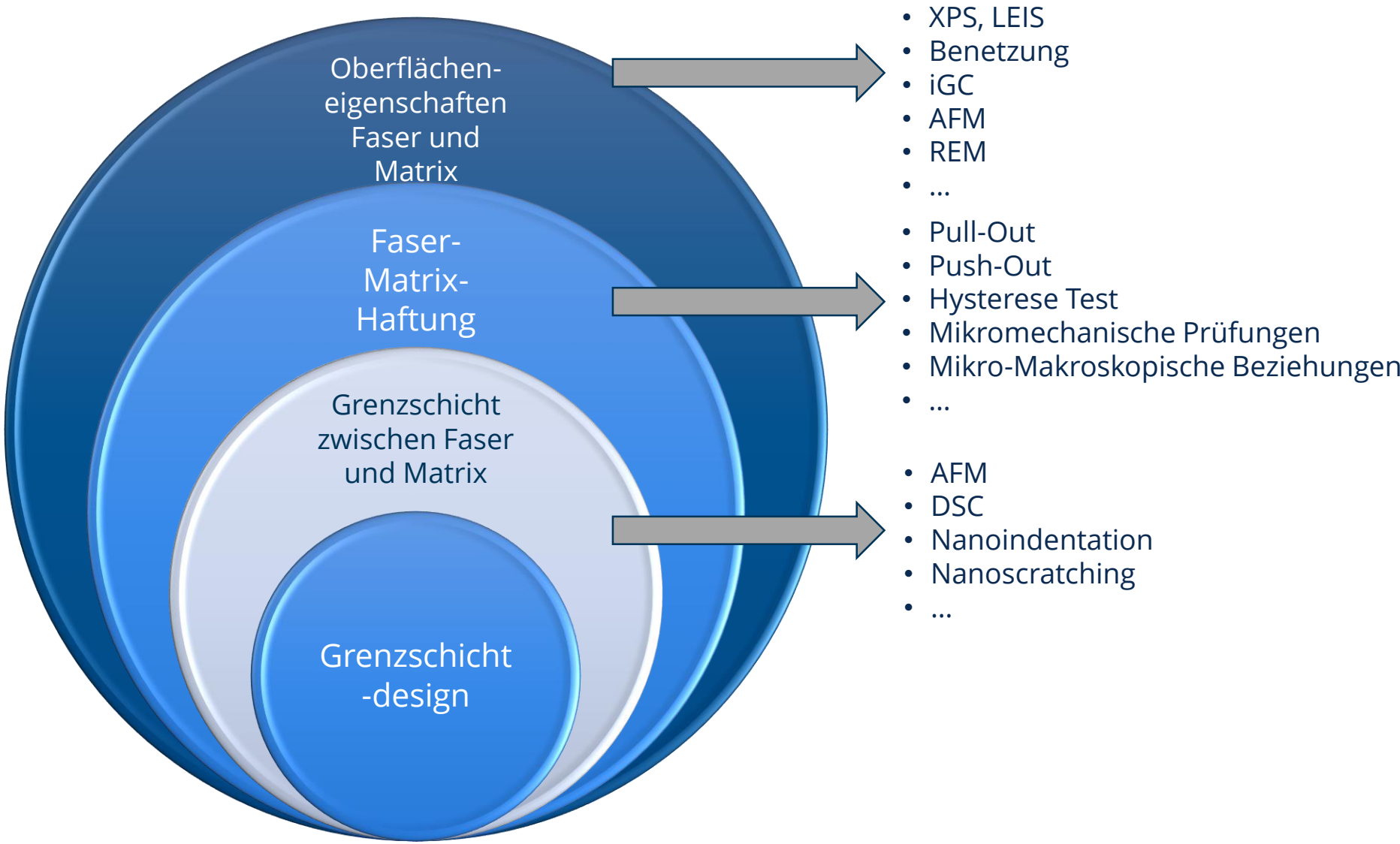
Porengehalt

Faserdurchmesser

Homogenität der

Faserverteilung

Fasereigenschaften



Oberflächeneigenschaften  
Faser und  
Matrix

- XPS, LEIS
- Benetzung
- iGC
- AFM
- REM
- ...

Faser-  
Matrix-  
Haftung

- Pull-Out
- Push-Out
- Hysterese Test
- Mikromechanische Prüfungen
- Mikro-Makroskopische Beziehungen
- ...

Grenzschicht  
zwischen Faser  
und Matrix

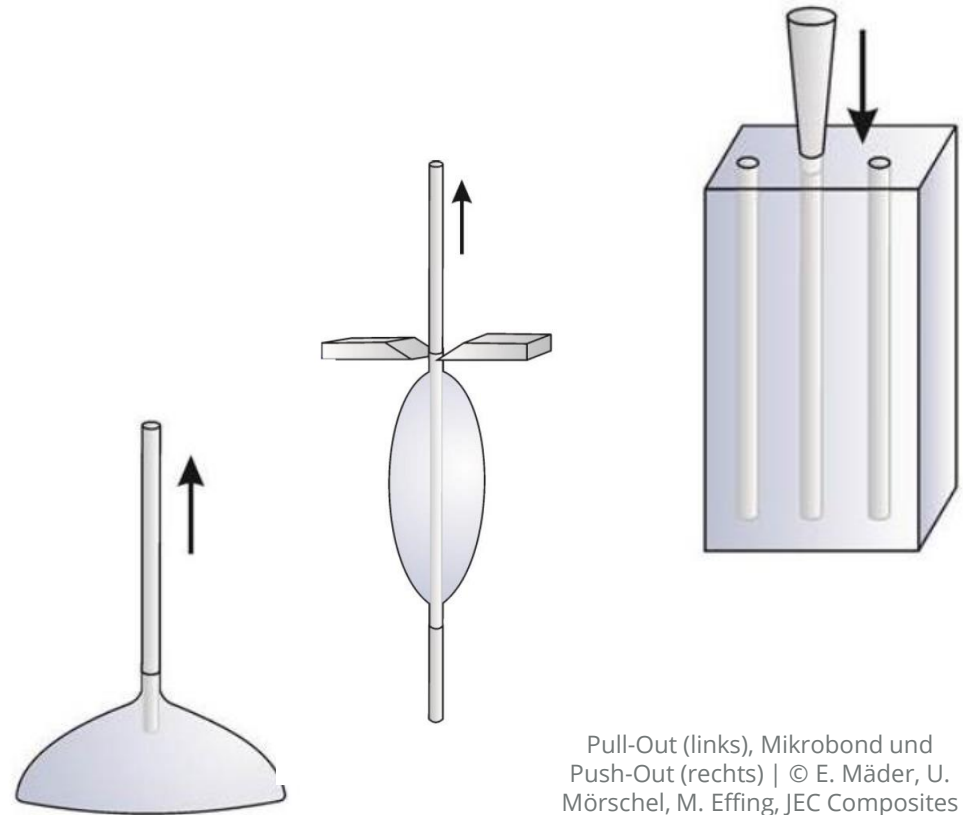
- AFM
- DSC
- Nanoindentation
- Nanoscratching
- ...

Grenzschicht  
-design

# Mikromechanische Untersuchungen

## Untersuchungen mit direkter Kraftwirkung auf die Faser

1. Pull-Out-Test
2. Mikrobond
3. Push-Out-Test

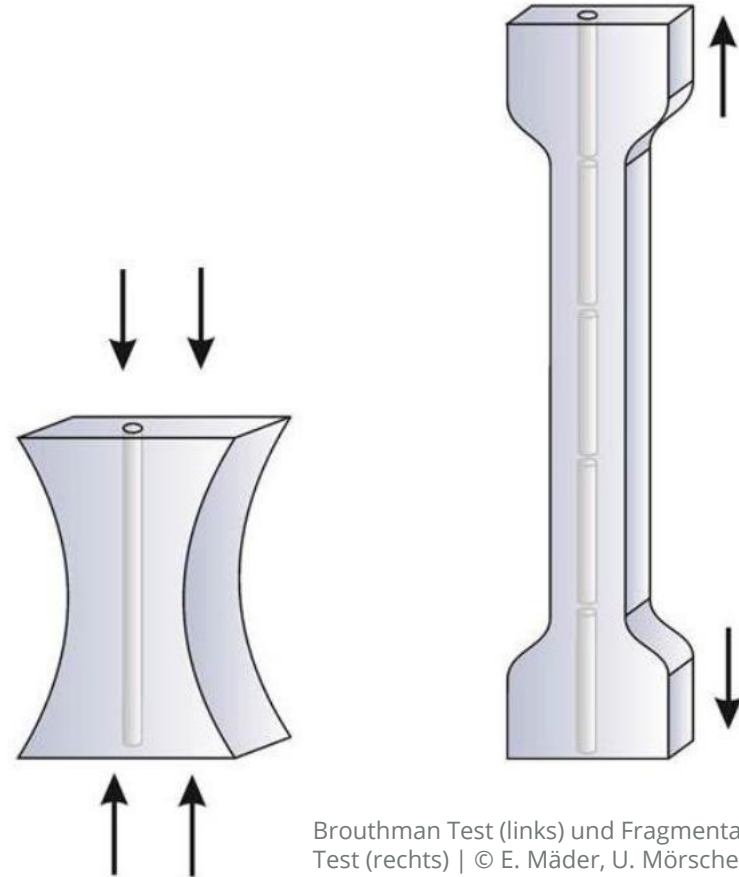


Pull-Out (links), Mikrobond und Push-Out (rechts) | © E. Mäder, U. Mörschel, M. Effing, JEC Composites Mag. 102 (2016) 60-62

# Mikromechanische Untersuchungen

## Untersuchungen mit Kraftwirkung auf die Matrix

1. Fragmentation Test
2. Brouthman Test



Brouthman Test (links) und Fragmentation Test (rechts) | © E. Mäder, U. Mörschel, M. Effing, JEC Composites Mag. 102 (2016) 60-62

# Mikromechanische Untersuchungen

## Einzelfaser Pull-Out Test (SFPO)

Computergesteuerter  
Einbettungsprozess

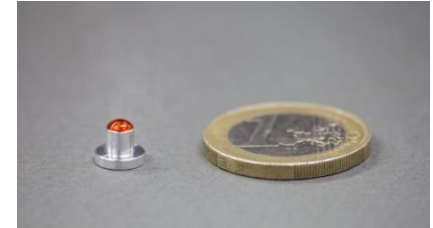
Schmelztemperaturen bis zu 400 °C

Heizraten bis zu 10 K/s

Optionaler Betrieb unter  
Inertgasatmosphäre



Pull-Out (links), Mikrobond und  
Push-Out (rechts) | © E. Mäder, U.  
Mörschel, M. Effing, JEC Composites  
Mag. 102 (2016) 60-62



