



Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg  
*Hamburg University of Applied Sciences*

**Diplomarbeit**

**Studiendepartment Fahrzeugtechnik und Flugzeugbau**

**Experimentelle Untersuchung des Einflusses von Nanopartikeln auf die Risszähigkeit von Polyamid 6.6 mittels SENB-Prüfkörpern**

**Albina Silov**

**05. August 2011**

Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg  
Fakultät Technik und Informatik  
Department Fahrzeugtechnik + Flugzeugbau  
Berliner Tor 9  
20099 Hamburg

in Zusammenarbeit mit:

Institut für Verbundwerkstoffe GmbH  
TU Kaiserslautern  
Erwin-Schrödinger-Straße, Geb. 58  
67663 Kaiserslautern

Verfasser: Albina Silov  
Abgabedatum: 05.08.2010

1. Prüfer: Prof. Dr.-Ing. Ulrich Huber
2. Prüfer: Dr.-Ing. Sebastian Schmeer

Industrieller Betreuer: Dipl.-Ing. David Scheliga

## Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen einer experimentellen Diplomarbeit am Institut für Verbundwerkstoffe.

An dieser Stelle möchte ich bei allen Personen bedanken, die mich bei der Erstellung dieser Arbeit unterstützt haben.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dipl.-Ing. D. Scheliga für das Bereitstellen der Aufgabestellung, die Betreuung der Arbeit und ihre Unterstützung bei der Durchführung und Fertigstellung.

Weiterhin danke ich allen Mitarbeitern des Instituts für Verbundwerkstoffe GmbH für ihre tatkräftige Unterstützung, ohne die diese Arbeit nicht zustande gekommen wäre.

Und natürlich möchte ich Herr Prof. Dr.-Ing. U. Huber für die Betreuung seitens der Hochschule danken.

Kaiserslautern, den 03.08.2011

## Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Diplomarbeit selbständig und ohne fremde Hilfe verfasst und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quellen kenntlich gemacht.

Sonstige Ähnlichkeiten mit anderen, nicht im Literaturverzeichnis angegebenen Werken und Quellen, sind unbeabsichtigt und rein zufällig.

Kaiserslautern, den 03.08.2011

---

(Albina Silov)

## Kurzfassung

Die Belastungsart bzw. -geschwindigkeit hat bei der Bruchzähigkeitsbestimmung von Polyamid 6.6 einen Einfluss. Im Vergleich zu quasistatischen Versuchen versprödet das Material bei höherer Belastungsgeschwindigkeit. Deshalb ist die Untersuchung des Einflusses von Nanopartikeln auf Polyamid 6.6 unter crashrelevanter Belastung interessant. Hierbei wurde in dieser Arbeit das Hauptaugenmerk auf einseitig gekerbte 3-Punkt Biegeproben gelegt, da diese für Bruchuntersuchungen mit höheren Geschwindigkeiten empfohlen werden. Die Ergebnisse zeigen, dass bei geringen Füllgraden mit Nanopartikeln die Bruchzähigkeit von getrockneten Polyamid 6.6 ansteigt und mit zunehmendem Füllgehalt wieder abfällt. Dies deckt sich mit bekannten Ergebnissen. Im Vergleich zu vorangegangenen Charpy-Schlagfestigkeitsuntersuchungen mit dem gleichen Material fällt die Zähigkeitssteigerung geringer aus. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass die verwendeten Proben im Gegensatz zu Charpy-Proben mit einem scharfen Anriss versehen werden. Untersucht wurde Polyamid 6.6 bei verschiedenen Füllgraden mit  $\text{TiO}_2$  (15 nm Primärpartikelgröße) und  $\text{SiO}_2$  (20 nm Primärpartikelgröße). Die SENB-Proben wurden mit Seitenkerben versehen und mit einer Rasierklinge durch Tapping scharf angekerbt. Geprüft wurden die Proben auf einer am Institut für Verbundwerkstoffe entwickelten 3-Punkt-Biegeprüfvorrichtung für schlagartige Belastungen, welche im Zuge dieser Arbeit auf das untersuchte Material ausgerichtet wurde.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Abkürzungsverzeichnis .....</b>	<b>I</b>
<b>Symbolverzeichnis .....</b>	<b>II</b>
<b>Abbildungsverzeichnis .....</b>	<b>IV</b>
<b>Tabellenverzeichnis .....</b>	<b>VII</b>
<b>1 Motivation und Aufgabenstellung .....</b>	<b>8</b>
<b>2 Theoretische Grundlagen .....</b>	<b>9</b>
2.1 Kunststoffe .....	9
2.1.1 Allgemeines .....	9
2.1.2 Polyamide .....	13
2.2 Nanofüllstoffe .....	15
2.3 Bruchmechanische Grundlagen .....	18
2.3.1 Allgemeines .....	18
2.3.2 Rissöffnungsarten .....	19
2.3.3 Bruchmechanische Konzepte .....	20
2.3.3.1 Linear-Elastische Bruchmechanik (LEMB-Konzept) .....	20
2.3.3.2 Crack Tip Opening Displacement- (CTOD-) Konzept .....	23
2.3.3.3 J-Integral-Konzept .....	26
<b>3 Versuchsplanung .....</b>	<b>29</b>
3.1 Ausgangswerkstoffe .....	29
3.2 Probenreihen .....	30
<b>4 Versuchsvorbereitung .....</b>	<b>31</b>
4.1 Probenherstellung .....	31
4.2 Anrisserzeugung .....	32
4.3 Einbringung der Seitenkerben .....	32
4.4 Probenvorbereitung .....	33
4.4.1 Trocknung der Proben .....	33
4.4.2 Vermessung der Proben .....	33
4.5 Versuchsaufbau .....	33
4.6 Versuchsdurchführung .....	36

4.7	Messwertermittlung.....	37
<b>5</b>	<b>Prüfvorrichtungseinstellung.....</b>	<b>40</b>
<b>6</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion .....</b>	<b>43</b>
6.1	Bruchenergie und deren Risslänge.....	43
6.2	Abschätzung der Anrisserzeugung.....	45
6.3	Einfluss der Seitenkerben.....	47
6.4	Extrusionseinfluss auf die Risszähigkeit.....	50
6.5	Einfluss von Nanopartikeln auf die Risszähigkeit .....	53
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung.....</b>	<b>57</b>
	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>60</b>
<b>Anhang A:</b>	<b>Prüfvorrichtungseinstellung.....</b>	<b>64</b>
<b>Anhang B:</b>	<b>Bruchflächenaufnahmen.....</b>	<b>67</b>
<b>Anhang C:</b>	<b>Versuchsdaten.....</b>	<b>68</b>

## Abkürzungsverzeichnis

ASTM	American Society for Testing and Materials
CT	Compact Tensile
CTOD	Crack Tip Opening Displacement
DIN	Deutsches Institut für Normung e.V.
EN	Europäische Normen
ESZ	Ebene Spannungszustand
FBM	Fließbruchmechanik
ISO	International Organization for Standardization
LEBM	Linear Elastische Bruchmechanik
PA	Polyamid
SENB	Single Edge Notch Bending
SiO <sub>2</sub>	Siliciumdioxid
TiO <sub>2</sub>	Titandioxid

## Symbolverzeichnis

$a$	Risslänge [mm]
$a_0$	Ausgangsrissslänge [mm]
$A_0$	Bruchfläche [mm <sup>2</sup> ]
$B$	Probendicke [mm]
$B_n$	Nettodicke [mm]
$E$	Elastizitätsmodul [MPa]
$F$	Kraft [N]
$J$	J-Integral [J/mm <sup>2</sup> ]
$J_c$	kritischer J-Integral-Wert [J/mm <sup>2</sup> ]
$K$	Spannungsintensitätsfaktor [MPa·m <sup>1/3</sup> ]
$K_I$	Spannungsintensitätsfaktor (Modus I) [MPa·m <sup>1/3</sup> ]
$K_{Ic}$	kritischer Spannungsintensitätsfaktor (Modus I) [MPa·m <sup>1/3</sup> ]
$K_{II}$	Spannungsintensitätsfaktor (Modus II) [MPa·m <sup>1/3</sup> ]
$K_{III}$	Spannungsintensitätsfaktor (Modus III) [MPa·m <sup>1/3</sup> ]
$L$	Stützweite [mm]
$n$	Rotationsfaktor bzw. Normalvektor
$R_e$	Streckspannung [MPa]
$T_f$	Fließtemperatur [°C]
$T_g$	Glasübergangstemperatur [°C]
$T_z$	Zersetzungstemperatur [°C]
$U$	mechanische Arbeit [J]
$v$	Kerbaufweitung [mm] bzw. Querkontraktionszahl
$v_p$	plastische Kerbaufweitung [mm]
$W$	Probenbreite [mm] bzw. Verformungsenergiedichte [J/m <sup>3</sup> ]
$z$	Messschneidendicke [mm]
$f_{ij}$	dimensionslose Funktion (nur von $\Theta$ abhängig)
$\sigma_N$	Nennspannung [MPa]
$\sigma_{ij}$	Normal- bzw. Schubspannung [MPa]
$r$	Polarkoordinate
$\Theta$	Polarkoordinate
$\delta_t$	Risspitzenöffnungsverschiebung oder Rissöffnung [mm]

---

$\delta_{tc}$	kritische Rissspitzenöffnung [mm]
$\sigma_F$	Fließspannung [MPa]
$\Delta a^c$	Risslänge bis Sprödbruch[mm]
$\Gamma$	geschlossener Integrationsweg
$\eta$	Korrekturfaktor

# Abbildungsverzeichnis

<b>Abbildung 1:</b> Schematische Darstellung der Molekülstruktur von amorphen (links) und teilkristallinen (rechts) Thermoplasten nach [12] .....	11
<b>Abbildung 2:</b> Schematische Darstellung der Temperaturabhängigkeit mechanischer Eigenschaften amorpher (links) und teilkristalliner (rechts) Thermoplaste [14] .....	12
<b>Abbildung 3:</b> Strukturformel von Polyamid 6.6 (PA6.6) [19] .....	13
<b>Abbildung 4:</b> Basisstrukturen der Nanotechnologie nach [21], [25] .....	15
<b>Abbildung 5:</b> Vergleich Nanopartikel mit Mikropartikeln [27], [28], [21] .....	16
<b>Abbildung 6:</b> Mögliche Eigenschaften, die durch Nanoverbundwerkstoffe verbessert werden [21] .....	17
<b>Abbildung 7:</b> Normierte Kerbschlagzähigkeit nach Charpy in Bezug auf das unverstärkte Ausgangsmaterial (3,03 kJ/mm <sup>2</sup> ) von Polyamid 6.6/TiO <sub>2</sub> -Nanocompositen in Abhängigkeit von der Partikelgröße und des Partikelgehaltes [1] .....	18
<b>Abbildung 8:</b> Möglichkeiten der bruchmechanischen Kennwertermittlung [33] .....	19
<b>Abbildung 9:</b> Rissöffnungsarten [36] .....	20
<b>Abbildung 10:</b> Koordinatensystem zur Beschreibung des Spannungszustandes an der Risspitze [38] .....	22
<b>Abbildung 11:</b> Links: Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors $K_I$ von der Probendicke (schematisch) [39]; rechts: Größe und Form der plastischen Zone an der Risspitze [36] .....	23
<b>Abbildung 12:</b> Rissmodell nach Dugdale [42] .....	24
<b>Abbildung 13:</b> Geometrie der Rissöffnung einer CT-Probe (links) [41]; Risspitzenöffnung (rechts) [42] .....	25
<b>Abbildung 14:</b> Definition des J-Integrals [43] .....	27
<b>Abbildung 15:</b> Prüfkörpergeometrie .....	31
<b>Abbildung 16:</b> Geometrie der Seitenkerben [50] .....	32
<b>Abbildung 17:</b> Schematische Darstellung der Versuchsanordnung .....	35
<b>Abbildung 18:</b> Ermittlung der Ausgangsrisslänge aus der Probenbruchfläche am Beispiel einer Probe aus dem Polyamid 6.6 .....	38
<b>Abbildung 19:</b> Definition der Kalibrierstrecke (a); Trackingpunkt in die Ausgangsposition (b) .....	38

<b>Abbildung 20:</b> Kraft-Weg-Diagramm am Beispiel einer SENB-Probe aus Polyamid 6.6 im Lieferzustand.....	39
<b>Abbildung 21:</b> Schematische Darstellung von Aufbau des konischen Dämpfers.....	40
<b>Abbildung 22:</b> Kraft-Zeit- und Weg-Zeit-Kurven in Abhängigkeit von den verwendeten Kontaktmaterialien am Aufschlagsort der Fallmasse .....	41
<b>Abbildung 23:</b> Schematische Darstellung der Versuchsanordnung.....	42
<b>Abbildung 24:</b> Lichtmikroskopische Aufnahme der Bruchfläche (links) sowie REM-Aufnahme der Rissfläche (rechts) einer Probe aus dem Polyamid 6.6.....	44
<b>Abbildung 25:</b> J-Integral-Werte von Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von $\Delta a'$ .....	44
<b>Abbildung 26:</b> Risszähigkeit $K_{Ic}$ von PA6.6 in Abhängigkeit von der Methode der Probenvorbereitung.....	46
<b>Abbildung 27:</b> J-Integral-Werte von PA6.6 in Abhängigkeit von der Methode der Probenvorbereitung.....	46
<b>Abbildung 28:</b> Risszähigkeit $K_{Ic}$ von PA6.6 an SENB-Prüfkörpern mit und ohne Seitenkerben.....	48
<b>Abbildung 29:</b> J-Integral-Werte von PA6.6 an SENB-Prüfkörpern mit und ohne Seitenkerben .....	48
<b>Abbildung 30:</b> J-Integral-Werte an Proben mit und ohne Seitenkerben aus Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von $\Delta a'$ .....	49
<b>Abbildung 31:</b> Risszähigkeit $K_{Ic}$ von Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von der Anzahl der Extrusionsschritte.....	51
<b>Abbildung 32:</b> J-Integral-Werte von Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von der Anzahl der Extrusionsschritte.....	51
<b>Abbildung 33:</b> J-Integral-Werte von Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von $\Delta a'$ und der Anzahl der Extrusionsschritte.....	52
<b>Abbildung 34:</b> Risszähigkeit $K_{Ic}$ von PA6.6/SiO <sub>2</sub> und PA6.6/TiO <sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit des Partikelgehaltes.....	54
<b>Abbildung 35:</b> J-Integral-Werte von PA6.6/SiO <sub>2</sub> und PA6.6/TiO <sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit des Partikelgehaltes.....	54
<b>Abbildung 36:</b> J-Integral-Werte von PA6.6/SiO <sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit von $\Delta a'$ und des Partikelgehaltes .....	56
<b>Abbildung 37:</b> J-Integral-Werte von PA6.6/TiO <sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit von und $\Delta a'$ des Partikelgehaltes .....	56

<b>Abbildung 38:</b> Normierte Kerbschlagzähigkeit nach Charpy in Bezug auf das unverstärkte Ausgangsmaterial (3,03 kJ/mm <sup>2</sup> ) von Polyamid 6.6/TiO <sub>2</sub> -Nanocompositen in Abhängigkeit von der Partikelgröße und des Partikelgehaltes [1].....	57
<b>Abbildung 39:</b> Kraft-Weg-Diagramm am Beispiel einer SENB-Probe aus Polyamid 6.6 im Lieferzustand.....	58
<b>Abbildung 40:</b> Risszähigkeit K <sub>Ic</sub> von PA6.6/SiO <sub>2</sub> und PA6.6/TiO <sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit des Partikelgehaltes.....	59
<b>Abbildung A-41:</b> Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Schaumstoffscheibe (Dicke 7mm) als Dämpfer .....	64
<b>Abbildung A-42:</b> Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Schaumstoffscheibe (Dicke 14mm) als Dämpfer .....	64
<b>Abbildung A-43:</b> Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Kombination aus einer Schaumstoffscheibe (Dicke 7mm) und einem Elastomer (Tacky Tape <sup>®</sup> ) als Dämpfer .....	65
<b>Abbildung A-44:</b> Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Kombination aus einer Schaumstoffscheibe (Dicke 14mm) und einem Elastomer (Tacky Tape <sup>®</sup> ) als Dämpfer .....	65
<b>Abbildung A-45:</b> Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Kombination aus einer Silikonscheibe (Dicke 2,15mm) und einem Elastomer (Tacky Tape <sup>®</sup> ) als Dämpfer .....	66
<b>Abbildung A-46:</b> Kraft-Zeit- und Weg-Zeit-Kurven ohne Verwendung eines Dämpfers.....	66
<b>Abbildung B-47:</b> Lichtmikroskopische Aufnahmen der Bruchflächen von den Proben aus PA6.6/SiO <sub>2</sub> - und PA6.6/TiO <sub>2</sub> -Nanoverbundwerkstoffen, die jeweils 0,5 Vol.-% Partikelgehalt enthalten.....	67
<b>Abbildung B-48:</b> REM-Aufnahmen des Bruchflächenbereichs vor dem Spröbruch von den Proben aus PA6.6/SiO <sub>2</sub> - und PA6.6/TiO <sub>2</sub> -Nanoverbundwerkstoffen, die jeweils 0,5 Vol.-% Partikelgehalt enthalten.....	67

## Tabellenverzeichnis

<b>Tabelle 1:</b> Einteilung der Kunststoffe nach [5] (Quelle der Bilder: [6]) .....	9
<b>Tabelle 2:</b> Eigenschaften des verwendeten Matrixwerkstoffs Polyamid 6.6 [45], [46] .....	29
<b>Tabelle 3:</b> Übersicht über die verwendeten Nanopartikel [47], [1], [48] .....	29
<b>Tabelle 4:</b> Übersicht über die verwendeten Materialsysteme.....	30
<b>Tabelle 5:</b> Übersicht der Versuchsparameter.....	36
<b>Tabelle C-6:</b> Versuchsdaten zu PA6.6.....	68
<b>Tabelle C-7:</b> Versuchsdaten zu PA6.6 einfach extrudiert .....	69
<b>Tabelle C-8:</b> Versuchsdaten zu PA6.6 zweifach extrudiert.....	70
<b>Tabelle C-9:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/SiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 0,5 Vol.-% .....	71
<b>Tabelle C-10:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/SiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 1 Vol.-% .....	72
<b>Tabelle C-11:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/SiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 15 Vol.-% .....	73
<b>Tabelle C-12:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/SiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 2 Vol.-% .....	74
<b>Tabelle C-13:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/SiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 4 Vol.-% .....	75
<b>Tabelle C-14:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/TiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 0,5 Vol.-% .....	76
<b>Tabelle C-15:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/TiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 1 Vol.-% .....	77
<b>Tabelle C-16:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/TiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 2 Vol.-% .....	78
<b>Tabelle C-17:</b> Versuchsdaten zu PA6.6/TiO <sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 4 Vol.-% .....	79

# 1 Motivation und Aufgabenstellung

Als Schlüsseltechnologie des 21. Jahrhunderts wird die Entwicklung nanopartikelbasierter Werkstoffsysteme angesehen. Forschungen des Instituts für Verbundwerkstoffe zeigen, dass die Zumischung von wenigen Volumenprozenten Nanopartikeln Verformungs- und Bruchigenschaften verbessern. Neben einer gesteigerten Elastizität ist ebenso eine Steigerung der Schlagzähigkeit zu verzeichnen. Dies soll im Falle von Faserverbundwerkstoffen ausgenutzt werden. Innerhalb eines Verbundwerkstoffes übernimmt die Matrix nicht nur den Zusammenhalt der Fasern, sondern übernimmt einen beträchtlichen Anteil an der Energieadsorption bei Crashbeanspruchung, beispielsweise bei der Delamination der Laminatschichten und bei der Rissausbreitung quer zur Faserrichtung. Von einer Steigerung des Risswiderstandes bei crashrelevanter Beanspruchung wird erwartet, dass das nanopartikelverstärkte Laminat gegenüber dem unverstärkten somit im Versagensfall mehr Energie adsorbieren kann. Untersuchungen mit dem Charpy-Kerbschlagversuch zeigten bei geringen Füllgraden eine Steigerung der Kerbschlagarbeit [1]. Es bleibt die Fragestellung, wie sich bei crashrelevanter Beanspruchung die Risszähigkeit verhält, wenn im Probekörper bereits ein scharfer Anriss vorhanden ist, was im Falle von Charpy-Prüfungen nicht gegeben ist. Ein scharfer Anriss führt zu einer sehr starken Spannungsüberhöhung an der Rissspitze, sodass die benötigten Bruchkräfte im Vergleich zu Charpy-Versuchen deutlich abnehmen. In wie weit sich dies bei unterschiedlichen Füllgehalten mit Nanopartikeln auswirkt ist Inhalt dieser Arbeit.