Größenordnung Prüfkörper | ©  
Christina Scheffler 2015, IPF



Präparationskammer | ©  
Fimatest textechno Dr. Möschel  
07.12.2016



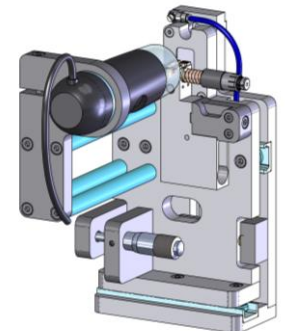
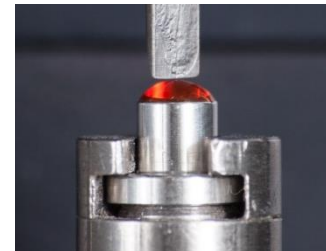
Vorbereiteter Probenkörper | ©  
Christina Scheffler 2015, IPF

# Mikromechanische Untersuchungen

## Einzelfaser Pull-Out Test (SFPO)




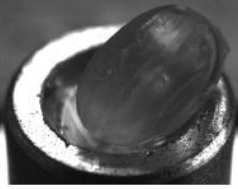

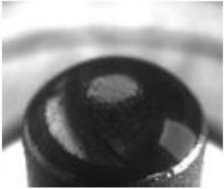
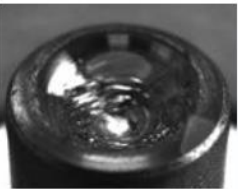
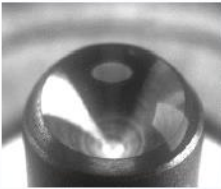
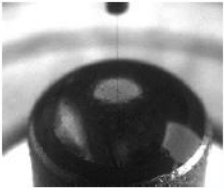
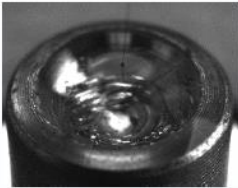
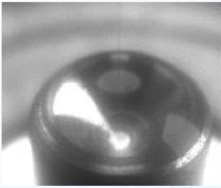
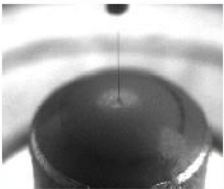
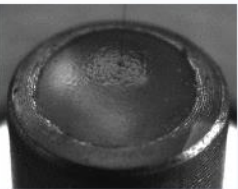
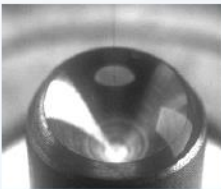
FAVIMAT+ AIROBOT2 | ©  
Fimatest textechno Dr. Möschel  
07.12.2016



Einbettanlage FIMABOND (links), Überblick über Prüfbereich (Mitte links), Prüfkörper während Prüfung (Mitte, rechts) und Pull-Out-Einrichtung (rechts)  
| © Fimatest textechno Dr. Möschel 07.12.2016

# Mikromechanische Untersuchungen

## Einzelfaser Pull-Out Test (SFPO)

Process step	PEEK / Carbonfibre	PE / Carbonfibre	Epoxy / Carbonfibre
<b>Inserting</b> of the matrix (powder, granulate, liquid) into the tester			
<b>Heating</b> (thermoplastics: $T > T_m$ , resins: warming)			
<b>Embedding</b> (at variable speed, predetermined embedding length)			
<b>Cooling</b> thermoplastics, <b>curing</b> resins			

Übersicht über  
verschiedene Faser-  
Matrix-Systeme | ©  
Fimatest texttechno  
Dr. Möschel  
07.12.2016

# Mikromechanische Untersuchungen

## Einzelfaser Pull-Out Test (SFPO)

$$\tau_{app} = \frac{F_{max}}{\pi \cdot d_f \cdot l_e}$$

- Kraft-Verschiebungskurve
- Grenzflächenscherfestigkeit
- Kritische Energiefreisetzungsrate der Grenzfläche

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

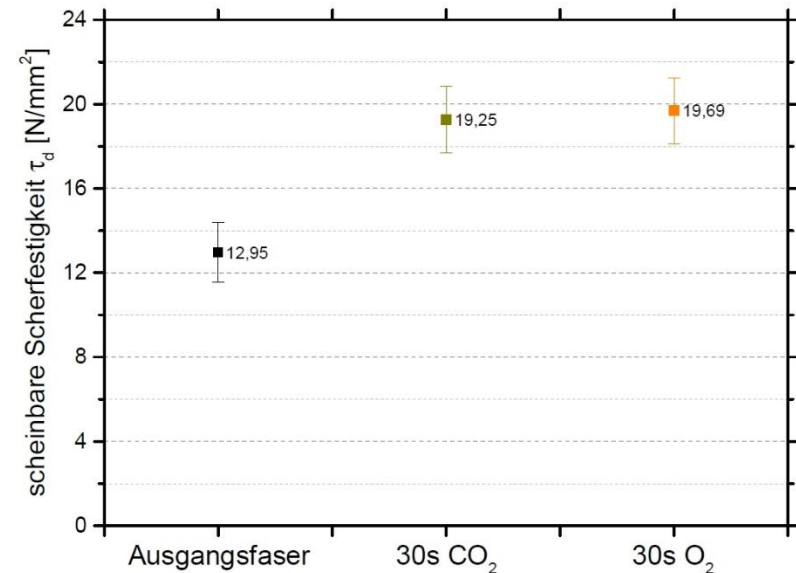
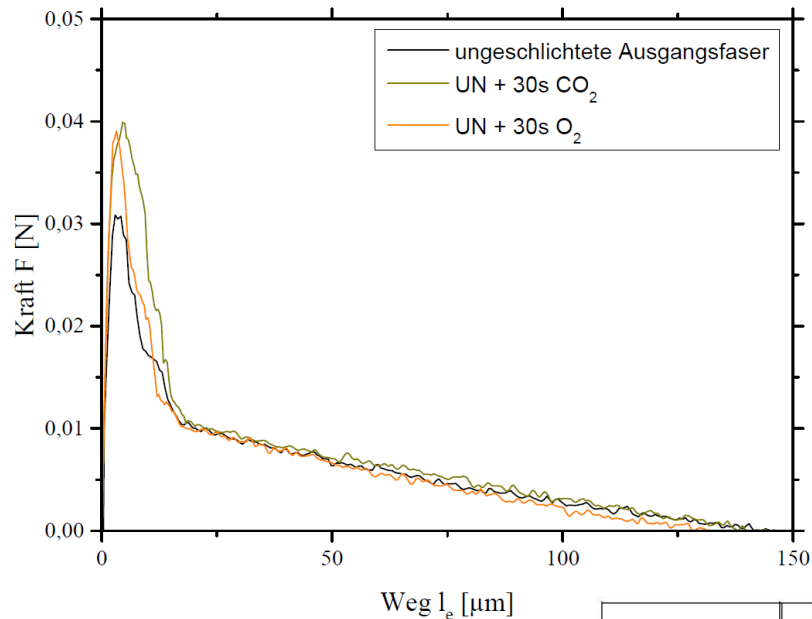
$$\tau_f = \frac{F_{min}}{\pi \cdot d_f \cdot l_e}$$

Formelzeichen	Einheit	Definition
$\tau_{app}$	[MPa]	Scheinbare Grenzflächenscherfestigkeit / Apparent interfacial shear strength
$\tau_d$	[MPa]	Lokale Grenzflächenscherfestigkeit / local interfacial shear stress
$\tau_f$	[MPa]	Grenzflächenreibungsspannung / interfacial frictional stress
$G_{ic}$	[MPa]	Kritische Grenzflächenabscherrate Critical interfacial energy release rate

# Mikromechanische Untersuchungen

## Einzelfaser Pull-Out Test (SFPO)

Ungeschlichtete CF in PP vor und nach Plasmabehandlung in  $\text{CO}_2$  und  $\text{O}_2$



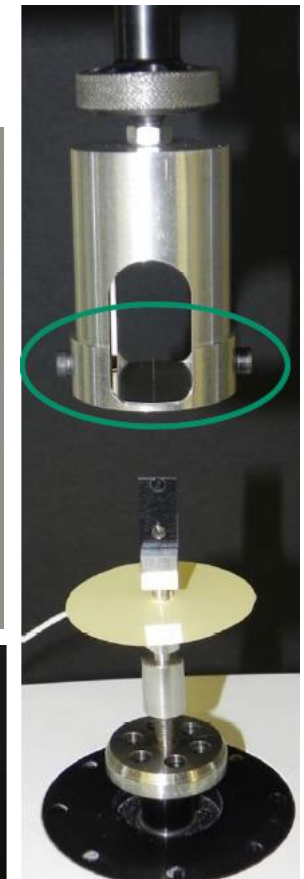
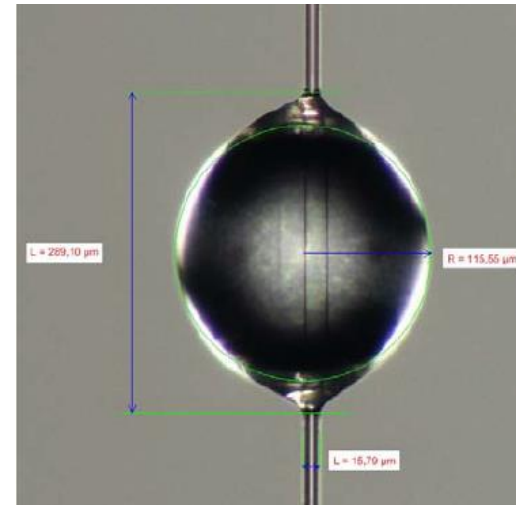
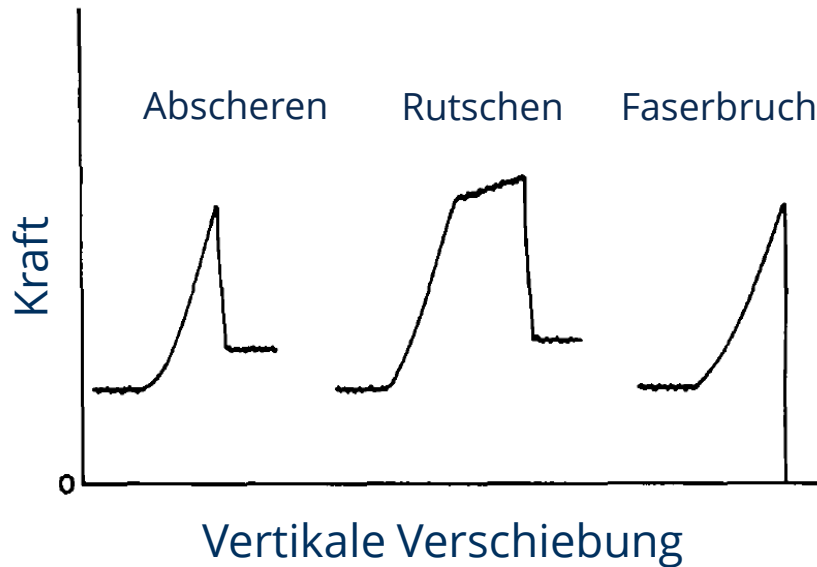
	Ungeschlichtete Faser	UN + 30s $\text{CO}_2$ - Plasma	UN + 30s $\text{N}_2 + \text{O}_2$ - Plasma	UN + 30s $\text{O}_2$ - Plasma
$[\text{N}]:[\text{C}]_{\text{spec}}$	0,034	0,023	0,026	0,026
$[\text{O}]:[\text{C}]_{\text{spec}}$	0,061	0,281	0,078	0,096