Ziel dieser Untersuchung ist es den Einfluss der Nanopartikel auf die Risszähigkeit von Polyamid bei stoßartiger bzw. crashrelevanter Belastung zu untersuchen. Hierbei sollen gekerbte Dreipunktbiegeproben in einer am Institut für Verbundwerkstoffe zuvor entwickelten Fallapparatur geprüft werden. Vor der eigentlichen Untersuchung muss die Prüfung in Bezug auf die zu untersuchenden Werkstoffe optimiert werden, da das Verhalten des Werkstoffes unter kurzzeitdynamischer Belastung unbekannt ist. Ebenso ist die Apparatur für die Prüfungen dieser Arbeit entwickelt worden und es kann auf keine bereits gesammelte Erfahrung mit dieser Apparatur zurückgegriffen werden.

## 2 Theoretische Grundlagen

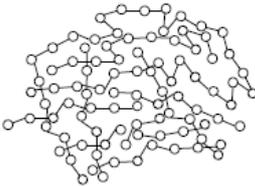
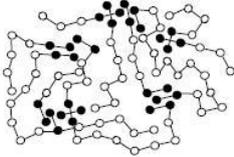
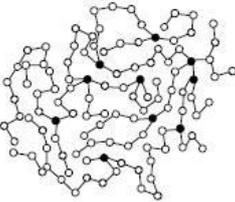
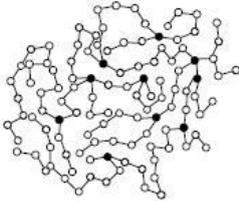
### 2.1 Kunststoffe

#### 2.1.1 Allgemeines

Bei Kunststoffen handelt es sich um Werkstoffe, die aus Makromolekülen mit organischen Gruppen aufgebaut sind und entweder durch Umwandlung von Naturstoffen oder heute überwiegend durch Synthese von Primärstoffen aus Erdöl, Erdgas und seltener aus Kohle erzeugt werden [2], [3]. Diese Makromoleküle stellen eine Zusammensetzung aus den einzelnen, miteinander chemisch verknüpften Molekülbausteinen, den sogenannten Monomeren (griech.: „monos“ – alleine, einzig; „meros“ – Teil), dar. Die Anzahl der Monomere in einem separaten Makromolekül kann dabei hundert bis mehrere tausend betragen [4].

Kunststoffe lassen sich hinsichtlich ihres strukturellen Aufbaus und ihrer bei verschiedenen Temperaturen sehr unterschiedlichen mechanischen Verhalten in folgende Gruppen einteilen:

**Tabelle 1:** Einteilung der Kunststoffe nach [5] (Quelle der Bilder: [6])

Thermoplaste	Thermoplastische Elastomere	Elastomere	Duroplaste
unvernetzt	schwach vernetzt		stark vernetzt
	Block-Copolymere 		
	Blends 		
linear bis verzweigt	physikalisch vernetzt	chemisch vernetzt	chemisch vernetzt
schmelzbar löslich	schmelzbar löslich	nicht schmelzbar nicht löslich quellbar	nicht schmelzbar nicht löslich nicht quellbar
bei Raumtemperatur spröde oder zähelastisch	bei Raumtemperatur in elast. weichen Zustand		bei Raumtemperatur i.a. hart
plastisch formbar i.a. hoher E-Modul	gummielastisch kleiner E-Modul		nicht plastisch formbar hoher E-Modul

### Elastomere

Bei den Elastomeren sind die Makromoleküle untereinander schwach räumlich vernetzt, so dass sie daher weder schmelzbar noch löslich sind. Die Elastomere neigen jedoch unter der Einwirkung von Lösemitteln zum Quellen. Sie sind nicht schmelzbar und damit auch nicht schweißbar. Bei Gebrauchstemperaturen, die im Bereich zwischen Glasübergangstemperatur  $T_g$  ( $0^\circ\text{C}$ ) und Zersetzungstemperatur  $T_z$  liegen, weisen die Elastomere ein entropieelastisches (gummielastisches) Verhalten auf [7].

### Duroplaste

Eine weitere Gruppe bilden die Kunststoffe, die aus engmaschig, räumlich vernetzten Molekülstrukturen bestehen und als Duroplaste, oft auch als Duromere bezeichnet werden. Die Vernetzung der Duroplaste findet während der Formgebung statt, so dass diese Werkstoffe danach nicht mehr schmelzbar und somit nicht schweißbar und nur noch spanend bearbeitbar sind. Im ausgehärteten Zustand zeigen sie keine oder nur geringe Quellung und sind in Lösungsmitteln nicht löslich. Bei Raumtemperatur verhalten sie sich hart und spröde. Aufgrund der starken Vernetzung sind ihre physikalischen Eigenschaften nur gering von der Temperatur abhängig. Die Einsatztemperaturbereiche von Duroplaste sind wegen der Vernetzung höher als bei thermoplastischen Werkstoffen. Außerdem sind die Duroplaste chemisch sehr widerstandsfähig [8], [9].

### Thermoplaste

Die mengenmäßig größte Kunststoffgruppe stellen die sogenannten Thermoplaste dar, die sich dadurch auszeichnen, dass sie aus physikalisch untereinander gebundenen linearen oder verzweigten Makromolekülen bestehen [10]. Im Gegensatz zu Elastomeren und Duroplasten sind sie räumlich nicht vernetzt. Im Inneren der Makromoleküle treten Hauptvalenzbindungen (homöopolare oder polare Atombindungen) vor. Der Zusammenhalt der Makromoleküle untereinander wird nur durch mechanische Verschlaufungen und chemische Nebervalenzbindungen, wie z. B. Van der Waalssche Kräfte, polare Kräfte, Wasserstoffbrückenbindungen, gewährleistet. Diese Nebervalenzbindungen sind stark von der Temperatur abhängig. Mit steigender Temperatur vergrößert sich aufgrund der zunehmenden Mikrobrownschen Molekularbewegung<sup>1</sup> der Kettenabstand, wodurch die Wirkung der Nebervalenzbindungen abnimmt

---

<sup>1</sup> Bei den Mikrobrownschen Bewegungen handelt es sich um die Gestaltsänderungen (Konformationsänderungen) der Makromoleküle, die durch die thermischen Bewegungen von Kettensegmenten und Seitenketten im Bereich zwischen der Glasübergangstemperatur  $T_g$  (Einfrieretemperatur) und der Fließtemperatur  $T_f$  hervorgerufen werden [52], [53].

und die Ketten beginnen, von einander abzugleiten. Der Werkstoff übergeht damit schließlich in den Zustand einer hochviskosen Flüssigkeit, die Schmelze. Beim Abkühlen wird die Schmelze wieder fest. Dieser Vorgang kann beliebig oft wiederholt werden, soweit die Moleküle chemisch nicht geändert werden. Thermoplaste sind somit gut schweißbar, quellbar und löslich. Durch Aufschmelzen lassen sie sich leicht und kostengünstig recyceln [7], [11].

Thermoplastische Werkstoffe lassen sich entsprechend der Orientierung der Makromoleküle einteilen in:

- amorphe Thermoplaste,
- teilkristalline Thermoplaste.

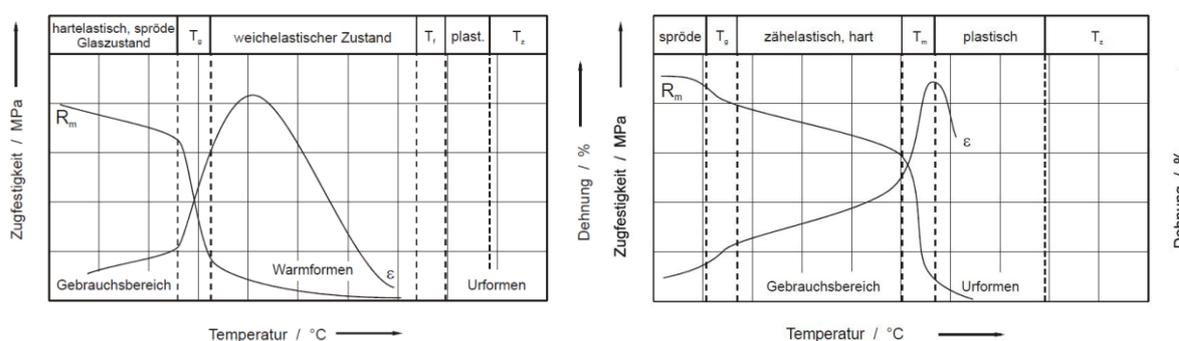


**Abbildung 1:** Schematische Darstellung der Molekülstruktur von amorphen (links) und teilkristallinen (rechts) Thermoplasten nach [12]

Amorphe Thermoplaste weisen völlig ungeordnete und regellose Molekülstrukturen auf, die anschaulich mit einem Knäuel oder einem Wattebausch verglichen werden können (siehe Abbildung 1, links). Sie sind in der Regel transparent oder glasklar, sofern sie nicht eingefärbt sind oder keine Füllstoffe enthalten. Im Unterschied zu den amorphen Thermoplasten besitzen teilkristalline Thermoplaste neben den regellos, knäuelartig angeordneten (amorphen) Bereichen auch Bereiche, in denen sich die Molekülketten so dicht nebeneinander legen, dass sie sich zu extrem regelmäßigen kristallinen Strukturen zusammenlagern (siehe Abbildung 1, rechts) [9], [13]. Aufgrund der Lichtbrechung an den Grenzen der Kristallite erscheinen diese Werkstoffe im nicht eingefärbten Zustand immer etwas trübe oder milchig [4].

Amorphe und teilkristalline Thermoplaste zeigen wesentliche Unterschiede hinsichtlich ihres thermisch-mechanischen Verhaltens. Bei niedrigen Temperaturen befinden sich amorphe sowie teilkristalline Thermoplaste im sogenannten Glaszustand. Die Makromoleküle sind dabei in ihrer gegenseitigen Anordnung stark fixiert. Die Werkstoffe verhalten sich damit hart und

spröde. Im Bereich der Glasübergangstemperatur, auch Einfrier- oder Erweichungstemperatur genannt, kommt es bei amorphen Thermoplasten aufgrund der erhöhten Molekülbeweglichkeit zu einem deutlichen Abfall der Zugfestigkeit und einem Anstieg der Bruchdehnung. Bei Temperaturen oberhalb des Glasübergangsbereiches weisen amorphe Thermoplaste dann ein gummielastisches bzw. entropieelastisches Verhalten auf. Hier erreicht die Bruchdehnung ein Maximum und nimmt durch den wachsenden Anteil am plastischen Fließen ab. Nach Überschreiten der Fließtemperatur  $T_f$  gehen die amorphe Thermoplaste in eine zähflüssige Schmelze über. Bei weiterer Temperaturerhöhung findet die thermische Zersetzung der Moleküle statt [4].



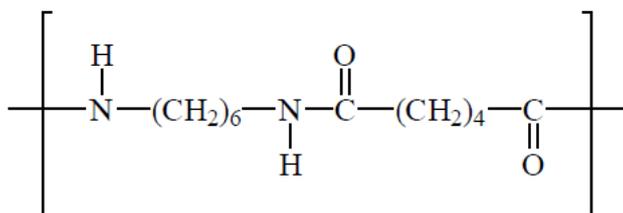
**Abbildung 2:** Schematische Darstellung der Temperaturabhängigkeit mechanischer Eigenschaften amorpher (links) und teilkristalliner (rechts) Thermoplaste [14]

Bei teilkristallinen Thermoplasten hingegen ist der Abfall der Zugfestigkeit im Bereich der Glasübergangstemperatur aufgrund des starken Zusammenhalts der kristallinen Bereiche nicht so deutlich ausgeprägt wie bei den amorphen Thermoplasten. Erst im Schmelzbereich der Kristallite nimmt die Zugfestigkeit schon bei geringer Temperaturerhöhung um stark ab. Bei Erreichen der Zersetzungstemperatur  $T_z$  wird auch dieser Kunststoff zersetzt [4].

Kennzeichnend hierfür ist, dass teilkristalline Thermoplaste in der Regel deutlich niedrigere Glasübergangstemperaturen (unterhalb  $0^{\circ}\text{C}$ ) als amorphe Thermoplaste besitzen. Damit sind diese Kunststoffe in ihrem praktischen Einsatz zäh und reagieren auf eine Spannung mit einer Kombination von viskoelastischer und plastischer Verformung. Die Glasübergangstemperatur  $T_g$  der amorphen Thermoplaste liegt hingegen deutlich über der Raumtemperatur. Im Gebrauchszustand sind sie somit hart und spröde [11].

### 2.1.2 Polyamide

Polyamide gehören zu der wichtigsten Gruppe der technisch vielseitig verwendbaren thermoplastischen Kunststoffe, die durch die thermische Polykondensation hergestellt werden [15]. Je nach Art der eingesetzten Ausgangsstoffe lassen sich Polyamide grundsätzlich in zwei verschiedene Typen einteilen, den sogenannten „Perlon“-Typ (Polyamid 6) und den „Nylon“-Typ (Polyamid 6.6). Ersterer wird aus einem Ausgangsstoff (Grundbaustein) durch Polykondensation von  $\omega$ -Aminocarbonsäuren oder Kettenpolymerisation ihrer Lactame, letzterer aus zwei Ausgangsstoffen (Grundbausteine), nämlich Diaminen und Dicarbonsäuren, gebildet [16], [17], [18]. Laut der Bezeichnungsvorschrift nach ISO 1874-1 werden alle Polyamidtypen generell mit der Abkürzung PA gekennzeichnet, auf die eine Zahlenangabe über die Anzahl der Kohlenstoffatome des oder der jeweiligen Monomeren folgt. Bei zwei Zahlen, wie beispielsweise bei „Nylon“-Typen, wird an erster Stelle die C-Atomanzahl des Diamins angegeben, dann die Anzahl der Kohlenstoffatome aus der Dicarbonsäure [15]. Abbildung 3 zeigt die Strukturformel von Polyamid 6.6.



**Abbildung 3:** Strukturformel von Polyamid 6.6 (PA6.6) [19]

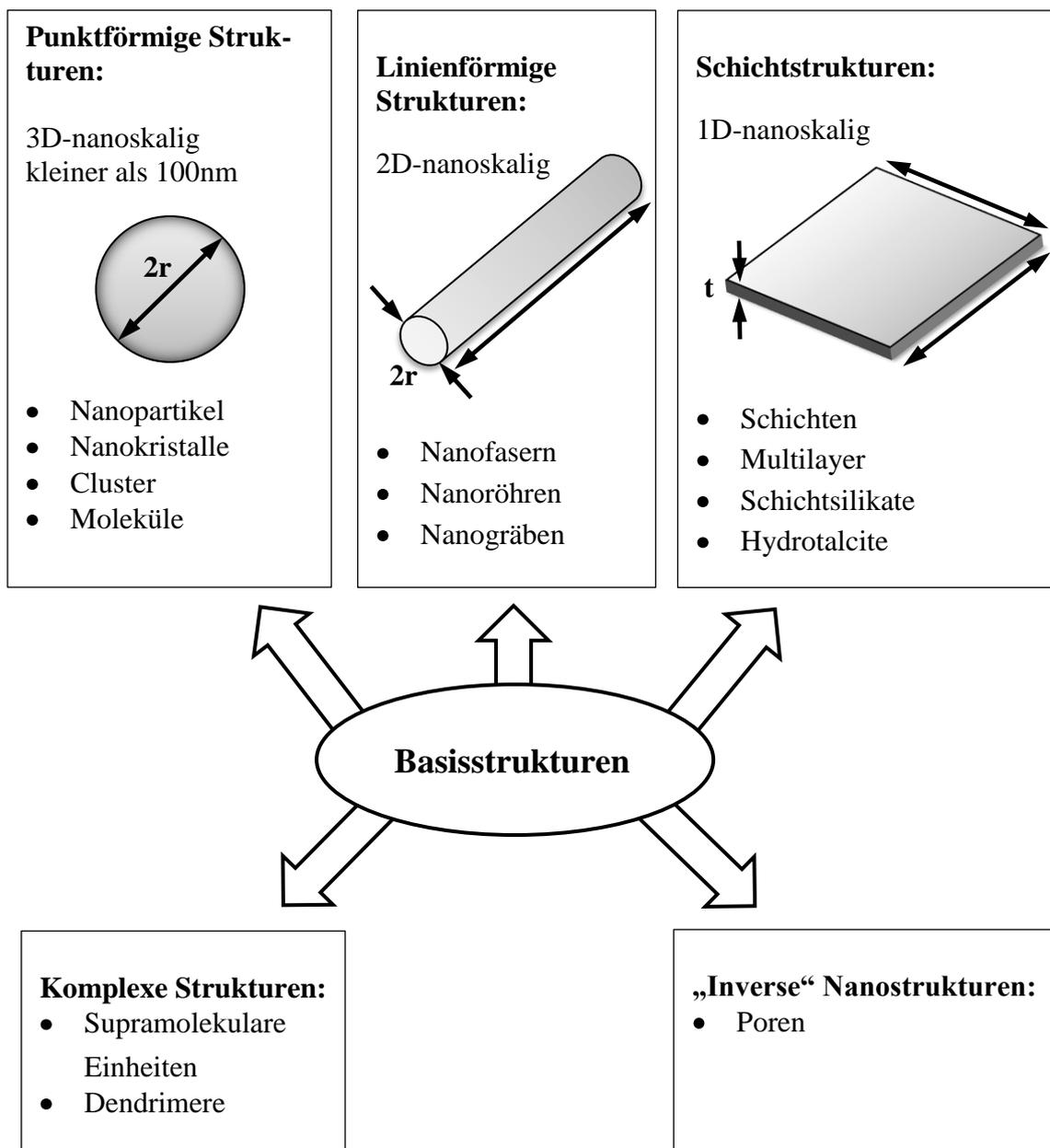
Polyamide weisen eine gute Beständigkeit gegen die meisten organischen Lösemittel, Öle und Fette sowie gegen Alkalien, Treibstoffe, schwache Laugen und viele andere Chemikalien auf. Sie sind dagegen unbeständig gegen Säuren, insbesondere Mineralsäuren, und starke Laugen. Polyamide sind gut witterungsbeständig und besitzen jedoch im Vergleich zu den anderen thermoplastischen Werkstoffen eine mittlere Strahlenbeständigkeit [15], [17], [20]. Außerdem verfügen Polyamide über gute Festigkeit, hohe Zähigkeit und Schlagzähigkeit und weisen gutes Gleit- und Verschleißverhalten auf [8]. Deshalb haben sie sich als technische Konstruktionswerkstoffe in vielen Anwendungsbereichen, insbesondere im Maschinenbau, bewährt [8]. Hierbei zeichnet sich Polyamid 6.6 durch große Härte, Steifheit, Abriebfestigkeit und Formbeständigkeit in der Wärme [15].