# Mikromechanische Untersuchungen

## Mikrobond

Probenhalter zumeist Eigenbau

Bestimmung der Grenzflächenfestigkeit



Mikrobond Test am IWM | © Michael Schober 2016

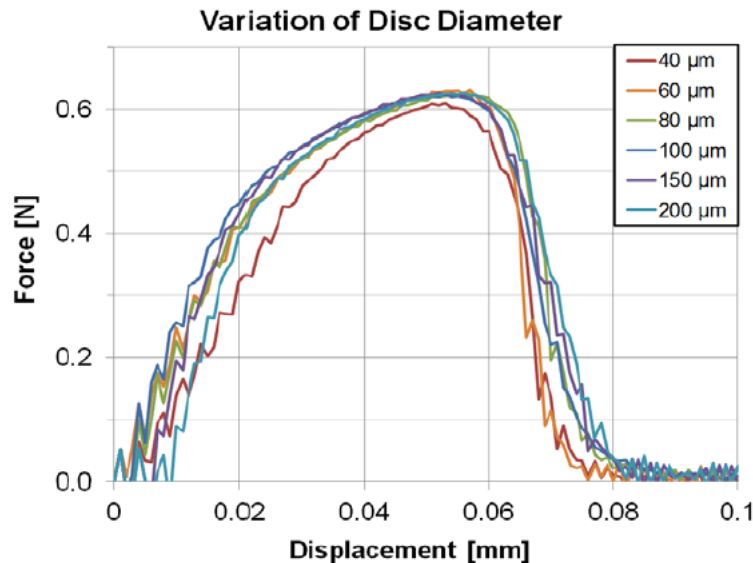
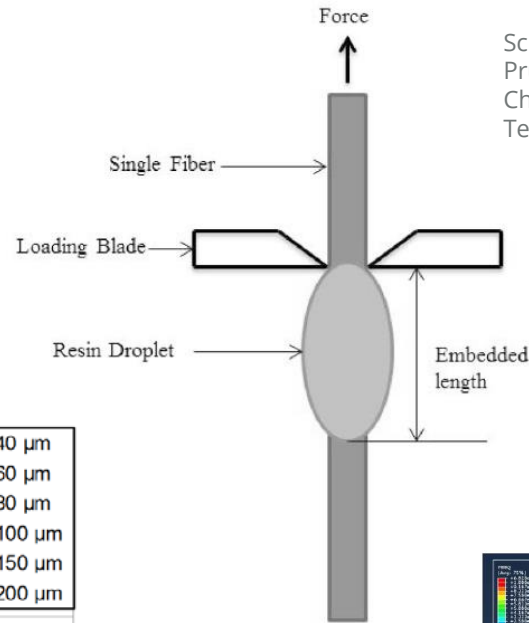
Microbond determination of shear strength of fiber-resin interface | © Bernhard Miller et al. 1985

# Mikromechanische Untersuchungen

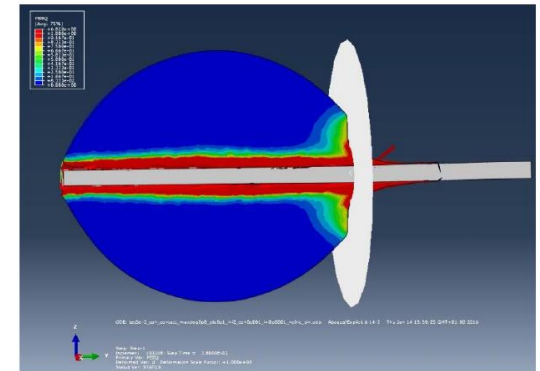
## Mikrobond

### Lineare Verformung

Schematischer Aufbau der Mikrobond Prüfung | © Fiber-Matrix Interface Characterization through the Microbond Test, Subramani Sockalingam 2012



Mikrobond Test am IWM  
(unten links und rechts) |  
© Michael Schober 2016



# Mikromechanische Untersuchungen

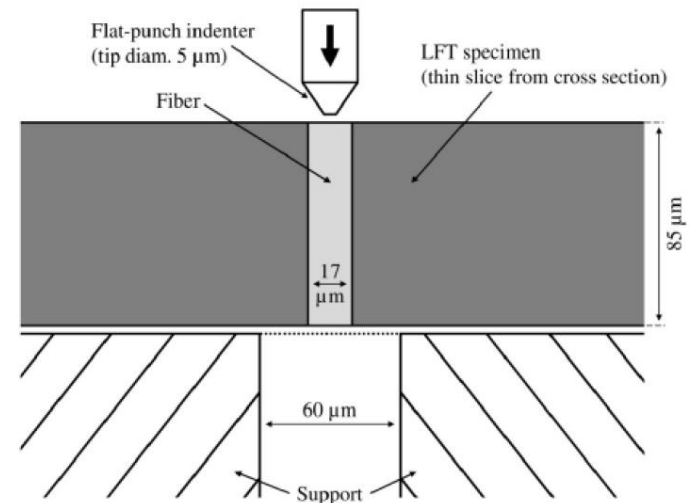
## Einzelfaser Push-Out Test

Charakterisierung und Quantifizierung der Faser-Matrix-Anbindung

Nicht-zyklischer und zyklischer Betrieb

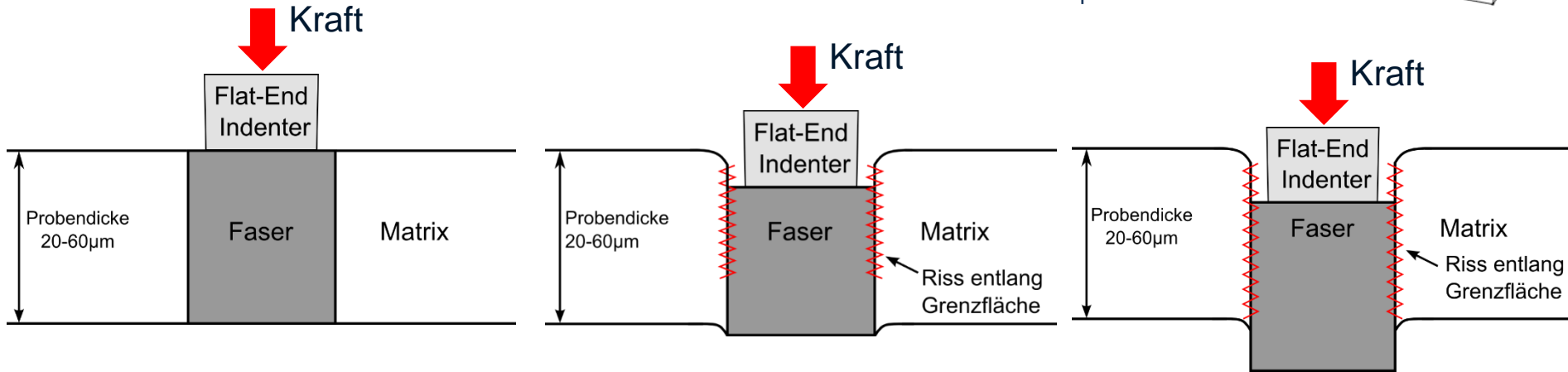
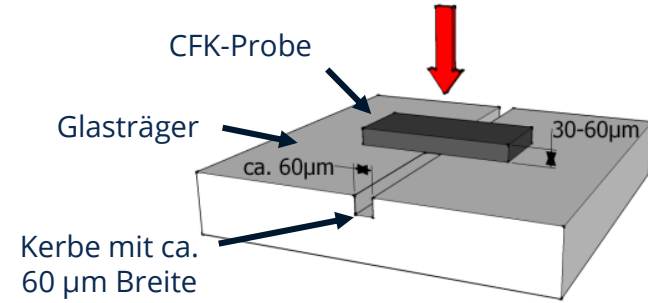
Untersuchung des Schlichte- und Funktionalisierungseinflusses auf die Haftung

Keine Berücksichtigung der plastischen Matrixdeformation



# Mikromechanische Untersuchungen

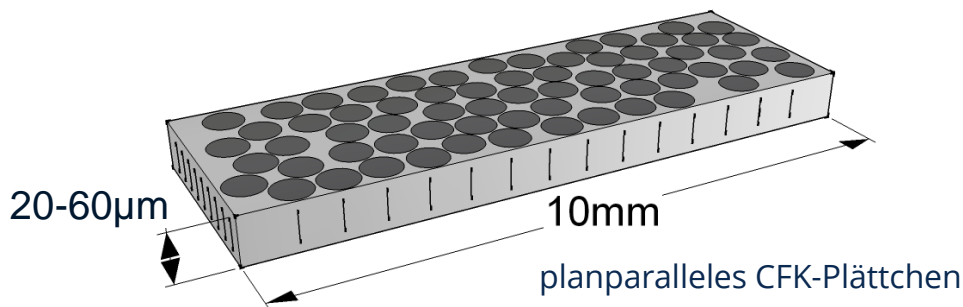
## Einzelfaser Push-Out Test



- Elastische und plastische Deformation von Faser und Matrix

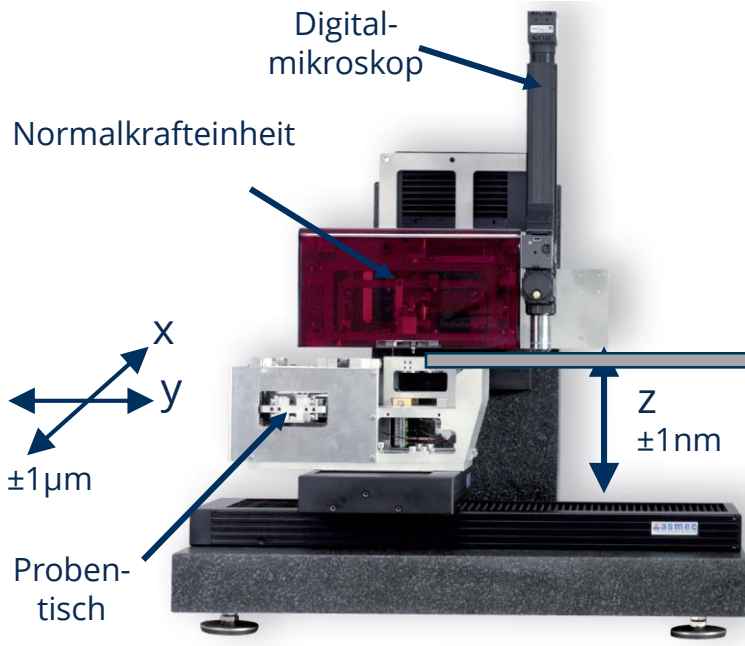
- Rissinitiierung und -wachstum
- Faser-Push-in

- Vollständige Ablösung von Faser und Matrix
- Faser-Push-out

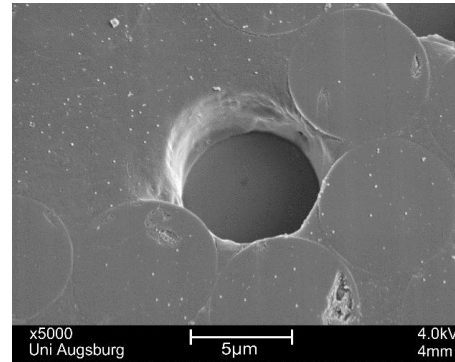


# Mikromechanische Untersuchungen

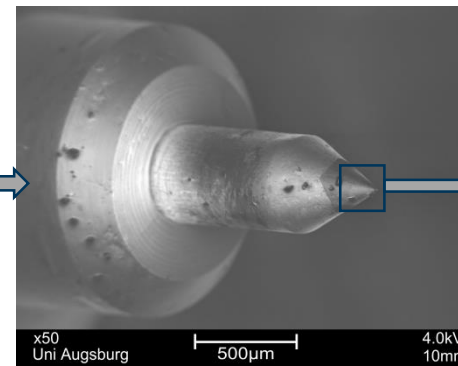
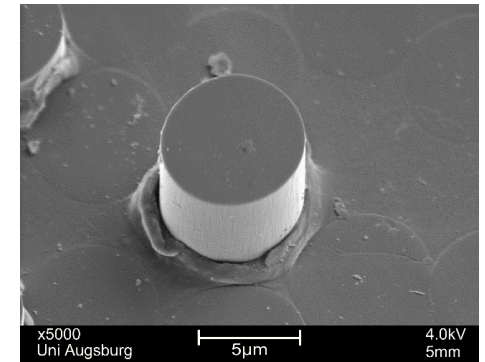
## Einzelfaser Push-Out Test



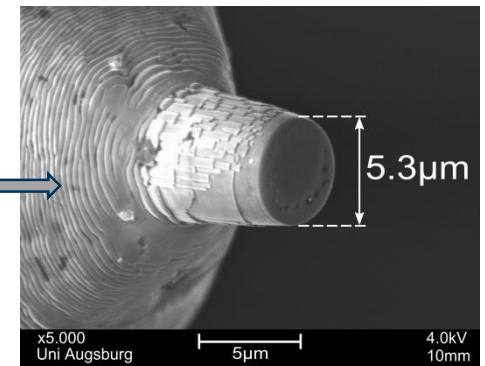
Prüfaufbau | © UNAT, Asmec GmbH Zwick/Roell



Push-Out Proben | © Michael Greisel 2016

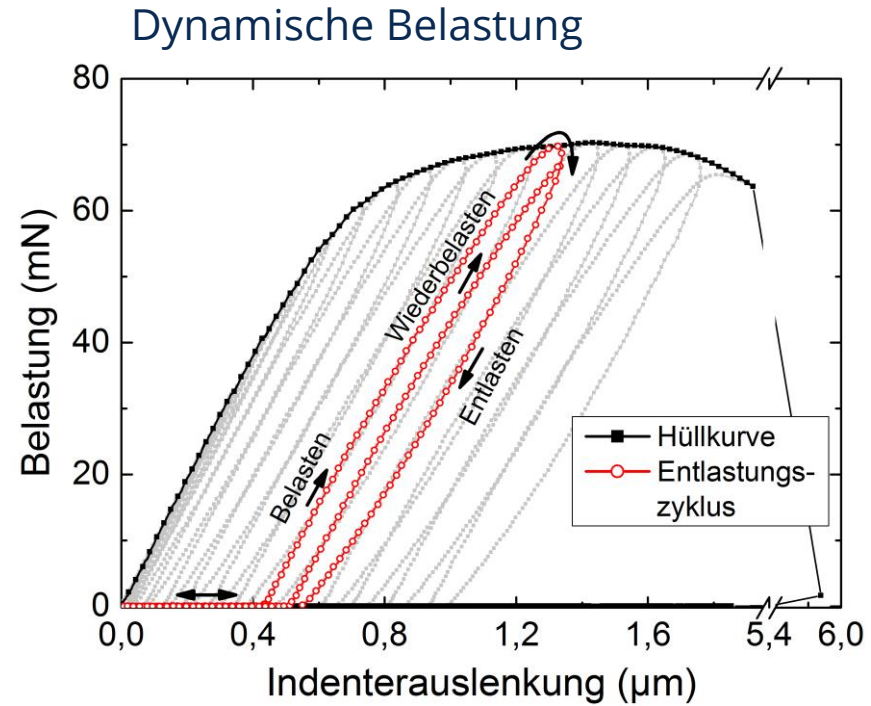
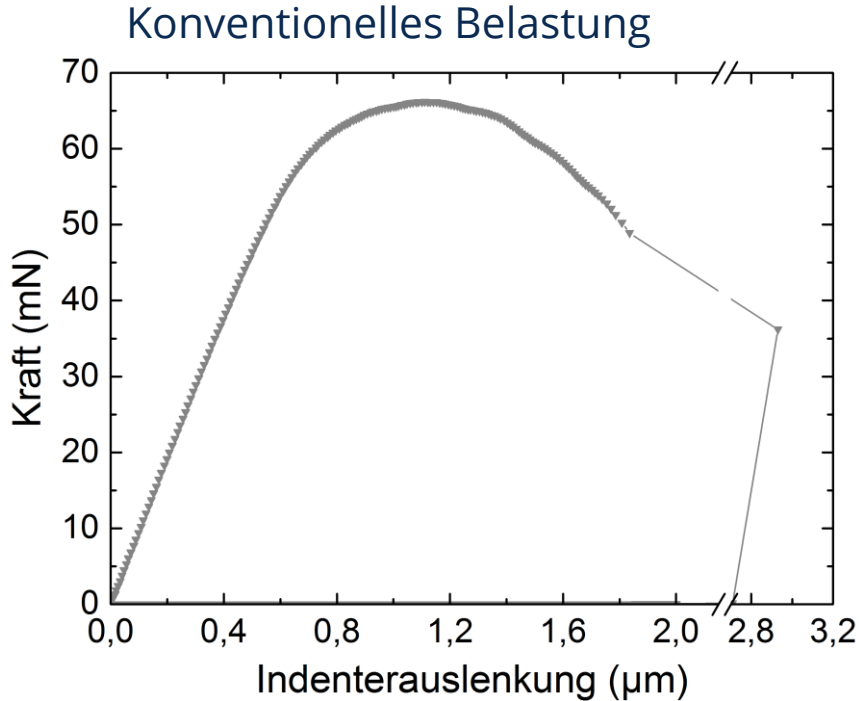
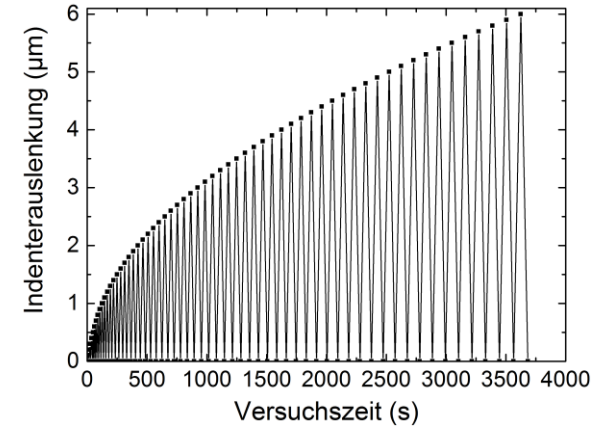