Aufgrund der hohen Zähigkeit weisen Polyamide unter der Zug- und Schlagbelastung einen sehr hohen Widerstand gegen Rissbildung auf. Beim Vorhandensein von Kerben oder Rissen zeigen Polyamide jedoch ein sprödes Verhalten und somit einen geringen Widerstand gegen Rissfortpflanzung [17].

Je nach dem Aufbau neigen Polyamide zu hoher Feuchtigkeits- bzw. Wasseraufnahme, was eine Volumenzunahme und somit eine Dichteänderung sowie eine Änderung der mechanischen Eigenschaften zur Folge hat [17], [16]. So nehmen Polyamid 6.6 und Polyamid 6 bei normaler Luftfeuchte etwa 2 bis 3% und nach langer Lagerung in Wasser bis zu etwa 10% Feuchtigkeit auf [20]. Die Lagerung bei normaler Luftfeuchte führt zur Zähigkeits- und Verschleißfestigkeitserhöhung, allerdings zu gleichzeitiger Abnahme von Härte und Steifigkeit [15].

## 2.2 Nanofüllstoffe

Unter dem Begriff Nanofüllstoffe sind alle Füllstoffe zusammengefasst, bei denen mindestens eine Dimension im Bereich zwischen 1 – 100 nm liegt. In den meisten Fällen handelt es sich bei Nanofüllstoffen um einphasige Feststoffe [21], [22]. Sie können dabei sowohl aus organischen als auch aus anorganischen Materialien bestehen [23], [24].

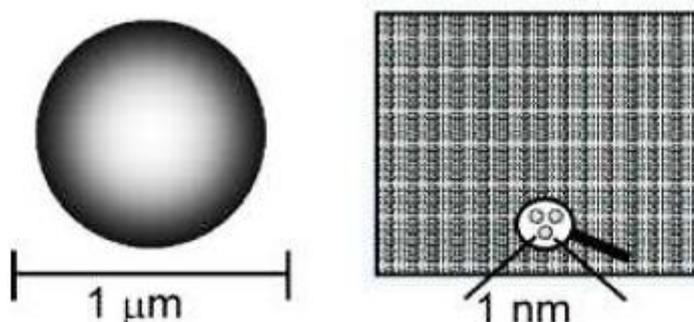


**Abbildung 4:** Basisstrukturen der Nanotechnologie nach [21], [25]

Nanofüllstoffe lassen sich in unterschiedliche geometrische Basisstrukturen einteilen, wobei grundsätzlich drei Hauptgruppen definiert wurden: punktförmige Strukturen, die in allen drei

Dimensionen kleiner als 100 nm sind, linienförmige Strukturen, die in zwei Dimensionen nanoskalig sind und Schichtstrukturen, die in nur einer Dimension nanoskalig sind. Separat werden dann noch die „inversen“ Nanostrukturen, also Hohlkugeln oder Poren, und komplexen Strukturen wie z.B. supramolekulare Einheiten und Dendirmere als Untergruppen der punktförmigen Strukturen dargestellt [21]. Alle diese Basisstrukturen sind in Abbildung 4 wiedergegeben.

Die Wirkung von nanoskaligen Füllstoffen beruht in erster Linie darauf, dass sie eine sehr große spezifische Oberfläche (Oberfläche-Volumen-Verhältnis) aufweisen und damit eine gute Anbindung an die umgebende Matrix bilden [26]. So verfügen beispielweise  $10^9$  kugelförmige Nanopartikel mit einem Radius von 1 nm in Vergleich zu Mikropartikeln mit einem Radius von 1  $\mu\text{m}$  bei gleichem Volumenanteil über eine  $10^6$ -fache größere Oberfläche [27]. Der Vergleich eines Nanopartikels mit einem Mikropartikel ist in nachfolgender Abbildung 5 anschaulich dargestellt.

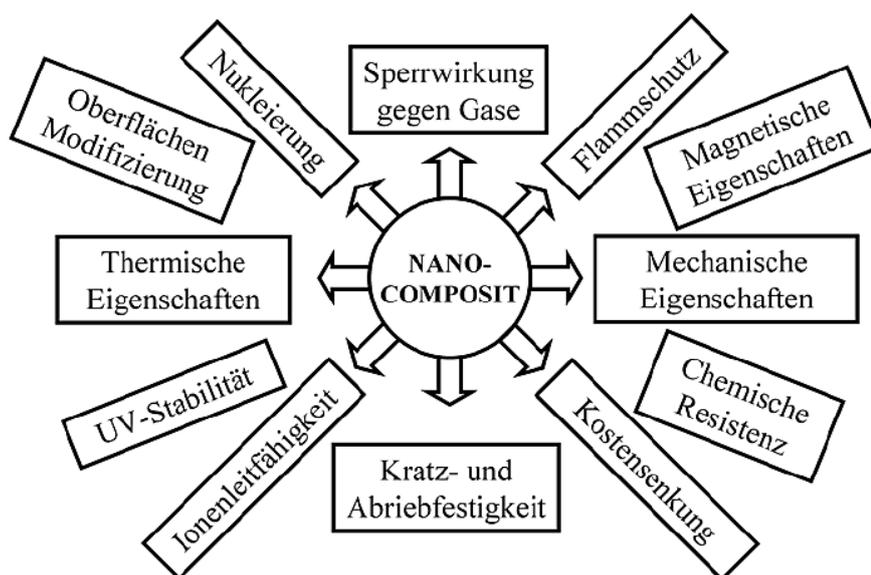


**Abbildung 5:** Vergleich Nanopartikel mit Mikropartikeln [27], [28], [21]

Um eine optimale Ausnutzung der nanoskaligen Eigenschaften erzielen zu können, muss eine möglichst homogene Verteilung der Nanofüllstoffen in der Matrix gewährleistet werden. Dabei kann allerdings der hohe spezifische Oberflächenanteil der Nanopartikel wiederum zu einem erheblichen Nachteil dieser Struktur führen, nämlich dazu, dass sich die primären Nanopartikel (Einzelteilchen) unmittelbar nach der Herstellung zu sogenannten Aggregaten bzw. Agglomeraten zusammenfügen. Dadurch gehen häufig die nanospezifische Eigenschaften verloren. Aggregate werden gemäß DIN 53206 als ein verwachsener Verband von Primärpartikeln verstanden, die über Sinterbrücken flächig miteinander verbunden sind. Aggregate lassen sich im Allgemeinen nicht durch herkömmliche Dispersionsverfahren voneinander trennen. Agglomerate stellen hingegen einen nicht verwachsenen Verband von Primärteilchen

und bzw. oder Aggregaten dar. Eine Aufspaltung der Agglomerate in die Primärpartikel ist durch Dispergieren möglich [1].

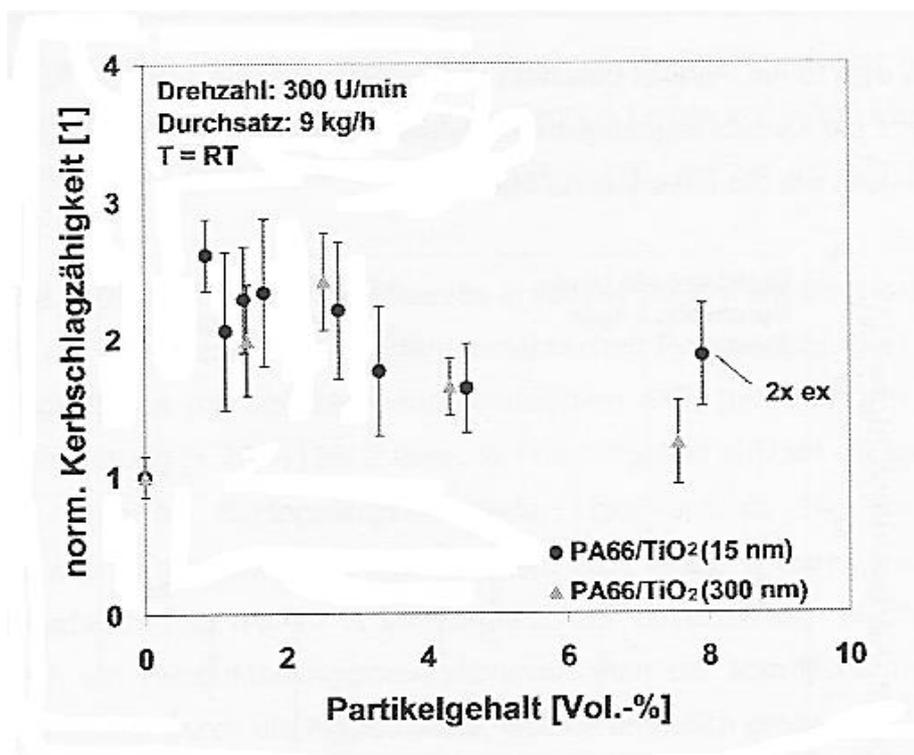
Die Einarbeitung von Nanopartikeln in eine polymere Matrix ermöglicht die Eigenschaften des Ausgangswerkstoffes grundlegend zu verbessern, wodurch sich für den Werkstoff vollkommen neue Anwendungsbereiche erschließen, welche mit den herkömmlichen Füllstoffen praktisch nicht erreichbar sind [29], [30]. Dabei können beispielweise größere Festigkeiten und einen erhöhten Elastizitätsmodul bei einer gleichzeitigen Steigerung der Zähigkeit erzielt werden [29], [31], [32]. Zudem lassen sich ebenfalls die tribologischen Eigenschaften, insbesondere der Verschleißwiderstand, gegenüber dem unverstärkten Matrixwerkstoff positiv beeinflussen [32], [31]. Ein weiterer Vorteil von Nanopartikeln besteht darin, dass bereits ein geringer prozentualer Anteil an Nanostoff ausreichend ist, um eine erhebliche Verbesserung der mechanischen Eigenschaften des Verbunds zu erzielen [30], [9], [32]. Dies lässt sich in erster Linie auf eine hohe spezifische Oberfläche der Nanoteilchen zurückführen [9]. Die weiteren möglichen Eigenschaften, die durch den Einsatz von Nanopartikeln verbessert werden können, gibt die nachfolgende Abbildung 6 wieder.



**Abbildung 6:** Mögliche Eigenschaften, die durch Nanoverbundwerkstoffe verbessert werden [21]

Da durch die Zumischung von Nanopartikeln die ebenso geringe Dichte der Polymere nur unbedeutend beeinflusst wird, macht das die Nanoverbundwerkstoffe insbesondere für Anwendungen im Leichtbau attraktiv [32]. So liegt beispielweise eine Anwendungsmöglichkeit von nanopartikelbasierten Materialien in der Luft- und Raumfahrttechnik sowie in der Automobilindustrie [30].

Die in einem früheren Forschungsprogramm am Institut für Verbundwerkstoffe durchgeführten Untersuchungen mit dem Charpy-Kerbschlagversuch zeigten, wie in Abbildung 7 dargestellt, bei geringen Füllgraden eine deutliche Steigerung der Kerbschlagzähigkeit von mit 15 nm TiO<sub>2</sub>-Partikeln gefülltem Polyamid 6.6 im Vergleich zur unverstärkten Matrix auf. Mit der Erhöhung des Füllstoffgehalts ist jedoch eine Abnahme der Zähigkeit zu beobachten [1]. Aufgrund dieser Ergebnisse wurde ein ähnlicher Zusammenhang zwischen dem Partikelgehalt und der Risszähigkeit erwartet.



**Abbildung 7:** Normierte Kerbschlagzähigkeit nach Charpy in Bezug auf das unverstärkte Ausgangsmaterial (3,03 kJ/mm<sup>2</sup>) von Polyamid 6.6/TiO<sub>2</sub>-Nanocompositen in Abhängigkeit von der Partikelgröße und des Partikelgehaltes [1]

## 2.3 Bruchmechanische Grundlagen

### 2.3.1 Allgemeines

Je nach dem Werkstoffverhalten stehen für die Ermittlung der bruchmechanischen Kennwerte mehrere Verfahren zur Verfügung [32]. Verhält sich der Werkstoff linear-elastisch bis zum Bruch, so kommen für die Beschreibung des Werkstoffverhaltens die Methoden der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) zur Anwendung. Dieses Verhalten kann beispielsweise an spröden Polymerwerkstoffen, an gefüllten oder faserverstärkten Materialien oder an Prüfkörpern mit großen Dicken bzw. unterhalb der Glasübergangstemperatur  $T_g$  beobachtet wer-

den. Die LEBM gilt auch für den Fall, wenn eine im Verhältnis zur Risslänge kleine plastische Zone in der Umgebung der Rissspitze vorliegt. Hier spricht man dann von der LEBM mit Kleinbereichsfließen [33]. Ist der durch die plastische Verformung hervorgerufene Anteil nicht mehr vernachlässigbar gering und kommt es vor der Rissspitze zu vergleichsweise großen plastischen Verformungen, dann können die Methoden der LEBM nicht mehr angewendet werden. Der Beschreibung des Werkstoffverhaltes dienen dabei die Konzepte der Fließbruchmechanik (FBM). Zu den beiden wichtigsten Konzepten gehören das Crack Tip Opening Displacement- (CTOD-) Konzept und das J-Integral-Konzept [33], [34]. Die nachfolgende Abbildung 8 stellt eine Übersicht über die bruchmechanische Kennwertermittlung dar.

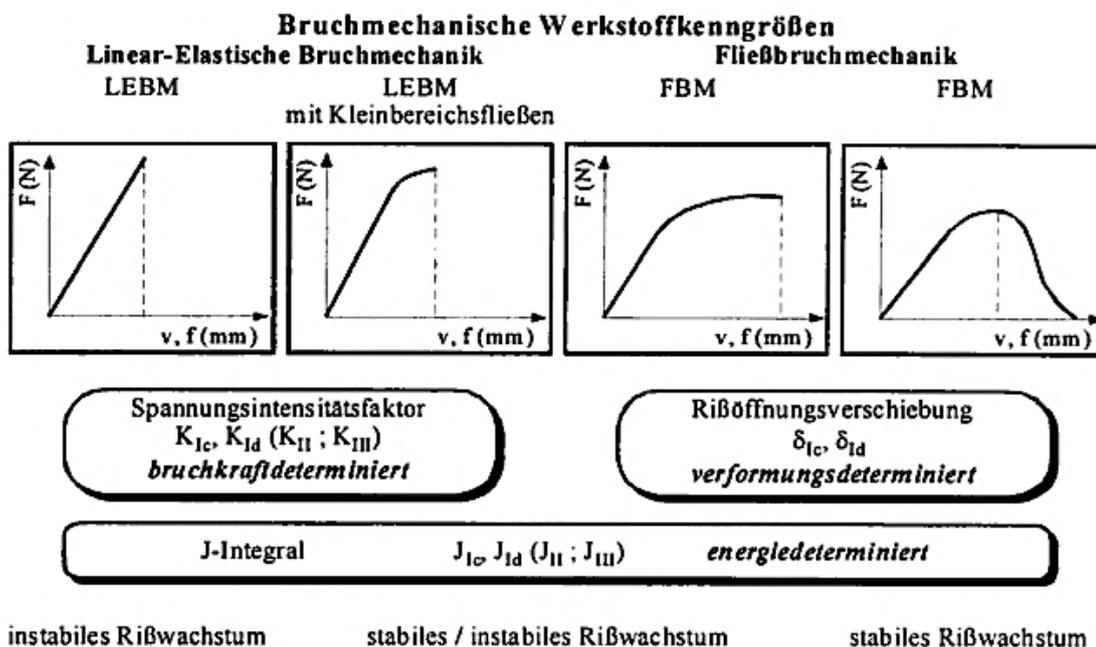
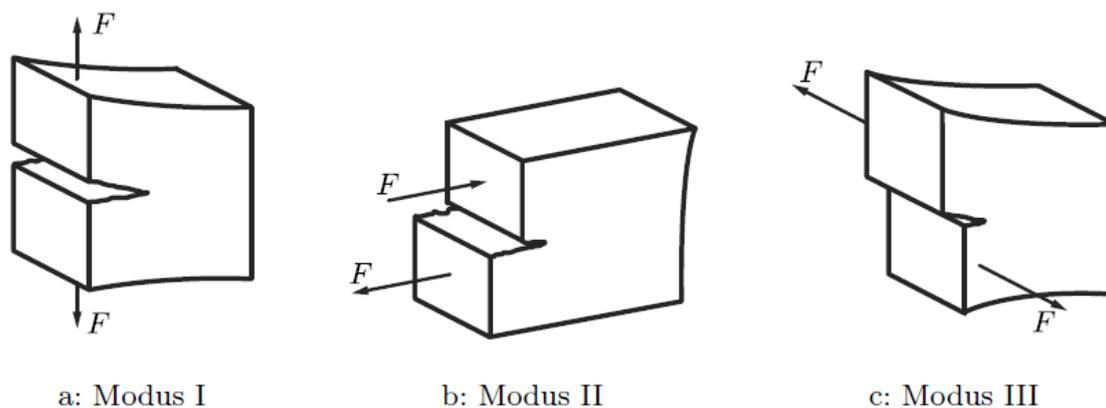


Abbildung 8: Möglichkeiten der bruchmechanischen Kennwertermittlung [33]

### 2.3.2 Rißöffnungsarten

Für die Belange der Bruchmechanik sind die singulären Spannungsfelder in der Umgebung einer Rissspitze von grundlegender Bedeutung. Die Intensität dieser Spannungsfelder lässt sich mit einem einzigen Faktor, der nur von der Geometrie der Rissanordnung und Art und Größe der äußeren Belastungen abhängt, beschreiben [35].