Spitze des Nanoindenters | © Michael Greisel 2016



# Mikromechanische Untersuchungen

## Einzelfaser Push-Out Test



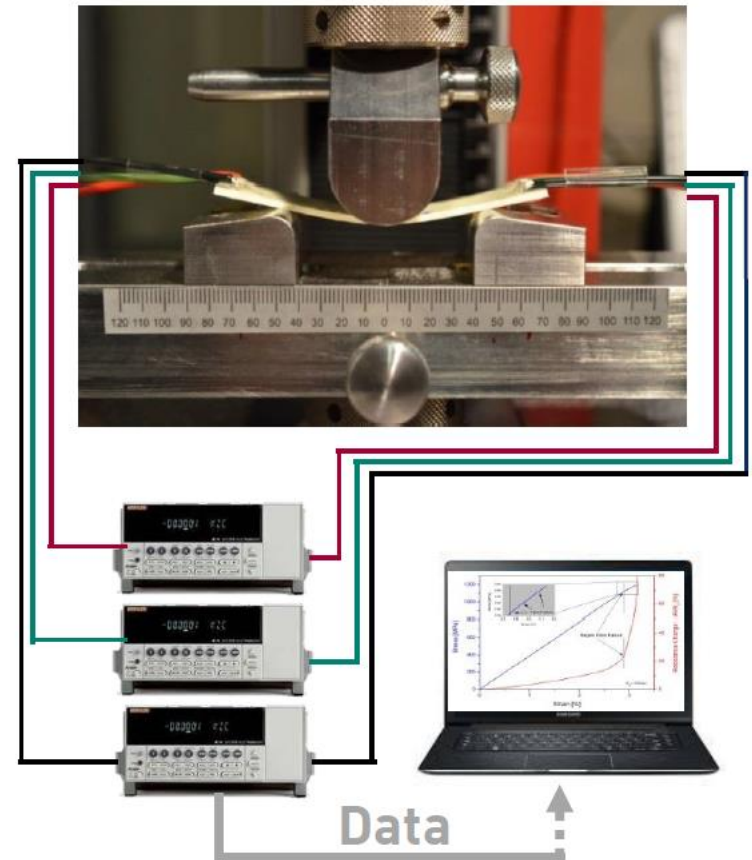
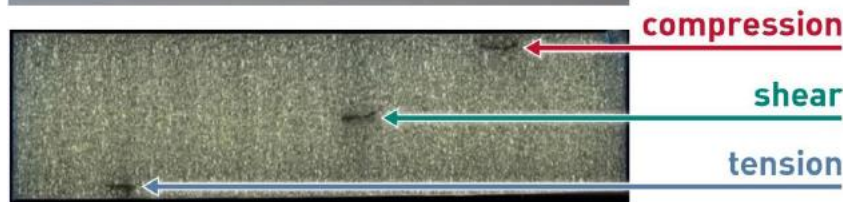
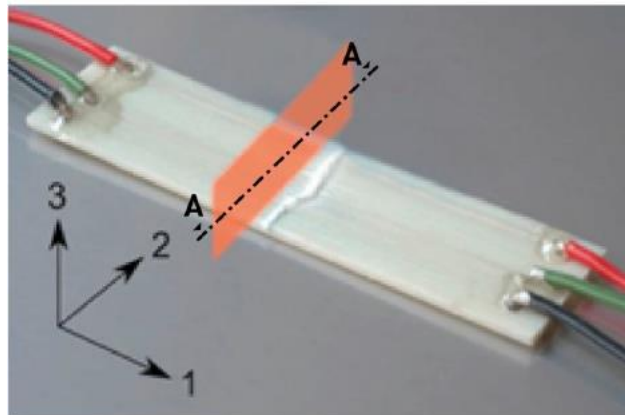
Belastungen beim Einzelfaserpushout | © Greisel et al. Composites Part A 66 (2014) 117-127

# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## 3-Punkt-Biegeversuche

1 mm/min

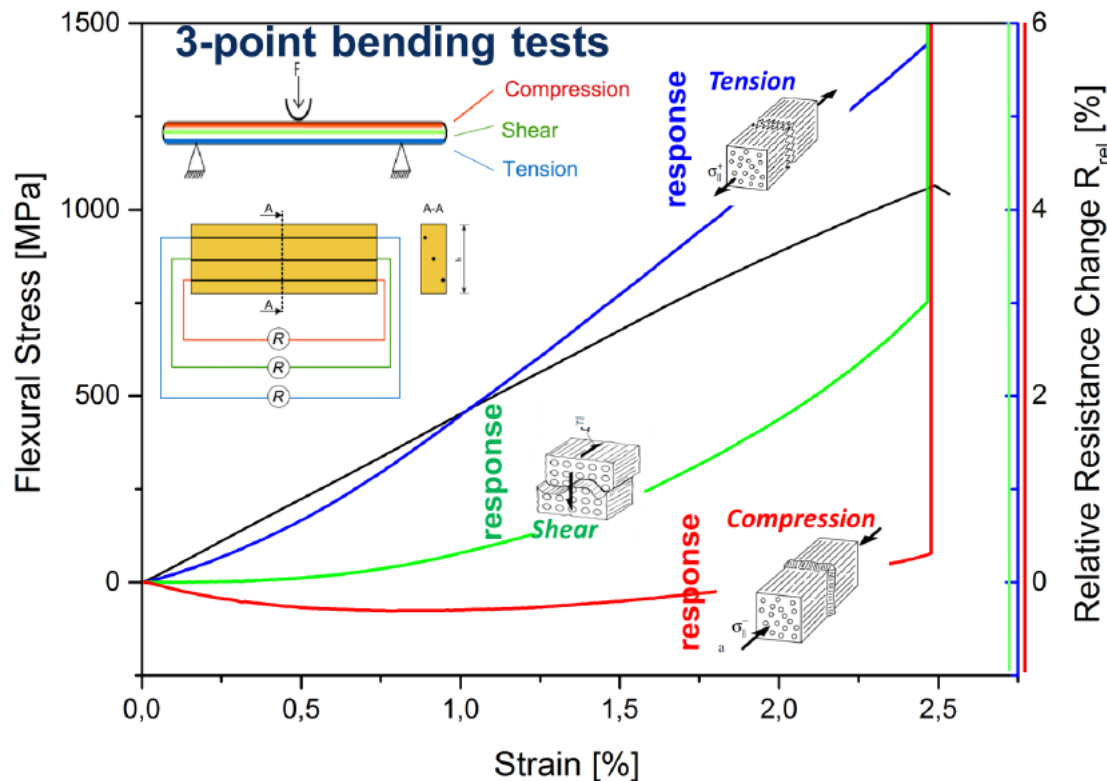
Auflagepunkte  $L = 80$  mm



Versuchsaufbau (oben) sowie Querschnitt eines unidirektionalen Laminats mit Glasfasern (unten);  $h \cdot b \cdot l = 3 \cdot 2 \cdot 12$  cm<sup>3</sup>, Experimenteller Versuchsauf (rechts)  
© Niclas Wiegand, Edith Mäder; Proceeding: Symposium-MultifunctionalComposites ACMA/SAMPE/CAMX, 2014

# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## 3-Punkt-Biegeversuche



Echtzeitmonitoring für  
statische Lasten

Unterscheidung von  
Kompressions-, Festigkeits-  
und Schereinflüssen

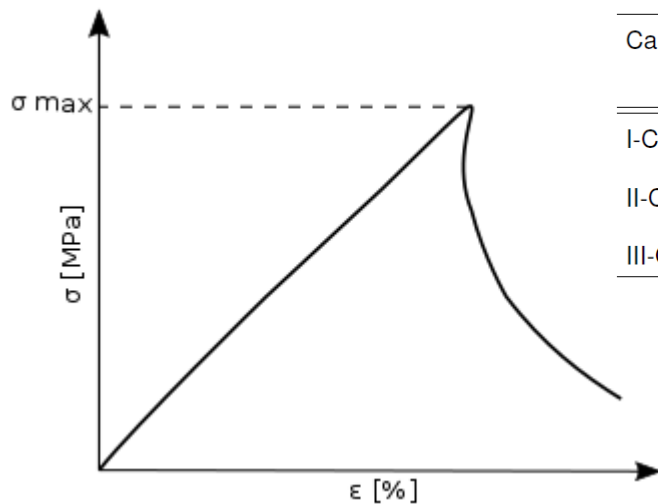
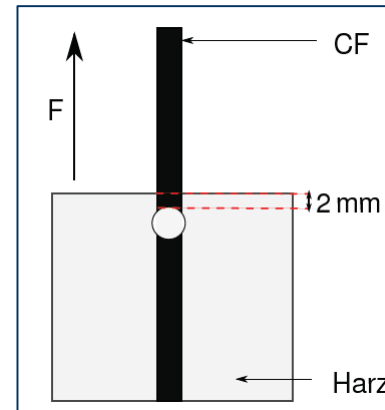
Beziehungen im 3-Punkt-Biegeversuch | © Niclas Wiegand, Edith Mäder; Proceeding: Symposium-MultifunctionalComposites ACMA/SAMPE/CAMX, 2014

# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## Einzelfadenauszug

Auszug einer Faser aus einem Matrixsystem

Durchführung an einer konventionellen Zugprüfmaschine



Carbonfaser	$\sigma_{\max, \text{Referenz}}$ in MPa	$\sigma_{\max, \text{oxifluoriert}}$ in MPa
I-CF	1155,41±131,00	1567,48*±110,24
II-CF	1331,62±173,56	1572,74*±109,99
III-CF	2142,38±115,8	2407,93*±129,25

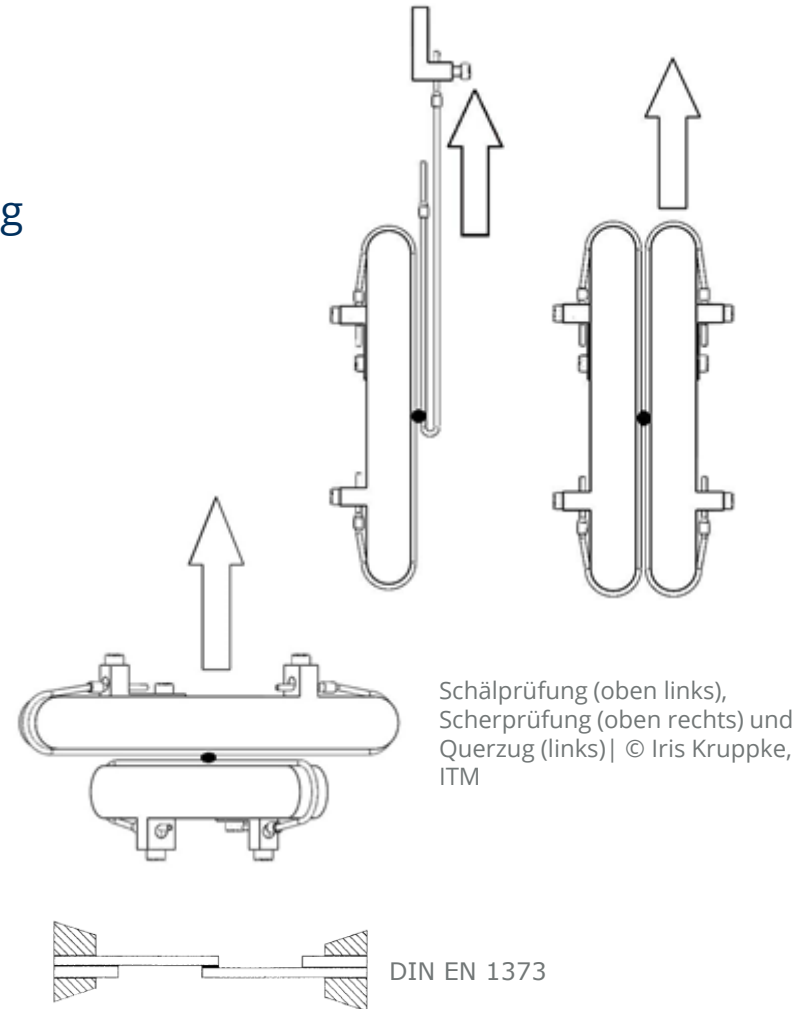
Spannungs-Dehnungs-Kurve des Einzelfadenauszugs (rechts), Ergebnisse von Referenz-CF und oxifluorierten CF in EP-Matrix, schematische Darstellung des Probenkörpers (oben) sowie geprüfter Probenkörper | © Iris Kruppke, ITM



# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## Verklebprüfungen

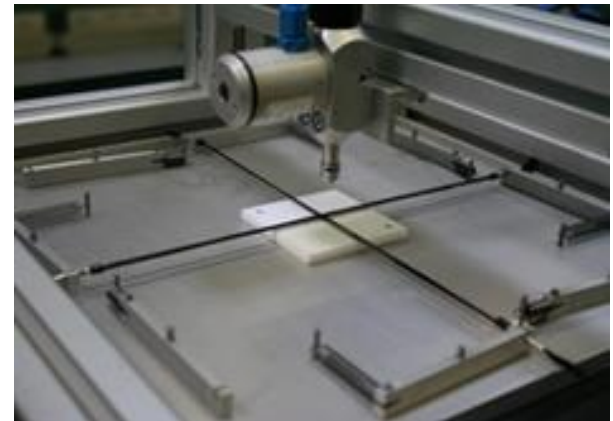
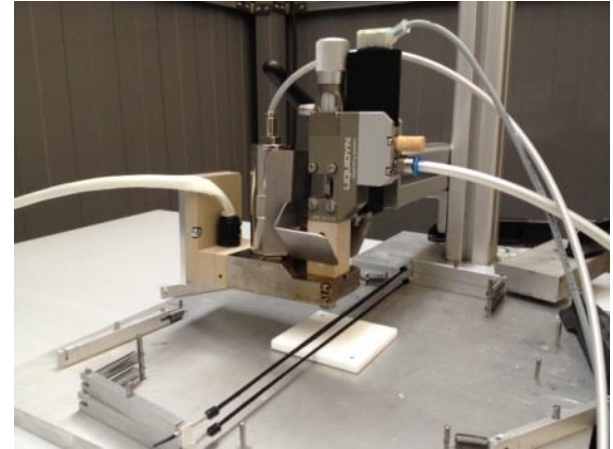
- Untersuchung von nicht eingebetteten, biegeschlaffen Strukturen möglich
- Semi-manuelle Probenvorbereitung notwendig
- Prüfung in einer konventionellen Zugprüfvorrichtung
- Bestimmung der maximalen Ablösekraft
- Durchführung an einer konventionellen Zugprüfmaschine
- Prüfung in Scher-, Schäl- und Querzugbeanspruchung



# Mechanische Untersuchungen in der Mesebene

## Verklebprüfungen

- Probenvorbereitung auf einer Halterung zur Erzeugung einer definierten Vorspannkraft
- Fixierung der Garnenden in Aderendhülsen (Klemmen und Kleben), die zur Fixierung im Probenhalter genutzt werden

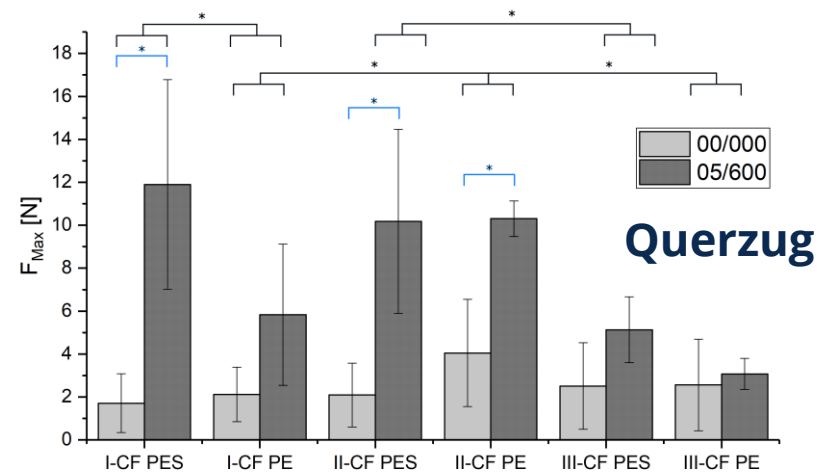
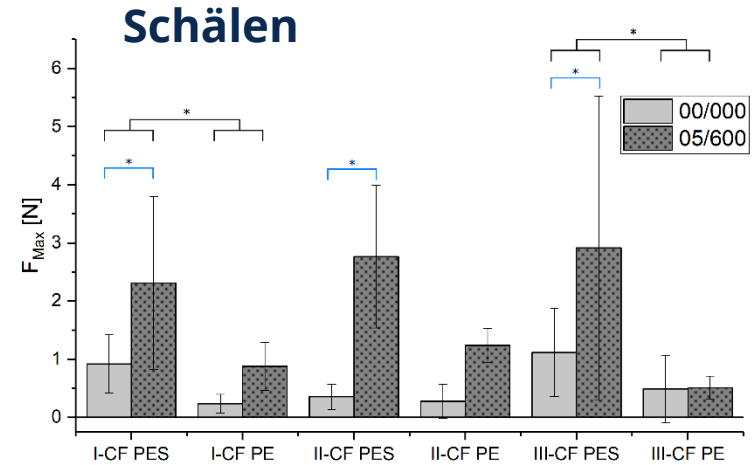
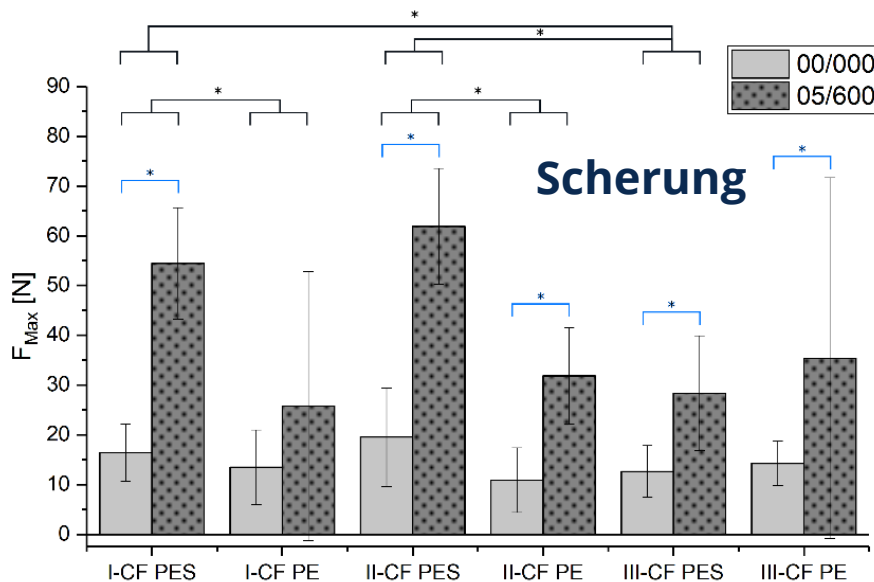


Probenpräparation | © Iris Kruppke

# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## Verklebprüfungen

Mit Polyester- (PES) und Polyethylenschmelzkelbstoff (PE) verklebte Carbonfasern (CF) – drei unterschiedliche Referenzfasern (00/000) und entsprechend oxifluorierte (05/300) Fasern

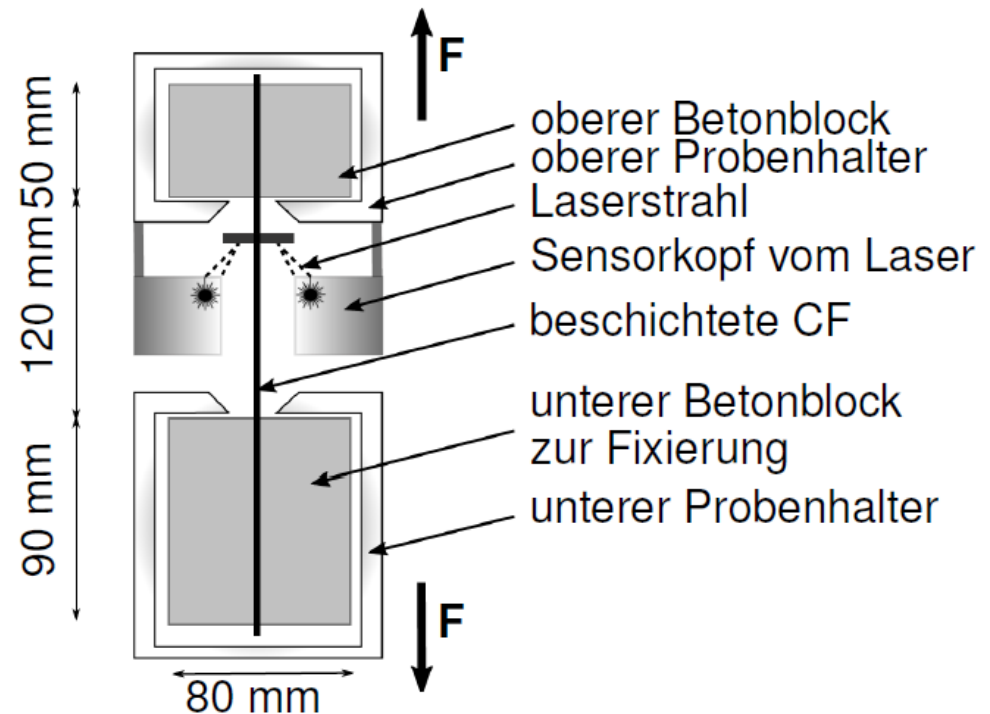


| © Iris Kruppke

# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## Einzelfadenauszug aus dem Beton

- Nach Marko Butler (IfB, TUD)
- Untersuchung von imprägnierten Einzelsträngen im Beton
- Verwendung von hochfestem, schnell aushärtendem Beton (~7d)
- Lagerung und Prüfung bei unterschiedlichen Bedingungen: Wasser, erhöhte Temperatur, Frost
- Untersuchung von Faser-Beschichtungs-Matrix-Beziehung