**Abbildung 9:** Rissöffnungsarten [36]

Es lassen sich drei verschiedene Rissöffnungsarten hinsichtlich der Deformation bzw. der Beanspruchung des Risses unterscheiden (siehe Abbildung 9) [35], [37], [32]:

- Modus I (einfache Rissöffnung) kennzeichnet ein symmetrisches Abheben der Rissoberflächen bezüglich der Rissebene und ist charakteristisch für Zugbelastung.
- Modus II (Längsscherung) tritt bei ebener Schubbelastung auf. Die Rissoberflächen gleiten in der Rissebene in entgegengesetzten Richtungen aufeinander ab.
- Modus III (Querscherrung) entspricht dem nichtebenen Schubspannungszustand. Die Rissoberflächen werden ebenfalls in der Rissebene antisymmetrisch gegeneinander verschoben, allerdings quer zur Rissrichtung. Dies tritt z. B. bei Scher- oder Torsionsbeanspruchungen auf.

Treten alle drei Rissöffnungsarten gleichzeitig auf, dann unterliegt ein vorhandener Riss einer sogenannten Mixed-Mode-Beanspruchung [33]. Modus I besitzt dabei eine vorrangige praktische Bedeutung, da das Material bei dieser Beanspruchung einer Rissausbreitung den geringsten Widerstand entgegensetzt [38]. Modus III ist in der Praxis von geringerer Bedeutung [33].

### 2.3.3 Bruchmechanische Konzepte

#### 2.3.3.1 Linear-Elastische Bruchmechanik (LEMB-Konzept)

Die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM-Konzept) ermöglicht die quantitative Erfassung des Versagens rissbehafteter Bauteile infolge instabiler Rissausbreitung bei statischer oder dynamischer Beanspruchung [37], [33]. Voraussetzung dafür ist, wie der Name schon andeutet, ein linear-elastisches Werkstoffverhalten. Linear-elastische Materialien sind dadurch charakterisiert, dass sie bei Belastung eine zur wirkenden Kraft lineare Deformation zeigen, bis

das Material bei Maximalkraft bricht. Das LEBM-Konzept kann allerdings nur für Werkstoffe eingesetzt werden, deren Bruch relativ spröde und ohne größere plastische Verformung vor der Rissspitze stattfindet. Der plastische Bereich vor der Rissspitze muss sehr klein gegenüber den Probedimensionen sein, denn die in diesem Bereich ablaufenden, mikroskopisch sehr komplexen Prozesse können durch bruchmechanische Konzepte nur ungenau beschrieben werden [39].

Das LEBM-Konzept beschreibt den Spannungszustand an der Rissspitze durch den Spannungsintensitätsfaktor  $K$  (Abbildung 10):

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{\sqrt{2\pi \cdot r}} \cdot f_{ij}(\Theta) \quad (2.1)$$

wobei  $\sigma_{ij}$  Normal- bzw. Schubspannungen,  $K$  Spannungsintensitätsfaktor,  $r$  und  $\Theta$  Polarkoordinaten mit der Rissspitze als Ursprung und  $f_{ij}$  eine dimensionslose Funktion (nur von  $\Theta$  abhängig) sind [37], [38].

Nach den möglichen Relativbewegungen der Rissoberflächen (Rissöffnungsarten) sind drei Spannungsintensitätsfaktoren  $K_I$ ,  $K_{II}$  und  $K_{III}$  zu unterscheiden. Der Spannungsintensitätsfaktor der Rissöffnungsart  $I$  ist gegeben durch:

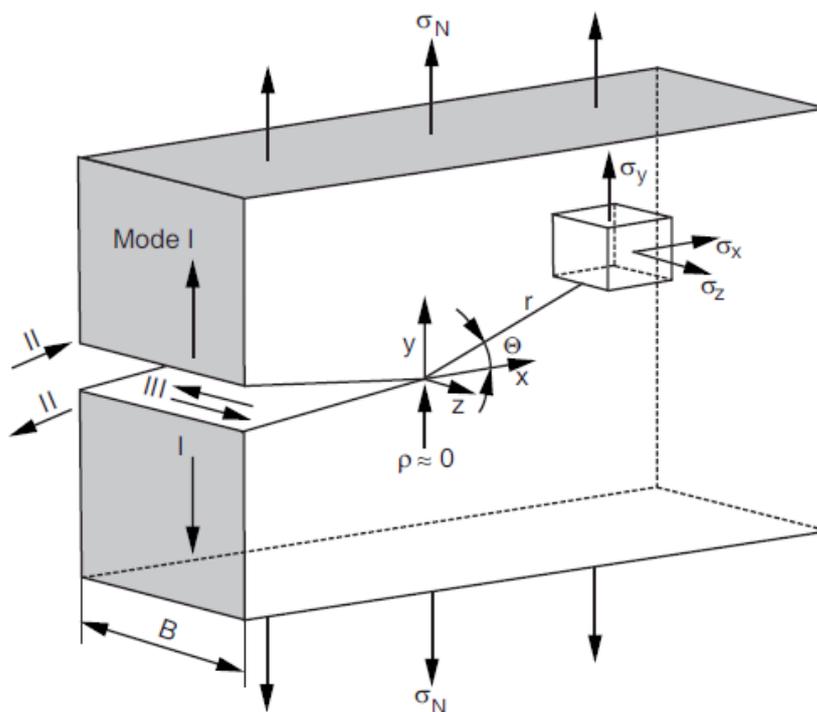
$$K_I = \sigma_N \cdot \sqrt{\pi a} \cdot f(a/W) = \frac{F}{B\sqrt{W}} \cdot f(a/W) \quad (2.2)$$

wobei  $\sigma_N$  die Nennspannung,  $a$  die Risslänge,  $F$  die Kraft,  $B$  die Probedicke,  $W$  die Probenbreite und  $f(a/W)$  eine Geometriefunktion, die den Einfluss der Riss- und Probengeometrie beschreibt [40], darstellen [37].

Der Spannungsintensitätsfaktor  $K_I$  wird beim Einsetzen der instabilen Rissausbreitung zum kritischen Spannungsintensitätsfaktor  $K_{Ic}$ , der als Bruch- oder Risszähigkeit bezeichnet wird und die Dimension  $\text{MPa} \cdot \text{mm}^{-3/2}$  erhält [38], [41]. Das Bruchkriterium lautet somit

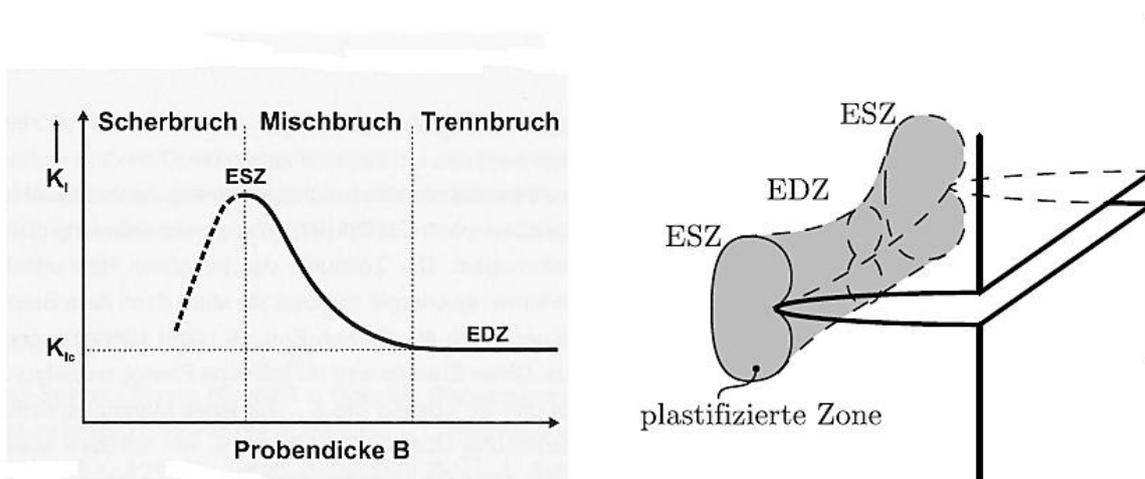
$$K_I \leq K_{Ic} \quad (2.3)$$

Die Bruchsicherheit eines Bauteils gilt als gewährleistet, solange der kritische Wert nicht überschritten wird [38].



**Abbildung 10:** Koordinatensystem zur Beschreibung des Spannungszustandes an der Rissspitze [38]

Die bruchmechanischen Kennwerte eines Materials weisen während der Belastung eine Abhängigkeit vom jeweiligen Spannungs- und Dehnungszustand an der Rissspitze auf, der wiederum unter anderem von der Probendicke abhängt. Dies lässt sich besonders gut anhand der Betrachtung der plastischen Zone vor der Rissspitze, die in Abbildung 11 (rechts) schematisch dargestellt ist, verdeutlichen. So liegt an den Probenoberflächen (Randbereich) ein ebener Spannungszustand (ESZ) vor, weil über die Oberflächen keine Normalkräfte übertragen werden können. Somit entfällt also eine der drei Hauptspannungen. Im Inneren der Probe herrscht dagegen ein angenäherter ebener Dehnungszustand, da die Querkontraktion im Bereich der Rissspitze durch das umgebende Material behindert wird. Alle Dehnungskomponenten sind dabei gleich Null. Da plastische Verformung mit erheblicher Energiedissipation verbunden ist, steigt der Widerstand gegen Rissfortschritt bei reduzierter Probendicke durch den wachsenden Einfluss der plastischen Zone an (Abbildung 11, links) [36].



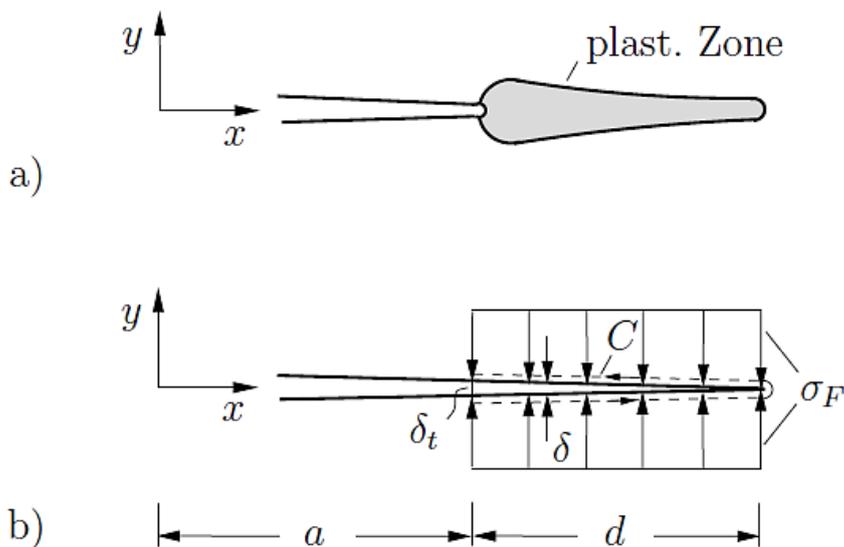
**Abbildung 11:** Links: Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors  $K_I$  von der Probendicke (schematisch) [39]; rechts: Größe und Form der plastischen Zone an der Risspitze [36]

### 2.3.3.2 Crack Tip Opening Displacement- (CTOD-) Konzept

Das CTOD-Konzept (Crack Tip Opening Displacement) geht auf A.H. Cottrell und A.A. Wells (1963) zurück und basiert auf dem Dugdaleschen Rissmodell. Es wird dabei von der Vorstellung ausgegangen, dass die Rissspitzenöffnungsverschiebung oder Rissöffnung  $\delta_t$  (Index „t“ für „crack tip“) ein Maß für die plastischen Verformungen an der Risspitze ist, durch welche wiederum der Bruchvorgang kontrolliert wird. Erreicht die Rissspitzenöffnung einen kritischen Wert  $\delta_{tc}$ , so kommt es zur instabilen Rissausbreitung:

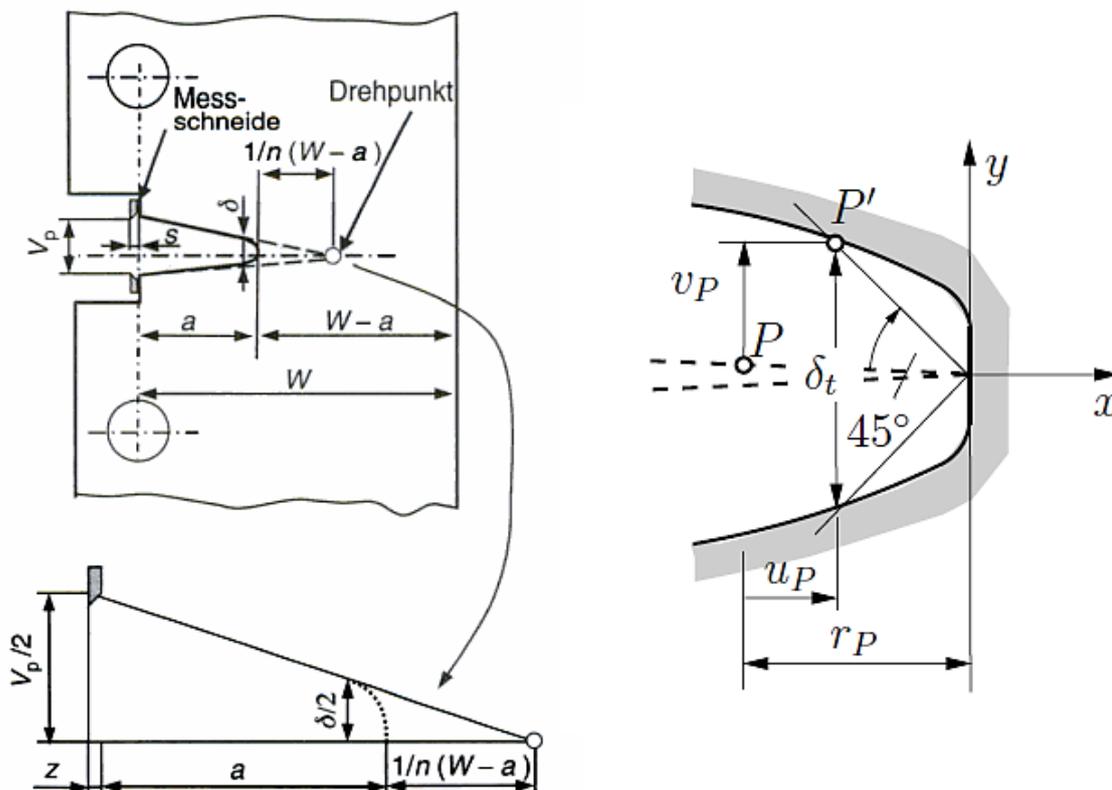
$$\delta_t = \delta_{tc} \quad (2.4)$$

Das Rissmodell nach D.S. Dugdale ist in Abbildung 12 schematisch dargestellt. Hierbei wird es angenommen, das Material ein elastisch-idealplastisches Verhalten mit einer konstanten Fließspannung  $\sigma_F$  entlang der plastischen Zone aufweist. Außerdem wird vorausgesetzt, dass die Ausdehnung der plastischen Zone in y-Richtung klein im Vergleich zu ihrer Länge  $d$  ist. Damit ist das elastisch-plastische Problem auf ein rein elastisches zurückgeführt [42], [36].



**Abbildung 12:** Rissmodell nach Dugdale [42]

Die Rissspitzenöffnung  $\delta_t$  kann in der Regel nicht direkt gemessen werden, sondern nur indirekt über die Kerbaufweitung  $v$ . Dabei wird angenommen, dass die anfänglich scharfe Risspitze durch die plastische Verformung relativ stumpf ist und die Rissflanken annähernd parallel zueinander verlaufen. So wird die Rissöffnung  $\delta_t$  durch die Schnittpunkte zweier unter  $45^\circ$  zur Rissachse ( $x$ -Achse) geneigten Geraden mit der Rissflanken gemäß Abbildung 13 (rechts) definiert [42], [36], [37].



**Abbildung 13:** Geometrie der Rissöffnung einer CT-Probe (links) [41]; Rissspitzenöffnung (rechts) [42]

Die Berechnung der Rissöffnung  $\delta_t$  erfolgt unter Zugrundelegung der in Abbildung 13 links dargestellten Geometrie der Rissöffnung nach

$$\delta = \delta_e + \delta_p \quad (2.5)$$

wobei der elastische  $\delta_t$  und der plastische Anteil sich wie folgt ergeben

$$\delta_e = \frac{K^2(1-\nu^2)}{2R_e E} \quad (2.6)$$

$K$ : Spannungsintensitätsfaktor

$\nu$ : Querkontraktionszahl

$R_e$ : Streckgrenze

$E$ : Elastizitätsmodul

$$\delta_p = \frac{v_p}{1+n \cdot \left(\frac{a+z}{W-a}\right)} \quad (2.7)$$

$v_p$ : plastische Kerbaufweitung

$z$ : Messschneidendicke

$n$ : Rotationsfaktor (beschreibt die Lage des Drehpunktes im Restquerschnitt; i.d.R.  $n = 2,5$ )

Für die experimentelle Bestimmung der kritischen Rissöffnung  $\delta_{tc}$  können sowie CT- als auch 3-Punkt-Biegeproben (SENB) verwendet [37], [41]. Diese kritische Rissöffnung  $\delta_{tc}$  ist von der Probengeometrie unabhängig und wird nur durch die Belastungsbedingungen wie z.B. Temperatur, Belastungsgeschwindigkeit, Umgebungsmedium beeinflusst [41].

### 2.3.3.3 J-Integral-Konzept

Während das CTOD-Konzept verformungsbestimmte und das LEMB-Konzept bruchkraftbestimmte Kennwerte liefert, ermöglicht das J-Integral-Konzept eine energetische Betrachtung des Bruchvorganges. Damit hat das von G.P. Cherepanov (1967) und J. Rice (1968) eingeführte J-Integral besonders große Bedeutung für die Bewertung des Bruchverhaltens von Polymerwerkstoffen erlangt [33], [38].

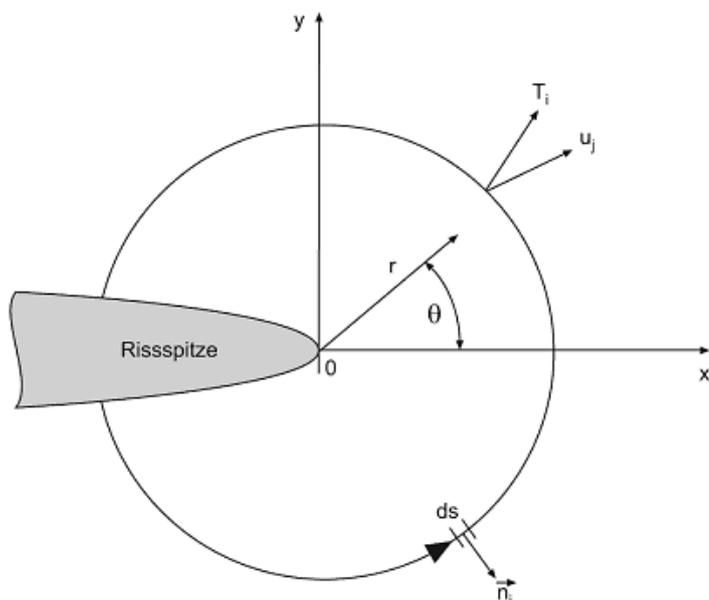
Dieses als J-Integral bezeichnete Konzept basiert auf einem Linienintegral mit geschlossenem Integrationsweg um die Risspitze (Abbildung 14):

$$J = \int_{\Gamma} (W \cdot dy - \sigma_{ij} \cdot n_i \cdot \frac{du_j}{dx} \cdot ds) \quad (2.8)$$

mit

$$W = \int_0^{\varepsilon_{ij}} \sigma_{ij} \cdot d\varepsilon_{ij} \quad (2.9)$$

wobei  $\Gamma$  ein geschlossener Integrationsweg ist, der das untere mit dem oberen Rissufer verbindet,  $n$  der nach außen zeigende Normalenvektor auf dem Integrationsweg  $\Gamma$  dargestellt,  $W$  der Verformungsenergiedichte (Energie pro Volumeneinheit) entspricht und  $\sigma_{ij}$  der Spannungstensor und  $\varepsilon_{ij}$  der Verschiebungstensor ist,  $u_j$  dem Verschiebungsvektor und  $ds$  dem zugehörigen Bogenelement des Integrationsweges entspricht [43], [44].



**Abbildung 14:** Definition des J-Integrals [43]

Liegt eine Singularität in Form eines Risses vor, ist  $J \neq 0$  und unabhängig vom Integrationsweg. Enthält das Integral im Bereich der vom Integrationsweg umschlossenen Fläche eine Stätigkeit, so wird das J-Integral 0. Die Wegunabhängigkeit ist deshalb von Bedeutung, da sie die Wahl eines genügend weit von der Risspitze entfernten Integrationsweges erlaubt und damit eine vergleichsweise einfach numerische Berechnung ermöglicht [37].

Die Ermittlung des J-Integrals kann auch unter Zugrundelegung der zur Verformung eines rissbehafteten Körpers verrichteten mechanischen Arbeit, die sich aus der Fläche unter der Kraft-Kraftangriffspunktverschiebungs-Kurve  $U$ , erfolgen.

$$J = -\frac{1}{B} \cdot \frac{dU}{da} \quad (2.10)$$

wobei die energetische Interpretation die Änderung die potentielle Energie  $dU$  vor der Risspitze bezogen auf die sich bildende Rissverlängerung  $da$  beschreibt [43].

Diese energetische Beschreibung des J-Integrals ermöglicht die experimentelle Bestimmung der J-Integral-Werte unter Verwendung von Näherungsgleichungen, z.B.

$$J = \eta \cdot \frac{U}{B \cdot (W - a)} \quad (2.11)$$

wobei  $\eta$  ein Korrekturfaktor ist, der von der Belastungsart, Probengeometrie und Risslänge abhängt,  $W - a$  Größe des Ligaments vor dem Riss ist [37].

Nimmt das J-Integral den kritischen Wert  $J_c$  an, kommt es zur stabilen oder instabilen Rissausbreitung [41].

## 3 Versuchsplanung

### 3.1 Ausgangswerkstoffe

Als Matrixwerkstoff wurde in dieser Arbeit das Polyamid 6.6 von der Firma A. Schulmann GmbH, Kerpen, verwendet, das unter dem Handelsname Schulamid 66 MV 2 vertrieben wird. Die wichtigen Eigenschaften des verwendeten Werkstoffs sind in der Tabelle 2 zusammengestellt.

**Tabelle 2:** Eigenschaften des verwendeten Matrixwerkstoffs Polyamid 6.6 [45], [46]

Eigenschaften	Wert	Einheit
Dichte	1,14	g/cm <sup>3</sup>
<b>Mechanische Eigenschaften (getrocknet/ konditioniert)</b>		
Streckspannung	85/55	MPa
Streckdehnung	5/20	%
Zug-Elastizitätsmodul	3000/1500	Mpa
Charpy-Kerbschlagzähigkeit (23°C)	6/12	kJ/m <sup>2</sup>
<b>Thermische Eigenschaften</b>		
Schmelztemperatur (10°C/min)	263	°C
Glasübergangstemperatur (10°C/min)	50	°C

Bei den in dieser Arbeit verwendeten Nanopartikeln handelt es sich um Titandioxidpartikel (TiO<sub>2</sub>) der Firma Sachtleben Chemie GmbH, Duisburg, mit der Bezeichnung Hombitec RM300, die in Form von Rutil vorliegen, und Siliciumdioxidpartikel (SiO<sub>2</sub>) der Firma Nanoresins AG, Geesthacht. Die grundlegenden Daten der beiden Materialien sind in der nachfolgenden Tabelle 3 angegeben.

**Tabelle 3:** Übersicht über die verwendeten Nanopartikel [47], [1], [48]

Material	Bezeichnung	Durchmesser Primärteilchen [nm]	Spezifische Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]	Oberflächenbehandlung	Hersteller
TiO <sub>2</sub>	Hombitec RM300	ca. 15, sphärisch	ca. 70	Polyalkohol	Sachtleben
SiO <sub>2</sub>	XP-29	ca. 20, sphärisch	n.a.	n.a.	NanoResins

## 3.2 Probenreihen

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden insgesamt dreizehn unterschiedliche Probenreihen untersucht. Dabei handelt es sich einmal um Polyamid 6.6/SiO<sub>2</sub>-Nanoverbundwerkstoff bei sechs verschiedenen Füllgraden und Polyamid 6.6/TiO<sub>2</sub> bei vier verschiedenen Füllgraden. Zusätzlich dazu wurden Versuche am Referenzwerkstoff in Abhängigkeit von der Anzahl der Extrusionsschritte durchgeführt. Zwecks besserer Übersicht über die verwendeten Proben wurde eine Kurzbezeichnung für jeden zu untersuchenden Werkstoff, wie in der Tabelle 4 dargestellt, eingeführt.

**Tabelle 4:** Übersicht über die verwendeten Materialsysteme

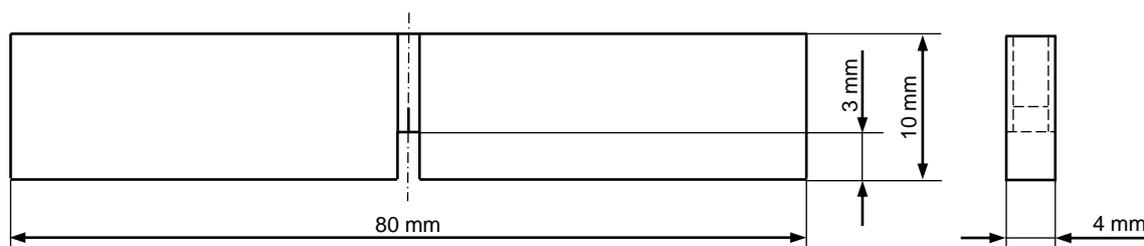
Materialsystem	Partikelgehalt [Vol.-%] bzw. Extrusionsschritte (*)	Bezeichnung
Polyamid 6.6	0*	B0
	1*	B1
	2*	B2
Polyamid 6.6/ SiO <sub>2</sub>	0,5	XP05
	1	XP10
	1,5	XP15
	2	XP20
	4	XP40
	6,6	XP66
Polyamid 6.6/ TiO <sub>2</sub>	0,5	RM05
	1	RM10
	2	RM20
	4	RM40

Die Ergebnisse aus den Versuchen mit 6,6 Vol.-% SiO<sub>2</sub>-Partikeln verstärktem Polyamid 6.6 wurden nicht in dieser Arbeit dargestellt, da zur ihren korrekten Interpretation eine gesonderte Untersuchung der Werkstoffstruktur durchgeführt werden muss.

## 4 Versuchsvorbereitung

### 4.1 Probenherstellung

Zur Bestimmung der Risszähigkeit vom mit Nanopartikeln versetzten Polyamid 6.6 wurden in Anlehnung an die Norm ASTM E 1820-08a SENB-Proben (Single Edge Notch Bending) verwendet. Die Abbildung 15 zeigt die Geometrie dieser Drei-Punkt-Biegeproben. Die Probekörper wurden dabei aus spritzgegossenen Platten (80x80x4 mm<sup>3</sup>) auf die Abmessungen von 80 mm x 10 mm herausgeschnitten. Der Zuschnitt der Probekörper erfolgte mittels einer Tischkreissäge des Typs Mutronic Diadisc 5200 mit Wasserkühlung und manuellem Vorschub. Mit einer Bandsäge wurden die Probekörper mittig mit einer 3 mm tiefen Kerbe versehen.



**Abbildung 15:** Prüfkörpergeometrie

Bei der Herstellung der Probekörper war zu beachten, dass die Position bezüglich der Spritzgussrichtung für alle Proben gleich war. Der Grund dafür ist, dass sich beim Spritzgießen Moleküllorientierungen ergeben, die durch große Abkühlgeschwindigkeiten an der kalten Formwand eingefroren werden. So werden durch die Orientierung der Molekülketten in einer Vorzugsrichtung mehr Hauptvalenzbindungen in dieser Richtung wirksam. Dies führt dazu, dass die spritzgegossenen Teile unterschiedliche Eigenschaften in Orientierungsrichtung und senkrecht dazu aufweisen [15]. Die Spritzgussrichtung der Platten ist parallel zu der Probenlängsachse. Dadurch entspricht die Materialorientierung in Hauptbelastungsrichtung spritzgegossenen Zugstäben, welche mit dem gleichen Material untersucht wurde.

## 4.2 Anrisserzeugung

Zur Ermittlung bruchmechanischer Kennwerte ist die Einbringung eines vom Kerb ausgehenden scharfen Anrisses in den zu untersuchenden Werkstoff notwendig. Die Einbringung des scharfen Anrisses erfolgte durch das Einschlagen einer Rasierklinge in Anlehnung an die ISO 13586. Hierzu wurde eine am Institut für Verbundwerkstoffe gebaute Kerbvorrichtung mit einer geführten Metallklinge verwendet. Um die Einbringung des Anrisses zu verbessern, wurden die Proben zuerst mit flüssigem Stickstoff abgekühlt, wodurch das Material spröde und die Bildung eines scharfen Anrisses begünstigt wird.

## 4.3 Einbringung der Seitenkerben

Zur Gewährleistung einer geraden Rissfront und zur Minimierung des ebenen Spannungszustandes schlagen Prüfvorschriften [49], [50] die Einbringung von Seitenkerben vor. So wurden die verwendeten SENB-Prüfkörper zusätzlich mit den Seitenkerben, wie in der Abbildung 16 dargestellt ist, versehen. Die Kerben wurden längs des Ausgangsrisses eingebracht. Dabei handelt es sich um V-förmige Kerben nach DIN EN ISO 179-1 mit einem Kerbradius von 0,25 mm und einem Flankenwinkel von 45°. Die Kerbtiefe betrug auf beiden Seiten der Prüfkörper 0,3 mm. Um den vorhandenen Riss besser sichtbar zu machen, wurde er farblich markiert.

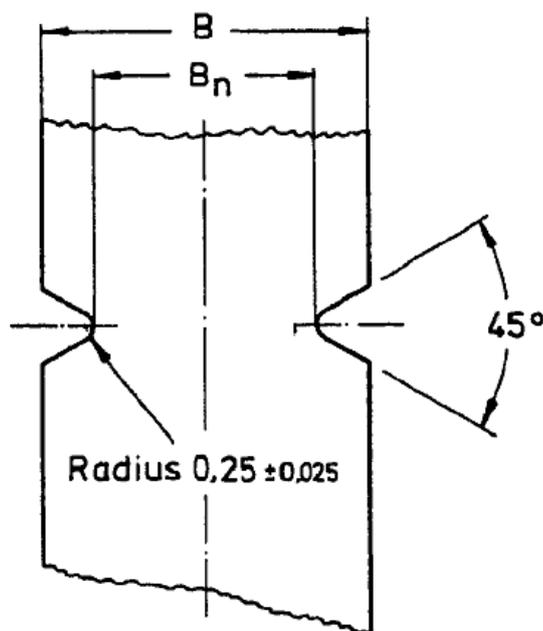


Abbildung 16: Geometrie der Seitenkerben [50]

## 4.4 Probenvorbereitung

### 4.4.1 Trocknung der Proben

Polyamide sind hygroskopische Kunststoffe und zeichnen sich dementsprechend durch eine hohe Feuchtigkeitsaufnahme aus der Umgebung aus [51]. Im Normklima 23°C und 50% relative Luftfeuchte beträgt beispielweise der Sättigungsgrad mit Wasser für Polyamid 6.6 ca. 2,5%. Während im konditionierten Zustand alle Polyamid-Typen relativ zäh sind, sind sie im trockenen Zustand hart und spröde [15]. Durch die Langzeitlagerung der spritzgegossenen Platten an der Luft und das Sägen mit Wasserkühlung musste davon ausgegangen werden, dass die Proben entsprechend Feuchtigkeit aufgenommen haben. Um die untersuchten Werkstoffe auf die Minimalfeuchte, die sich im Betrieb einstellen kann, einzubringen, mussten alle Proben vor der Versuchsdurchführung getrocknet werden. Die Trocknung der Proben erfolgte mindestens zwei Tagen lang bei 80°C in einem Umlufttrockenschrank. Die getrockneten Proben wurden bis kurz vor der Prüfung in Exsikkatoren mit Silicagel aufbewahrt, um die Trockenheit zu gewährleisten.

### 4.4.2 Vermessung der Proben

Vor der Versuchsdurchführung wurden alle Prüfkörper bezüglich ihrer Geometrie vermessen. Die Probenbreite  $W$  und Probendicke  $B$  bzw. die Nettodicke  $B_n$  bei den Proben mit Seitenkerben wurden mit einem Digitalmessschieber an jeweils drei verschiedenen Stellen gemessen und daraus der Mittelwert gebildet. Die Ausgangsrisslänge  $a_0$  jedes einzelnen Prüfkörpers wurde erst nach dem Experiment lichtmikroskopisch ausgemessen. Auf die dabei verwendete Methode wird im Kapitel 4.7 näher eingegangen. Die gemessenen Geometrieparameter wurden im Prüfprotokoll festgehalten und bei der Auswertung der Prüfergebnisse verwendet.

## 4.5 Versuchsaufbau

Im Zuge eines Projekts wurde am Institut für Verbundwerkstoffe eine Versuchsvorrichtung zur Untersuchung der Risszähigkeit von Polymerwerkstoffen und Verbunden mit Hilfe von SENB-Proben entwickelt und gebaut. Hierbei handelt es sich um eine Fallvorrichtung, die es ermöglichen sollte, bei geringer Energie die Proben schlagartig zu belasten.

Die Vorrichtung weist eine vertikale Führungsstange auf, an der ein Fallgewicht angebracht ist. Zur reibungsarmen geführten Bewegung entlang der Führungsstange ist das Fallgewicht mit einem Linearkugellager versehen. Das Fallgewicht wird manuell auf die entsprechende Fallhöhe befördert, aus der beim Fall die geforderte Prüfgeschwindigkeit resultiert. Ein Klemmring an der Führungsstange gewährleistet stets dieselbe Fallhöhe des Fallgewichts. Die Fallmasse prallt auf einen auf der Probe aufliegenden Impaktor. Dieser besitzt eine integrierte Kraftmessdose, welche den auf die Probe abgegebenen Kraftimpuls misst. Das Gesamtgewicht des Impaktors beträgt 57 g. Dessen statische Belastung auf die Probe ist vernachlässigbar. Der Impaktor besitzt ein Dämpferelement, welches mechanisch ungewollte dynamische Effekte herausfiltern soll. Der Aufbau und die Funktionsweise dieses Dämpfers wird im Kapitel 5 näher beschrieben. Die Auflagerbedingung und -geometrie ist an die ISO 13586 angelehnt.

Gemessen wurden die Kraft und der zurückgelegte Impaktorweg. Zur Messung der dynamischen Kraft kam ein Quarz-Kraftmesselement der Firma Kistler vom Typ 9311B mit einem Messbereich von 1kN zum Einsatz. Als Messverstärker des gemessenen Kraftsignals wurde ein Ladungsverstärker der Firma Kistler vom Typ 5011B verwendet. Die Messung des Impaktorwegs erfolgte mittels einer Hochgeschwindigkeitskamera (IDT Redlake MotionXtra N-Serie). Hierzu wurde auf der Impaktorspitze eine spezielle Markierung aufgetragen. Dabei handelt es sich um ein schwarz/weißes Muster, das zur Bildsequenzanalyse durch Punktverfolgung notwendig ist. Somit lässt sich ein Weg-Zeit-Verlauf bestimmen. Dies erfolgte mit Hilfe des Programms IDT Motion Studio, mit dem ebenfalls die Steuerung der Hochgeschwindigkeitskamera erfolgte. Die Triggerung der Bildauslösung wurde durch eine Gabellichtschranke realisiert. Dabei wurde das Signal über einen Optokoppler an den Auslöseeingang der Hochgeschwindigkeitskamera weitergegeben. Die Versuchsanordnung ist in Abbildung 17 schematisch dargestellt.