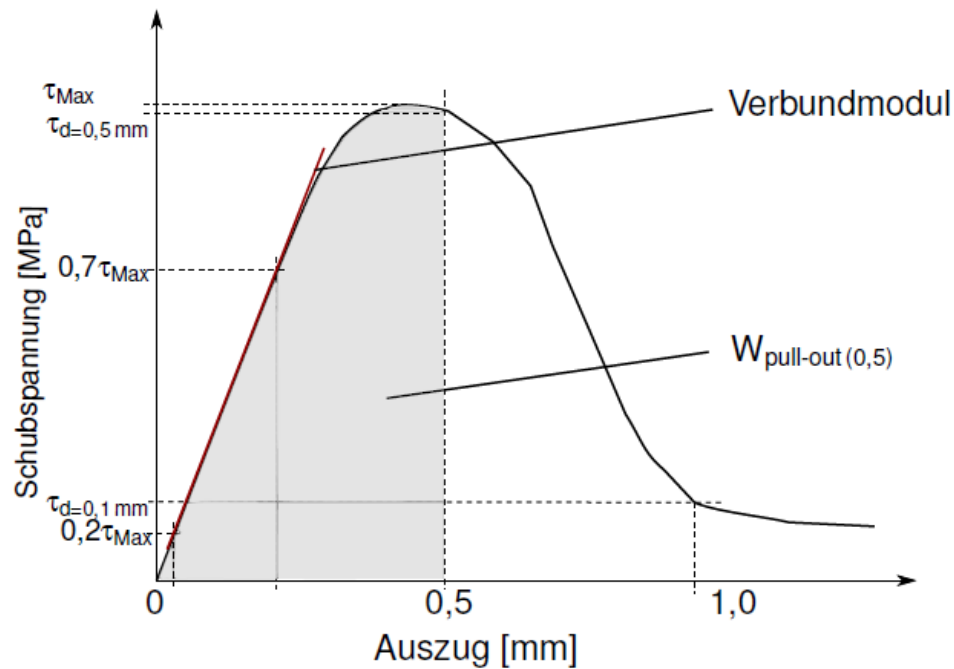


# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

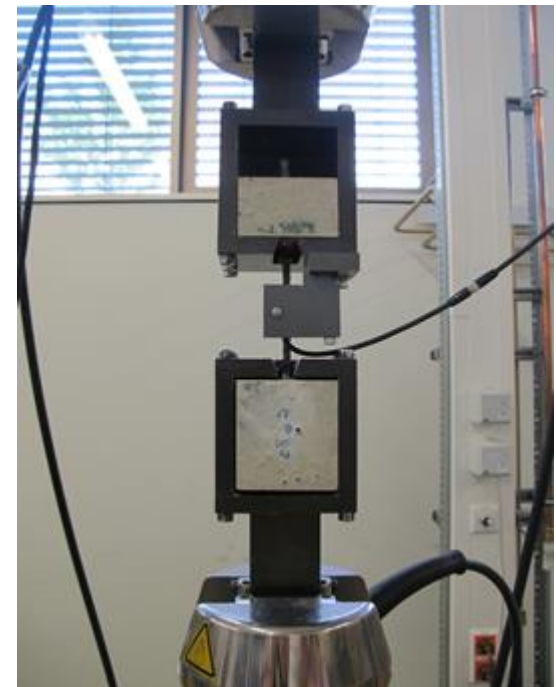
## Einzelfadenauszug aus dem Beton

Auszugskurve des Einzelfadenauszugs

$$\tau = \frac{F_A}{u \cdot l}$$



Auszugskurve nach Butler | © Iris Kruppke, ITM

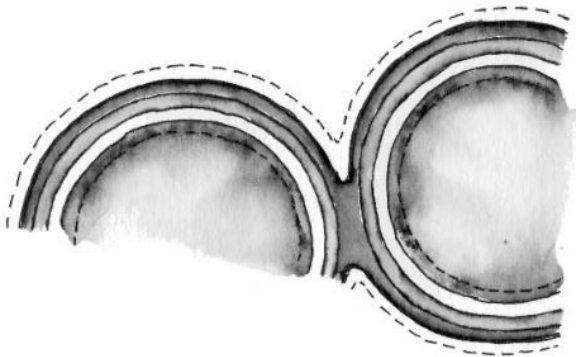


Prüfaufbau | © Kai Schneider, IfB

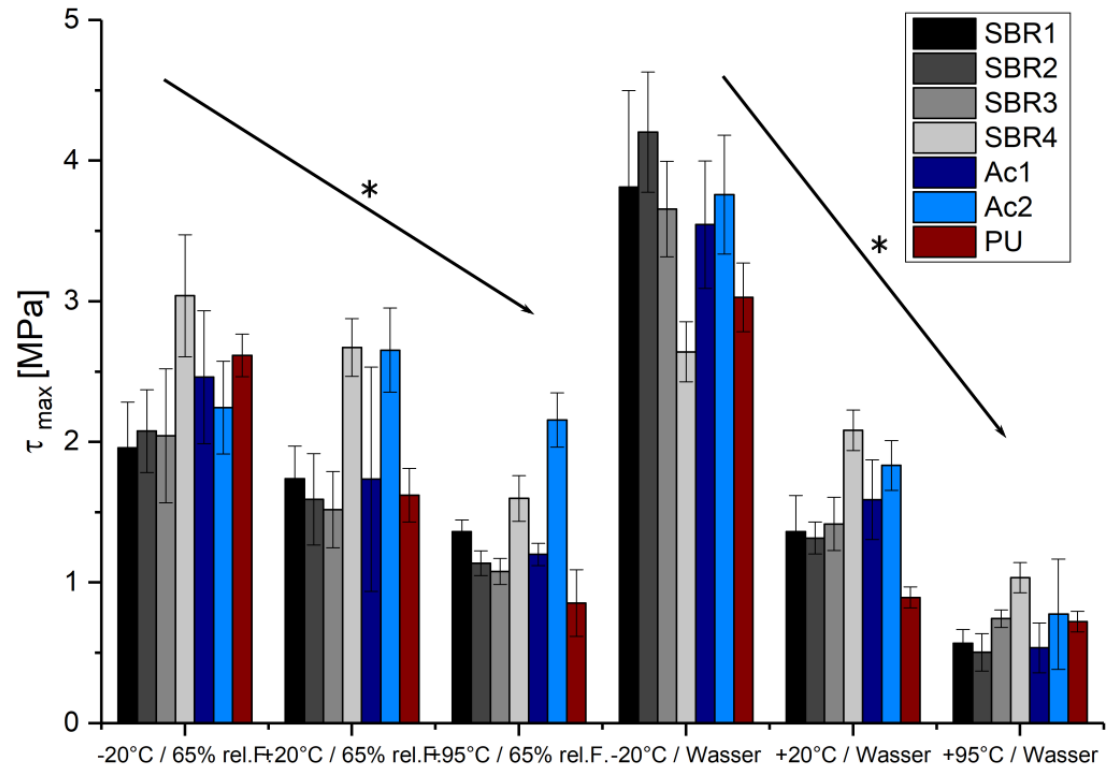
# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## Einzelfadenauszug aus dem Beton

- Beschichtete Carbonfasern im Beton
- Maximale Schubspannung zeigt Abhängigkeiten zwischen Prüftemperatur, Glasübergangstemperatur und Wasserlagerung

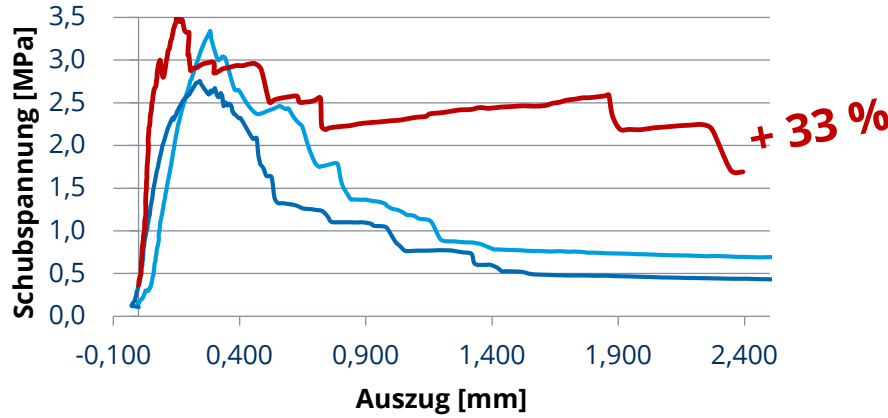


Schematische Darstellung von Grenzschichten und Grenzflächen von einer beschichteten und beschichteten CF | © Iris Kruppke, ITM

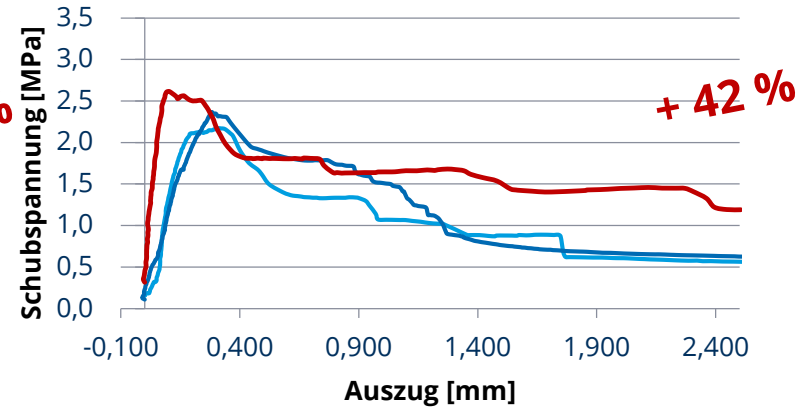


Maximale Verbundspannung von verschiedenen beschichteten CF, eingebettet in Beton | © Iris Kruppke, ITM

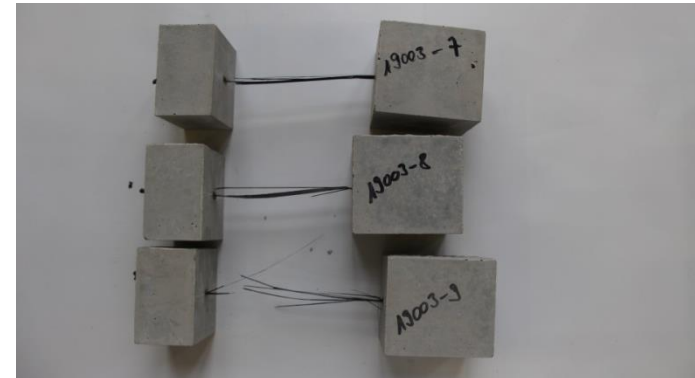
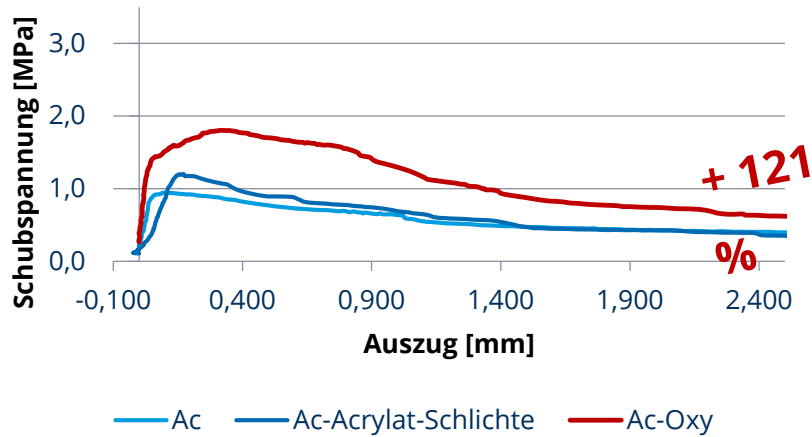
## RT