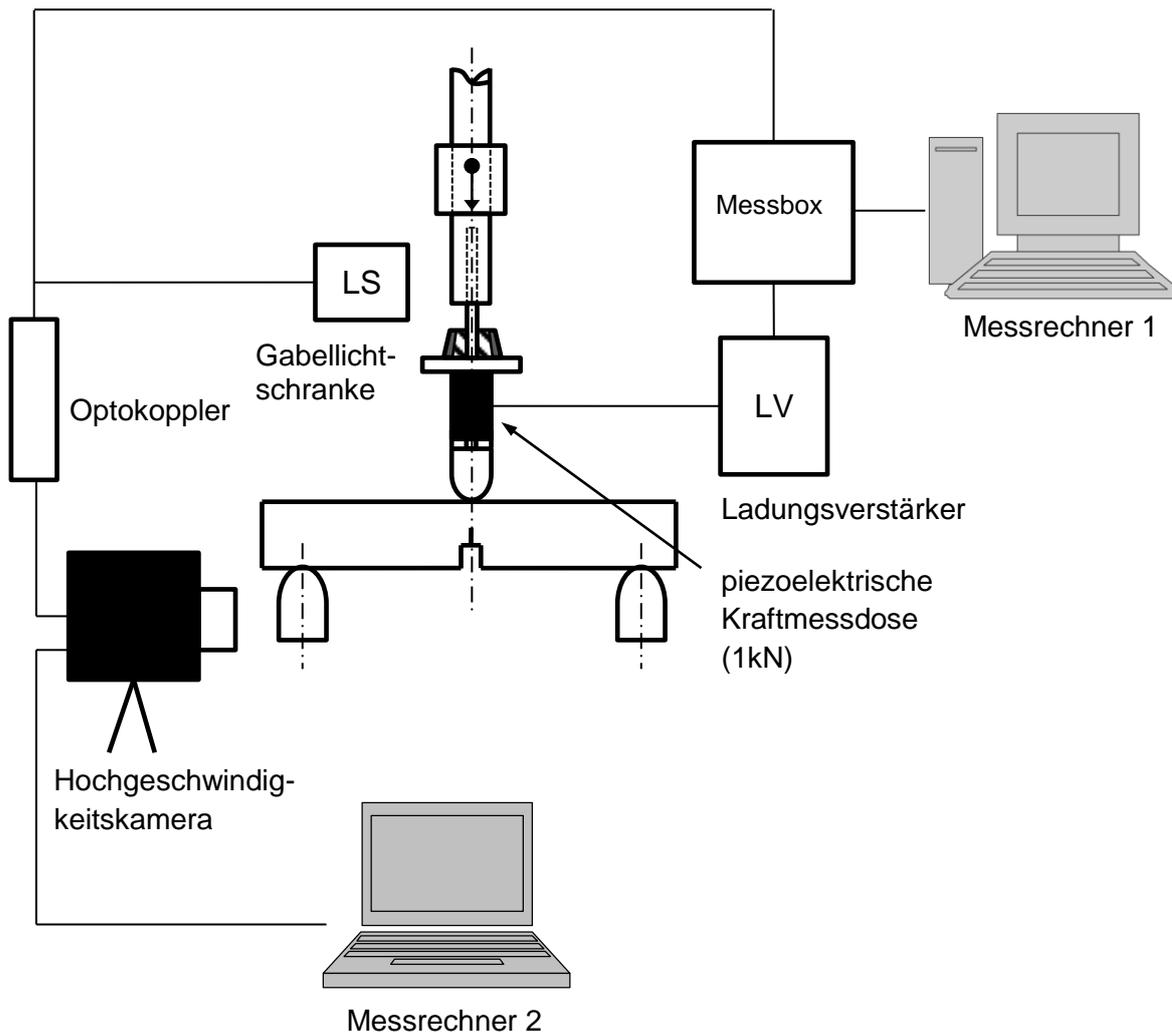


Abbildung 17: Schematische Darstellung der Versuchsanordnung

## 4.6 Versuchsdurchführung

Die zu untersuchende Probe wurde auf zwei Auflagen positioniert. Die Stützweite wurde gemäß der Norm ( $L = 4W$ ) auf 40 mm eingestellt. Die Impaktorspitze wurde dabei so angeordnet, dass sie auf der Mitte der ungekerbten Rückseite der Probe aufliegt. Um bei den sehr kurzen Belichtungszeiten der Hochgeschwindigkeitskamera eine ausreichende Belichtung zu gewährleisten, erfolgte die Bildaufnahme mit der zusätzlichen Beleuchtung. Die Impaktorbewegung erfolgte mit einer Aufnahme Frequenz von 50 kHz bei einer Bildgröße von 1280 x 40 Pixeln. Die Proben wurden mit einem Fallgewicht von 83 Gramm bei einer Fallhöhe von 40 cm bis zum Bruch belastet. Alle Versuche wurden unter Normklima (23 °C; 50% Luftfeuchtigkeit) durchgeführt.

Zu besseren Übersicht sind alle Versuchsparameter in der nachfolgenden Tabelle 5 aufgeführt.

**Tabelle 5:** Übersicht der Versuchsparameter

Umgebungsbedingungen:	Normalklima (23 °C/ 50 % relativer Feuchte)
Prüfzustand der Proben:	2 Tagen bei 80 °C getrocknet im Exsikkator zwischengelagert
Fallhöhe:	40 cm
Fallmasse:	83 g
Stützweite der Auflager:	40 mm
Kameraeinstellungen:	
• Sensorauflösung:	1280 x 40 px
• Bildfrequenz:	50000 fps
• Aufnahmedauer:	6 ms

## 4.7 Messwertermittlung

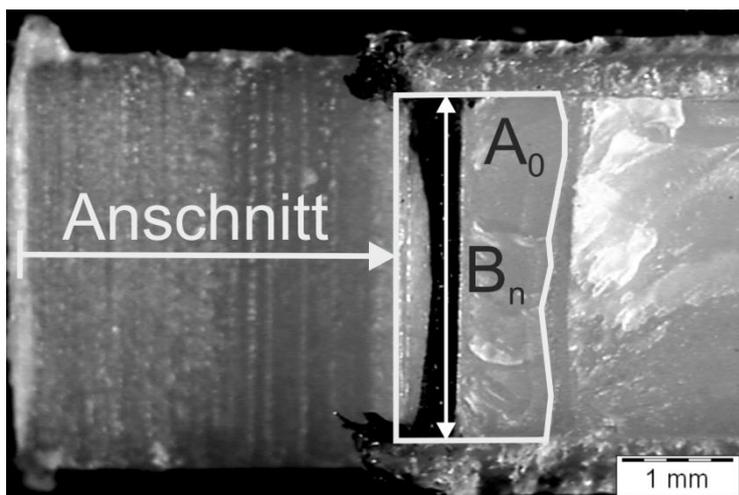
Das Vorgehen bei der Ermittlung der Risszähigkeit  $K_{Ic}$  und J-Integral-Werte anhand der durchgeführten Versuche erfolgte nach folgenden Schritten:

- Ermittlung der Ausgangsrisslänge  $a_0$
- Bestimmung der Probendurchbiegung
- Erstellung der Kraft-Weg-Diagramm

Die Ermittlung der Ausgangsrisslänge  $a_0$  erfolgte mit Hilfe der Lichtmikroskopie. Die Ausgangsrisslänge  $a_0$  setzt sich, aus dem Anschnitt der Bandsäge und der mittleren Länge des scharfen Anrisses zusammen. Wie in der Abbildung 18 eingezeichnet, werden die Länge des Anschnitts und die Fläche des scharfen Anrisses gemessen. Die mittlere Länge des scharfen Anrisses errechnet sich aus der Fläche  $A_0$  in Bezug auf die reduzierte Probendicke  $B_n$ , sodass  $a_0$  nach folgender Formel

$$a_0 = \text{Anschnitt} - A_0/B_n \quad (4.1)$$

berechnet wird. Als Ausschusskriterien für die Probenauswahl galt als erstes die Geradheit der Rissfront. Proben mit einer ungeraden Rissfront bzw. einem ungeraden Anfangsanriss gingen nicht in die Auswertung ein. Das zweite Auswahlkriterium bezieht sich auf die Länge von  $a_0$ . Um einen nach Norm gültigen kritischen Spannungsintensitätsfaktor  $K_{Ic}$  zu erhalten, soll laut der Norm ASTM E 1820-08a die Ausgangsrisslänge  $a_0$  im Bereich zwischen  $0,45W \leq a_0 \leq 0,55W$  liegen, wobei  $W$  die Probenbreite ist. Für die J-Integral-Werte gilt  $0,45W \leq a_0 \leq 0,7W$ . Aus diesem Grund wurde die weitere Auswertung anhand der Proben, die diese Bedingung erfüllen, durchgeführt.



**Abbildung 18:** Ermittlung der Ausgangsrisslänge aus der Probenbruchfläche am Beispiel einer Probe aus dem Polyamid 6.6

Des Weiteren wurde die Durchbiegung des jeweiligen Prüfkörpers für jeden Zeitschritt der mit der Hochgeschwindigkeitskamera aufgenommenen Bildsequenz ermittelt. Dies erfolgte mit Hilfe des Programms Motion Studio. Dabei wurde die Durchbiegung aus dem zurückgelegten Weg des Impaktors optische durch ein Punktverfolgungsverfahren (Tracking) bestimmt. Um Pixelwerte in absolute Größe (Millimeter) umzurechnen, wurde zuerst eine Kalibrierung an der Referenzstrecke durchgeführt. Dazu diente das zuvor vermessene Intervall zwischen zwei schwarzen Bereichen der Impaktormarkierung, wie in Abbildung 19 (a) dargestellt ist. Als Referenzbild wurde immer das erste Bild der aktuellen Bildsequenz gewählt. Es sei an der Stelle noch zu erwähnen, dass während der gesamten Belastungsdauer kein Absetzen des Impaktors von der Probe beobachtet wurde.

a)



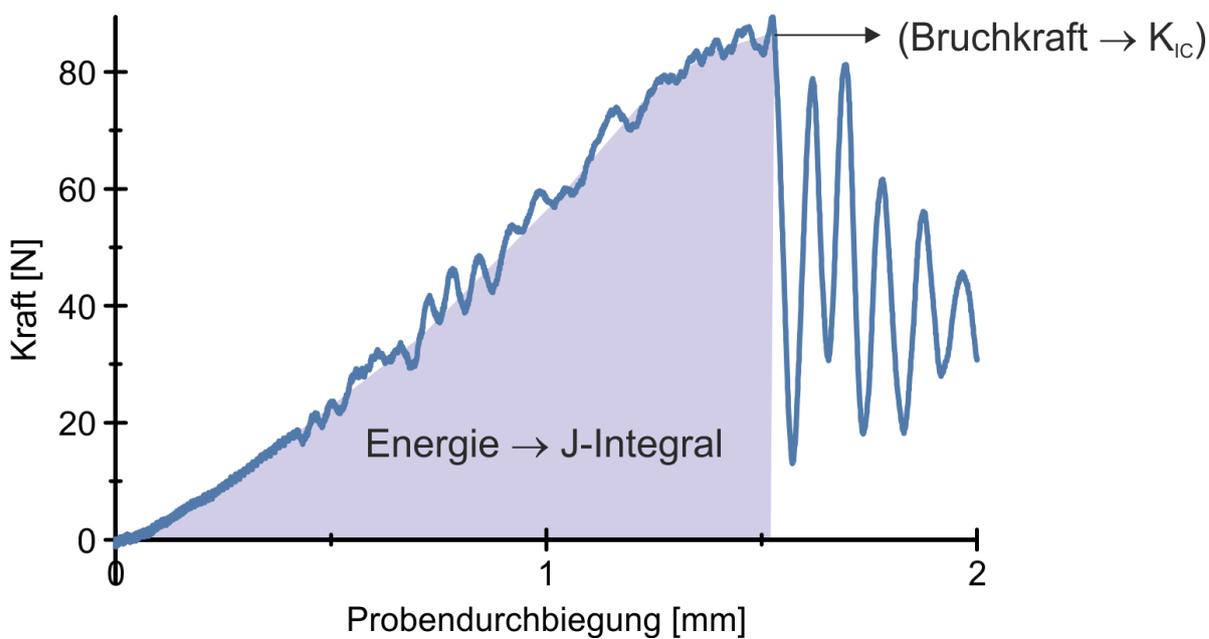
b)



**Abbildung 19:** Definition der Kalibrierstrecke (a); Trackingpunkt in die Ausgangsposition (b)

Anschließend wurde mit Hilfe der Datenverarbeitungssoftware NI DIAdem mit den so ermittelten Probendurchbiegungen und den dazugehörigen Kraftmesswerten das Kraft-Weg-Diagramm erstellt. Aus dem Diagramm lässt sich die Bruchkraft ermitteln, die zur Bestim-

mung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors  $K_{Ic}$  bzw. die Risszähigkeit des zu untersuchenden Werkstoffes herangezogen wird. Aus dem Flächeninhalt unter der Kraft-Weg-Kurve wird durch die Integration die Energie erhalten, die zur Ermittlung des J-Integral-Wertes beim Probenbruch dient.

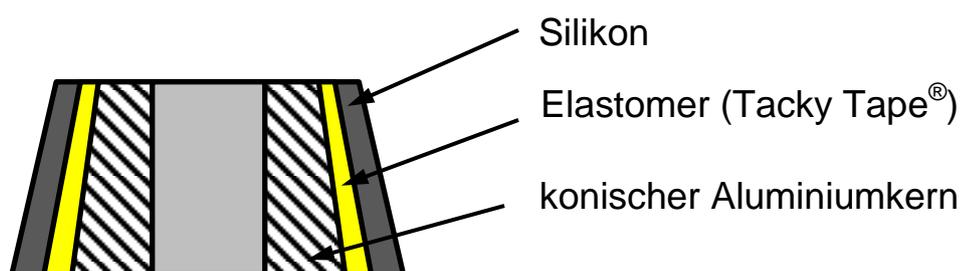


**Abbildung 20:** Kraft-Weg-Diagramm am Beispiel einer SENB-Probe aus Polyamid 6.6 im Lieferzustand

## 5 Prüfvorrichtungseinstellung

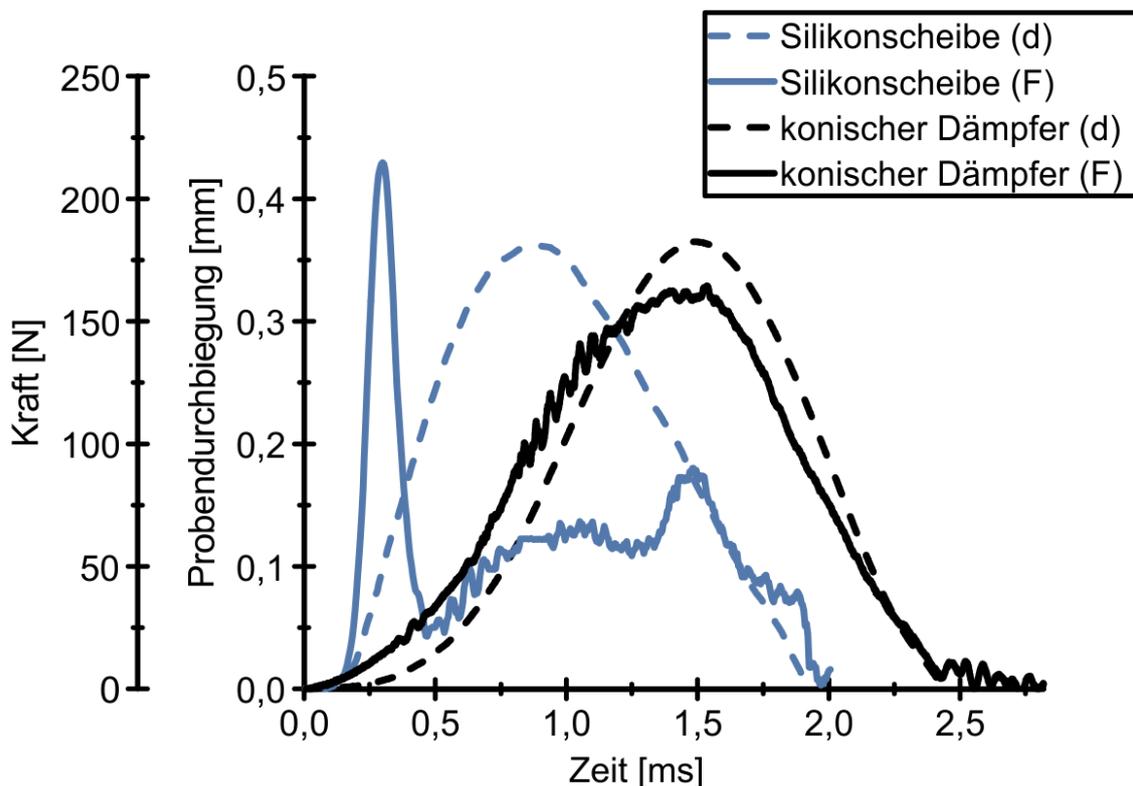
Vor der Ermittlung der bruchmechanischen Kennwerte wurden im Rahmen dieser Diplomarbeit Versuche zur Einstellung der Prüfvorrichtung durchgeführt. Zielsetzung dieser Vorversuche war, gut nachvollziehbare und reproduzierbare Messergebnisse in Form von Kraft-Weg-Diagramme zu erzielen. Alle Versuche wurden dabei anhand von einer Referenzprobe aus dem Polyamid 6.6 im Lieferzustand mit gleichen Abmessungen ( $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ ) wie die eigentlichen Prüfkörper durchgeführt.

Die Prüfvorrichtung sieht den Einsatz von Dämpferelementen vor. Aufgrund dessen Aufbaus wird das Kraftsignal gemessen, welches nach der Dämpfung an der Probe übermittelt wird. Der Einsatz von Dämpferelementen ist abgeleitet aus der Norm ASTM E 1820-08a für kurzzeitdynamische CT- bzw. SENB-Versuche. Es wurde eine Reihe von verschiedenen Dämpferelementen ausgetestet, deren einzelne Ergebnisse im Anhang A dargestellt sind. Das genannte Ziel war es bei der hohen Belastungsgeschwindigkeit eine proportionale Beziehung zwischen Kraft-Zeit- und Weg-Zeit-Verlauf zu erzielen. In diesem Abschnitt wird das aus den Versuchen resultierende Dämpferelement dargestellt. Bei diesem in der Abbildung 21 dargestellten Dämpferelement handelt es sich um einen konischen Aluminiumkern, umgeben von einer Silikonschicht. Zwischen der Silikonschicht und dem Aluminiumkern befindet sich eine Schicht aus einem Elastomer (Tacky Tape<sup>®</sup>).



**Abbildung 21:** Schematische Darstellung von Aufbau des konischen Dämpfers

Die nachfolgende Abbildung 22 zeigt eine Gegenüberstellung der typischen Kraft-Zeit-/ Weg-Zeit-Kurven des oben beschriebenen konischen Dämpfers und einer Silikonscheibe mit einer Dicke von 1 mm.

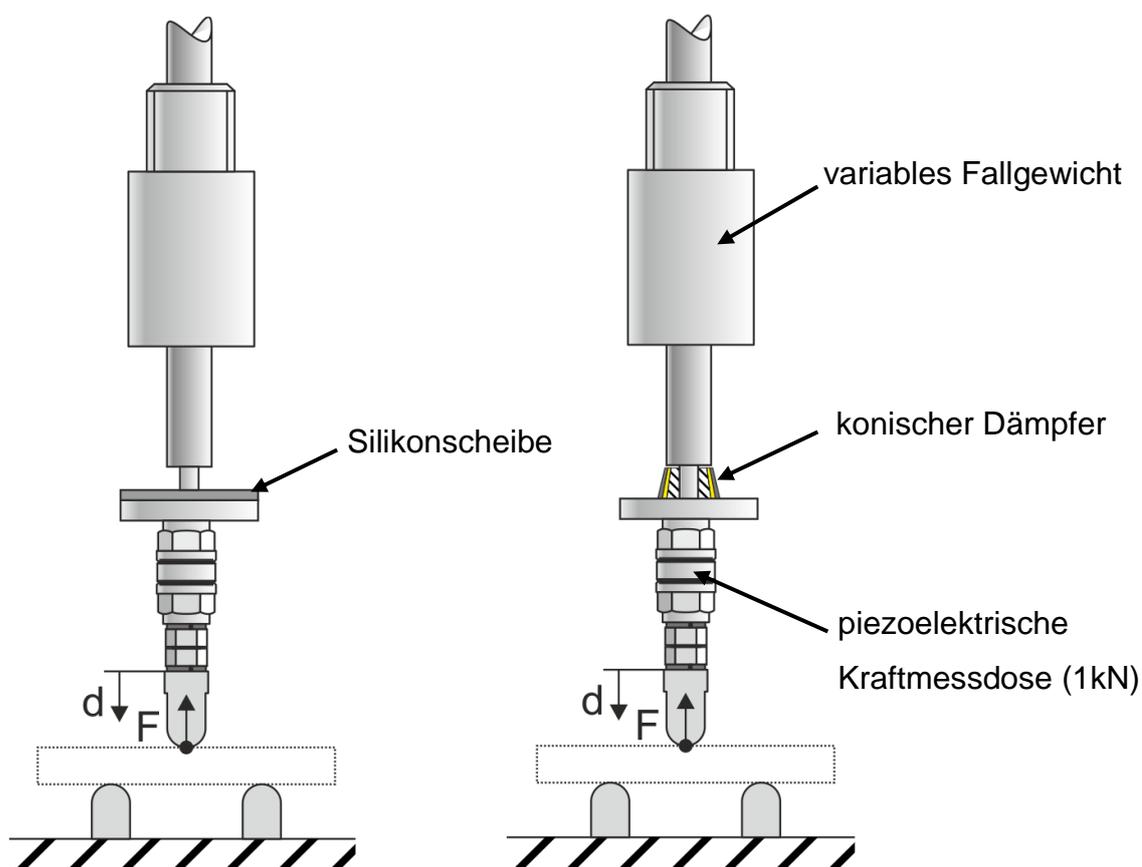


**Abbildung 22:** Kraft-Zeit- und Weg-Zeit-Kurven in Abhängigkeit von den verwendeten Kontaktmaterialien am Aufschlagsort der Fallmasse

Die bei der Verwendung der Silikonscheibe gemessene Kraft-Zeit-Kurve ist in Form und Gestalt ähnlich der Messung ohne eine Silikonscheibe. Der Unterschied in den Kurven liegt in der Höhe des ersten Scheitelwertes in der Kraftmessung. Dieser wird der starken Beschleunigung des Impaktors durch den harten Schlag geordnet. Dem gegenüber steht der Weg-Zeit-Verlauf des Impaktors, welcher eine Parabel beschreibt. Da kein Absetzen des Impaktors von der Probe beobachtet wurde, entspricht die Parabel der Durchbiegung eines 3-Punkt-Biegebalkens. Es gibt keinen proportionalen Zusammenhang zwischen Weg und Kraft, so dass schwer nachvollziehbar ist, ob der gemessene Kraft-Verlauf tatsächlich bei dieser hochdynamischen Prüfung die Probenbelastung wiedergibt. Dem gegenüber steht das Verhalten mit dem Dämpferelement. Als Vergleich zwischen der Silikonscheibe und dem konischen Dämpfer wird die maximal erreichte Probendurchbiegung verwendet. Die beim Einsatz des konischen Dämpfers gemessene Kraft-Zeit-Kurve weist die gesuchte proportionale Beziehung zwischen Kraft-Zeit- und Weg-Zeit-Verlauf auf, wie es in der Abbildung 22 ersichtlich ist. Da in diesem Fall der Impaktor ebenfalls nicht von der Probe absetzt, entsprechen die Kurven der Beziehung, die von einem unter Last durchbiegenden 3-Punkt-Biegebalkens erwartet wird. Der Unterschied hierzu ist, dass hier eine höhere Belastungsgeschwindigkeit erreicht wird, wenn dies mit dem quasistatischen Fall verglichen wird. Aufgrund dieser Analogie und des

daraus resultierenden nachvollziehbaren Kraft-Weg-Verlaufs wurden die Hauptversuche mit dem in der Abbildung 21 dargestellten Dämpfer durchgeführt.

Zur besseren Übersicht ist die Versuchsanordnung bei der Verwendung einer Silikonscheibe sowie eines konischen Dämpfers in der nachfolgenden Abbildung 23 schematisch dargestellt.

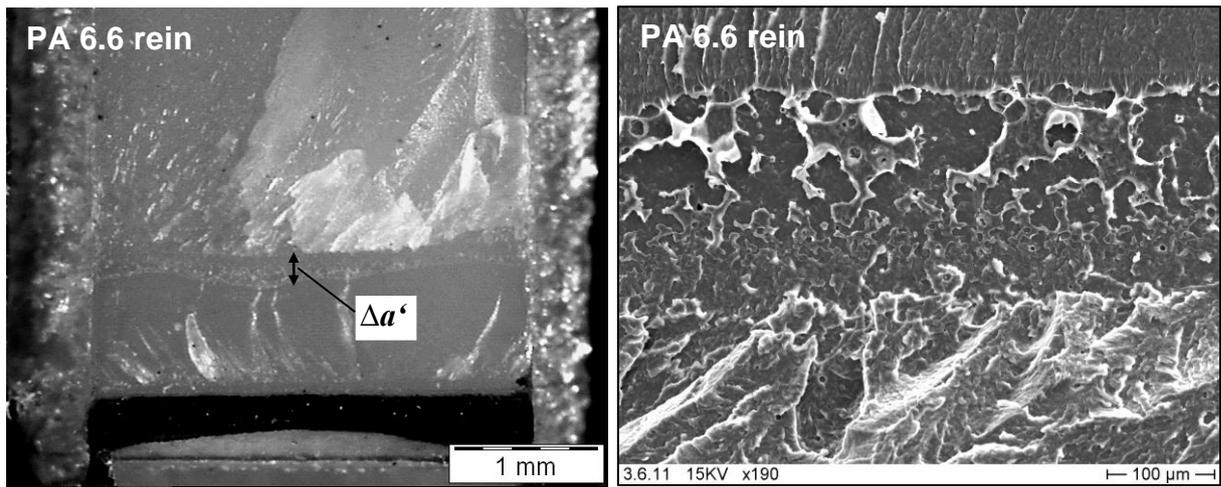


**Abbildung 23:** Schematische Darstellung der Versuchsanordnung

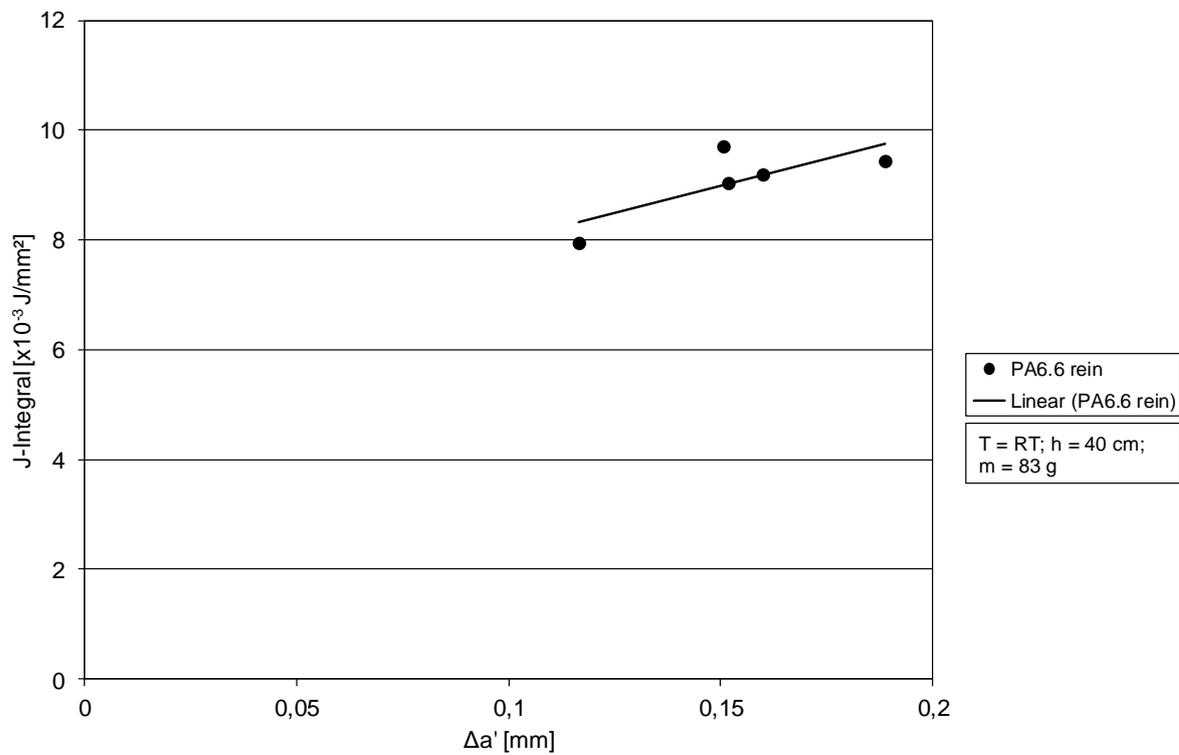
## 6 Ergebnisse und Diskussion

### 6.1 Bruchenergie und deren Risslänge

Die experimentelle Untersuchung zeigte, dass Risswiderstandskurven nicht ermittelbar waren. Gründe hierfür sind die Abweichungen der Länge des scharfen Anrisses. Die Länge des scharfen Anrisses bestimmt letztendlich die Krafthöhe, ab der ein Rissfortschritt bzw. ein Bruch erfolgt. Als weiterer Grund kann die Streuung der prüfvorrichtungsbedingten Belastung genannt werden. Selbst bei einem gleichen Prüfkörper und einer gleichen Fallhöhe kommt es zu geringen Abweichungen in der gemessenen Kraft. Dies ist das Ergebnis aus vielen Einflussfaktoren, welche beim Versuch auftreten. Das Material selbst zeigte nur sehr geringe Rissflächen, welche sich vom scharfen Anriss der Probe und der Sprödbbruchfläche des instabilen Risses unterschieden haben, wie in der Abbildung 24 (rechts) einer REM-Aufnahme zu erkennen. Mit Kombination der Streuung der Anrisslänge und der Kraft lies dieses Material es nicht zu, definierte Risslängen in Abhängigkeit der eingebrachten Energie zu erzeugen. Somit wurden keine Risswiderstandskurven erzeugt, sondern in erster Linie der Spannungsintensitätsfaktor  $K_{IC}$  ermittelt. Zusätzlich wurde das J-Integral zur gemessenen Bruchenergie ermittelt und in Bezug auf die Risslänge  $\Delta a'$  gesetzt. Diese Risslänge stellt nicht die stabile Risslänge  $\Delta a$  dar, welche bei Risswiderstandskurven ermittelt wird. Die Fragestellung bei diesem Vorgehen war, ob die beobachtete Größe der Rissfläche zwischen Anriss und Sprödbbruch in einem Zusammenhang mit der gemessenen Energie und somit der Höhe des J-Integrals steht. Dass dies der Fall ist zeigt die Abbildung 25. In der Theorie wird davon ausgegangen, dass eine stabile Rissfläche zu ihrer Entstehung Energie benötigt. Je größer die Rissfläche geworden ist, desto größer müsste die umgesetzte Energie sein. Das J-Integral bezieht die Energie auf einen geometrieunabhängigen Kennwert. Somit ist der Einfluss des Anrisslänge und Probengeometrie hierbei ausgeblendet. Dass die Abbildung 25 einen Zusammenhang zwischen der Bruchfläche und dem J-Integral zeigt und deutet darauf hin, dass der Versuch und die gemessenen Größen verlässlich sind.



**Abbildung 24:** Lichtmikroskopische Aufnahme der Bruchfläche (links) sowie REM-Aufnahme der Rissfläche (rechts) einer Probe aus dem Polyamid 6.6



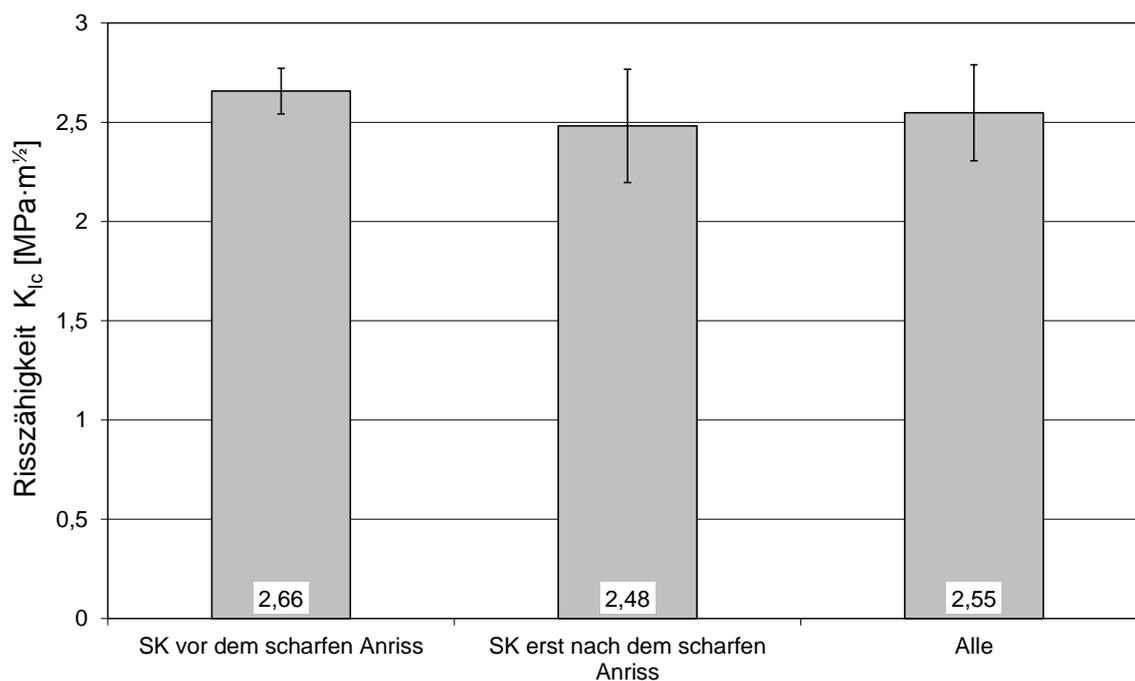
**Abbildung 25:** J-Integral-Werte von Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von  $\Delta a'$

## 6.2 Abschätzung der Anrisserzeugung

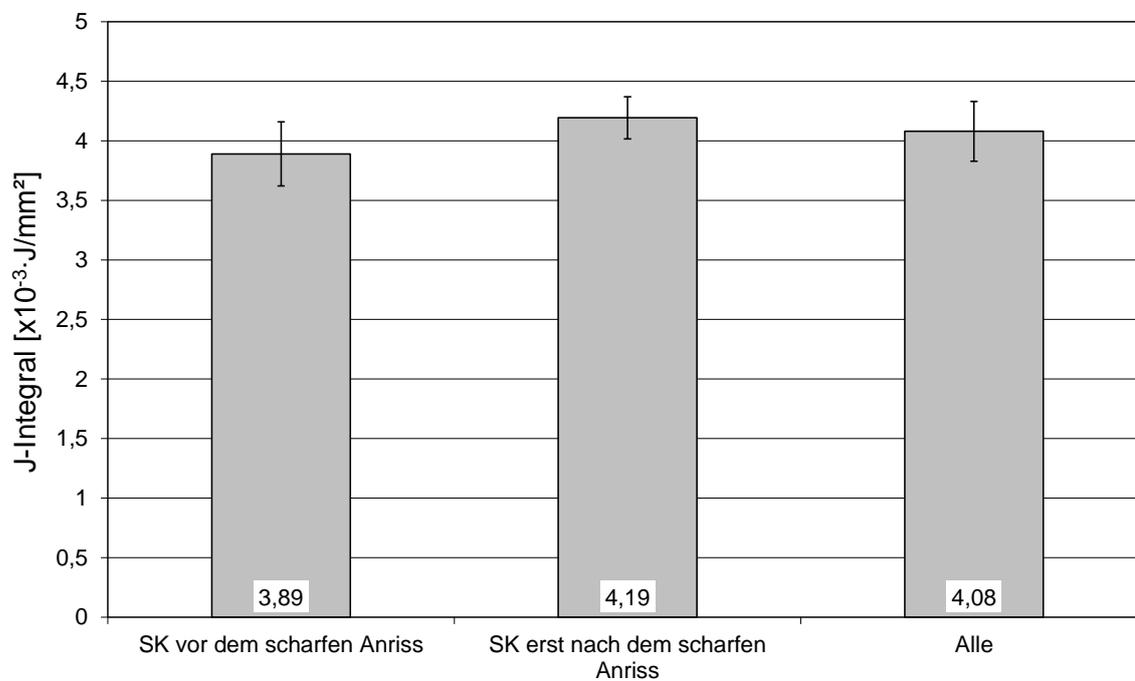
Da im Rahmen eines am Institut für Verbundwerkstoffe ablaufenden Forschungsprojekts die quasi statischen Versuche an seitlich gekerbten CT-Proben durchgeführt wurden, wurden die SENB-Proben für die dynamischen Versuche zwecks besserer Vergleichbarkeit ebenfalls mit den Seitenkerben versehen. Für die Erzeugung des scharfen Anrisses gibt es die Möglichkeit, diesen vor oder nach dem Einbringen der Seitenkerben zu erzeugen. Um den Unterschied abschätzen zu können, damit die weitere Vorgehensweise für die Hauptversuche festgestellt werden konnte, wurden entsprechende Versuche durchgeführt. Die Proben wurden aus dem Polyamid 6.6 im Lieferzustand mit gleichen Abmessungen ( $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ ) wie die eigentlichen Prüfkörper gefertigt. Vor der Versuchsdurchführung erfolgte eine Trocknung der Proben zwei Tagen lang bei  $80^\circ\text{C}$  im Umlufttrockenschrank. Die Versuche wurden mit einer Fallhöhe von 40 cm und einer Fallmasse von 40 g durchgeführt.