## RT, Wasser



## 95°C, Wasser



Verbundprüfkörper mit beschichteten Einzelrovings, in Wasser und bei 100°C gelagert | © Iris Kruppke, ITM

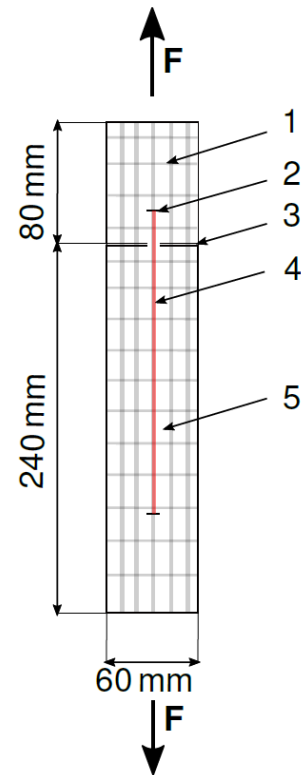
# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## Textilzugversuch aus dem Beton

- Untersuchung am Gelege – separierter Kettfaden
- Auszugsversuch nach Lorenz, IMB TUD
- Prüfung bei Raumtemperatur
- Angabe des Verbundflusses, nicht der Schubspannung (Verbundflusskurve)



Textilbeton (links),  
Schematischer  
Prüfaufbau (rechts) |  
© Iris Kruppke, ITM

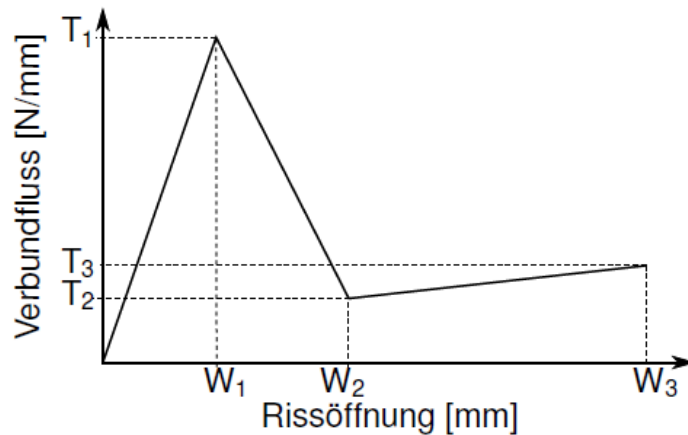


Prüfsetting | © Frank Neumann,  
IMB

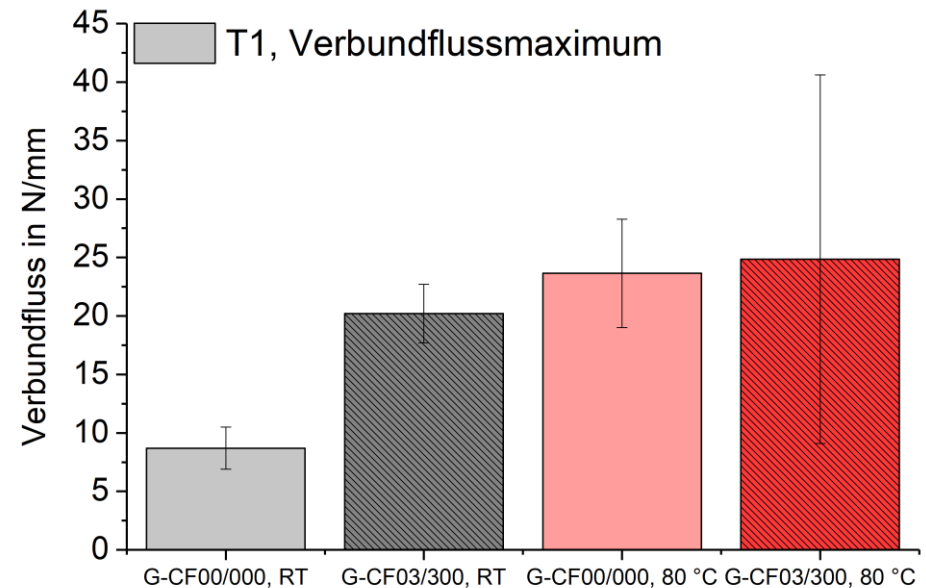
# Mechanische Untersuchungen in der Mesebene

## Textilanzugsversuch aus dem Beton

- Zunahme der Verbundspannung im Haft- (T1) und Reibbereich (T2/T3) durch Oxifluorierung
- Trend auch bei 80°C erkennbar



Verbundflussskurve | © Iris Kruppke, ITM



Ergebnisse Textilauszugsversuche beschichteter Garne mit und ohne vorangehender Oxifluorierung | © Iris Kruppke, ITM

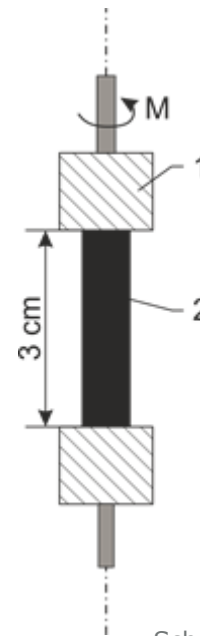
# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## Dynamisch-Mechanische Torsionsanalyse

- Untersuchung der Beschichtung im beschichteten Zustand auf Carbonfasern in Abhängigkeit der Temperatur
- Torsionsanalyse



Rheometer mit  
Festkörpereinspannung | ©  
Anton Paar



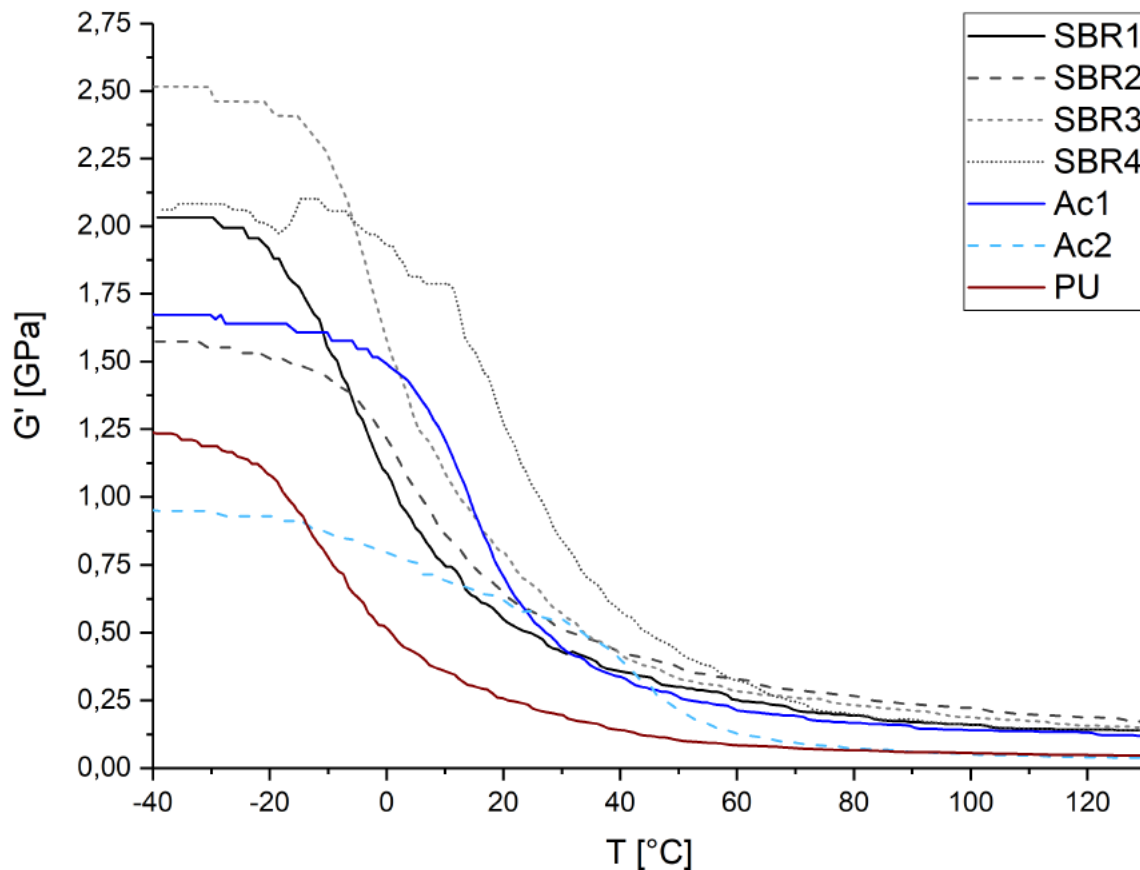
Schematischer Prüfaufbau |  
© Iris Kruppke ITM



DMA | © Sebastian Steffen, PYCO

# Mechanische Untersuchungen in der Mesoebene

## Dynamisch-Mechanische Torsionsanalyse



- Erweichung in Abhängigkeit der Glasübergangstemperatur erkennbar

Beschichtung	$T_g$
SBR1	-8
SBR2	-5
SBR3	-5
SBR4	33
Ac1	13
Ac2	39
PU	< 50 °C

DMTA-Ergebnisse von beschichteten CF | © Iris Kruppke ITM

# Mechanische Untersuchungen in der Makroebene

## Dauerstände und Biegeversuche im Textilbeton



Längsrisse parallel zur textilen Bewehrung bei zyklischer Querbelastung | © IMB RWTH, Tudalit Magazin 09/2016

# Mechanische Untersuchungen in der Makroebene

## Dauerstände und Biegeversuche im Textilbeton



Biegeversuch an einer ultrafeinen mit einer EP-getränktem Carbondtextil bewehrten Betonplatte| © Benjamin Kromoser TU Wien, Tudalit Magazin 09/2016

# Lernerfolgsfragen

- Welche Prüfungen würden sie für welche Betrachtungsebene Heranziehen? Vor- und Nachteile sowie Merkmale von ausgewählten Prüfungen
- Kraft-Verschiebungskurven, Verbundflusskurven, Auszugskurven

# Danke.