Der erste Unterschied zwischen der Anrisserzeugung vor oder nach dem Einbringen der Seitenkerben ist beim Einbringen vom scharfen Anriss zu beobachten. Es ist sehr schwer bis unmöglich den Fortschritt des scharfen Anrisses in den Seitenkerben zu erkennen. Dies führt zu einer sehr hohen Ausschussrate, welche sich erst bei der experimentellen Prüfung bemerkbar macht. Aus diesem Grund konnte bei der Versuchsreihe mit auf dieser Weise hergestellten Proben die erforderliche Mindestanzahl von fünf gültigen Messwerten nicht erfüllt werden. Die Probenanzahl dieser Messreihe betrug hierbei nur 3. Zwar geht aus dem statischen Mittelwert keine deutliche Aussagekraft hervor, jedoch sollte dies für die Entscheidungsfindung reichen.

Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in den Diagrammen der Abbildung 26 und Abbildung 27 dargestellt. Bezogen auf den Spannungsintensitätsfaktor wäre keine eindeutige Auswahl möglich. Dies soll der Mittelwertbildung über allen Proben verdeutlichen. Gäbe schon im Ansatz einen großen Unterschied zwischen beiden Verfahren sollte sich dies über eine größere Standardabweichung über allen Proben darstellen. Die erste Schlussfolgerung aus diesen Versuchen war die Tatsache, dass für die Ergebnisauswertung eine deutliche strengere Auswahl der gültigen Proben in Bezug auf das Bruchflächenbild getroffen wurde. So ist schwer abzuschätzen, ob es sich bei den Unterschieden im J-Integral in der Abbildung 27 um einen tatsächlichen Unterschied handelt. Eine Versuchsreihe mit Proben ohne und mit Seitenkerben, gibt einen eindeutigeren Hinweis darauf, dass mit diesen Versuchen nur die weitere Vorgehensweise abgeschätzt werden konnte.



**Abbildung 26:** Risszähigkeit  $K_{Ic}$  von PA6.6 in Abhängigkeit von der Methode der Probenvorbereitung



**Abbildung 27:** J-Integral-Werte von PA6.6 in Abhängigkeit von der Methode der Probenvorbereitung

### 6.3 Einfluss der Seitenkerben

In dieser Untersuchung an Polyamid 6.6 im Lieferzustand sollte überprüft werden, ob durch die Seitenkerben ein nicht zu vernachlässigender Fehler entsteht. Die Untersuchung erfolgte an den Proben ohne und mit Seitenkerben, die die gleichen Abmessungen ( $80 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ ) wie die eigentlichen Prüfkörper besitzen. Die Prüfkörper unterscheiden sich somit durch die absolute Größe der Bruchfläche. Sind die auf diese Fläche bezogenen Kennwerte geometrieunabhängig, so ist kein Unterschied zwischen beiden zu erwarten. Die Versuche wurden unter identischen Versuchsbedingungen wie die Hauptversuche durchgeführt. Die Proben werden hierbei mit einem Fallgewicht von 83 Gramm bei einer Fallhöhe von 40 cm belastet. In die Versuchsauswertung flossen jeweils 5 Prüfergebnisse ein.

In Bezug auf das mechanische Verhalten der Proben stellt der Spannungsintensitätsfaktor  $K_{Ic}$  den aussagefähigsten Wert dar. Die Abbildung 28 zeigt die Spannungsintensitätsfaktoren  $K_{Ic}$  bei Proben mit und ohne Seitenkerben. Hier zeigt sich kein Unterschied zwischen beiden Probenformen. Hinsichtlich des Spannungsintensitätsfaktors beeinflussen die Seitenkerben nicht das resultierende Ergebnis. Dies deutet darauf hin, dass bei beiden Proben ein materialunabhängiger Kennwert ermittelt wird. Die höheren Kennwerte als in den vorgestellten Versuchen im vorangegangenen Kapitel können durch die unterschiedliche Belastungsenergie bzw. Geschwindigkeit erklärt werden.

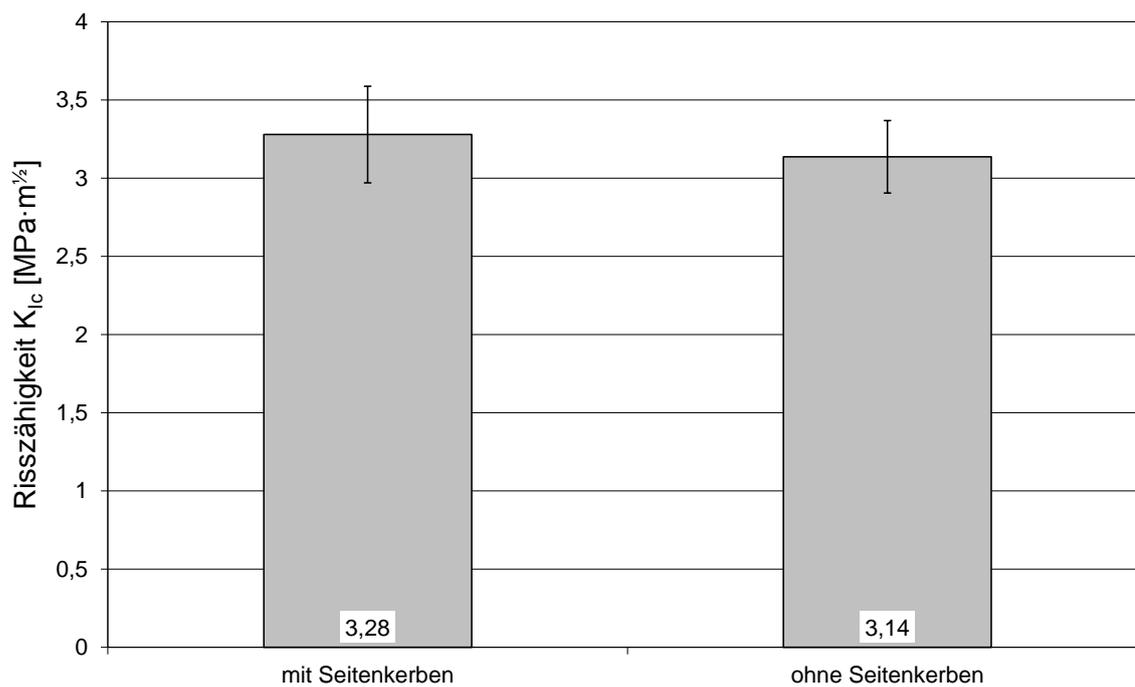


Abbildung 28: Risszähigkeit  $K_{Ic}$  von PA6.6 an SENB-Prüfkörpern mit und ohne Seitenkerben

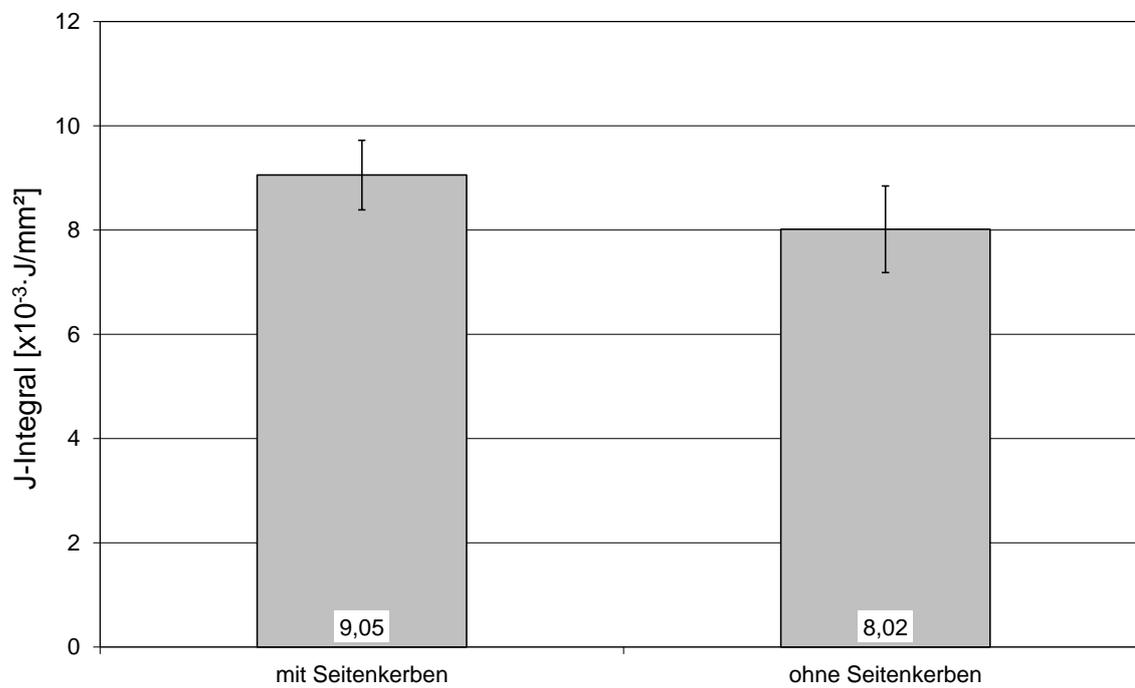
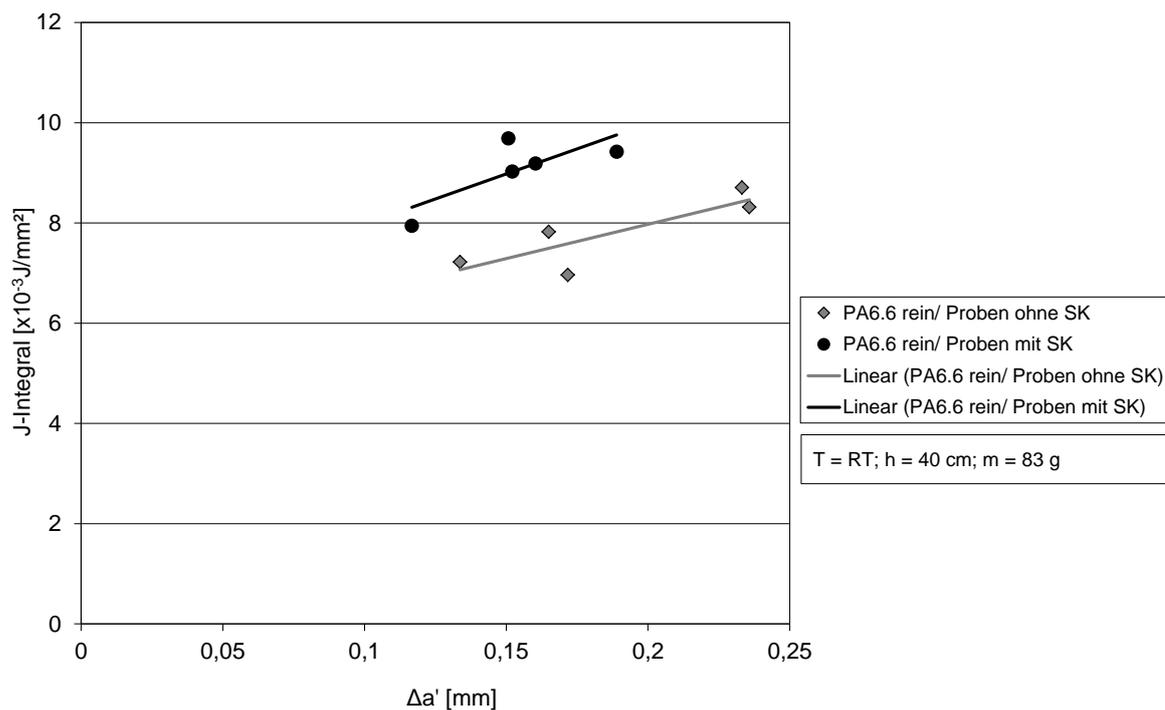


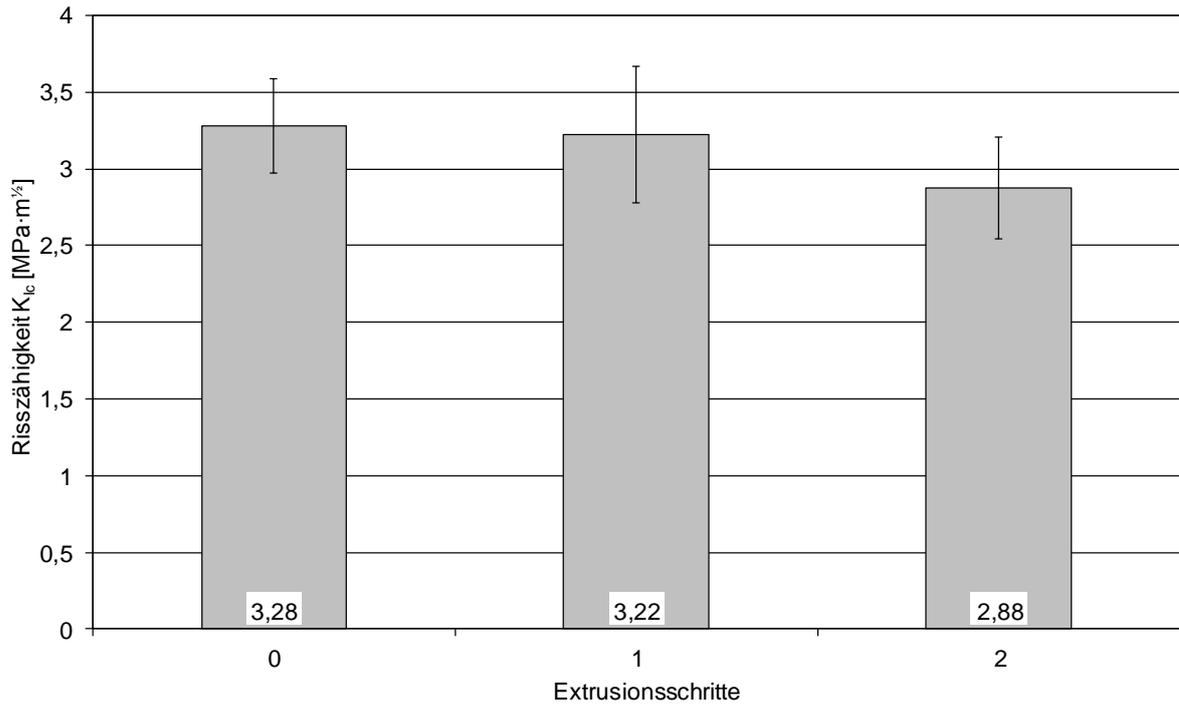
Abbildung 29: J-Integral-Werte von PA6.6 an SENB-Prüfkörpern mit und ohne Seitenkerben



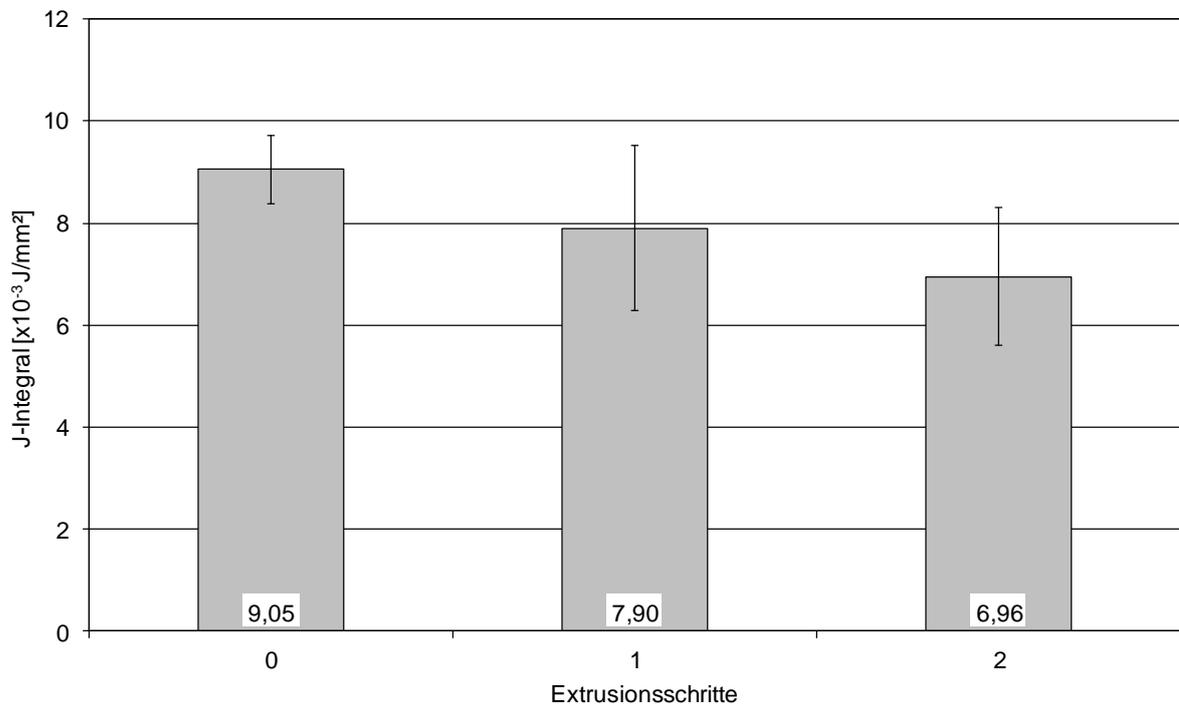
**Abbildung 30:** J-Integral-Werte an Proben mit und ohne Seitenkeren aus Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von  $\Delta a'$

## 6.4 Extrusionseinfluss auf die Risszähigkeit

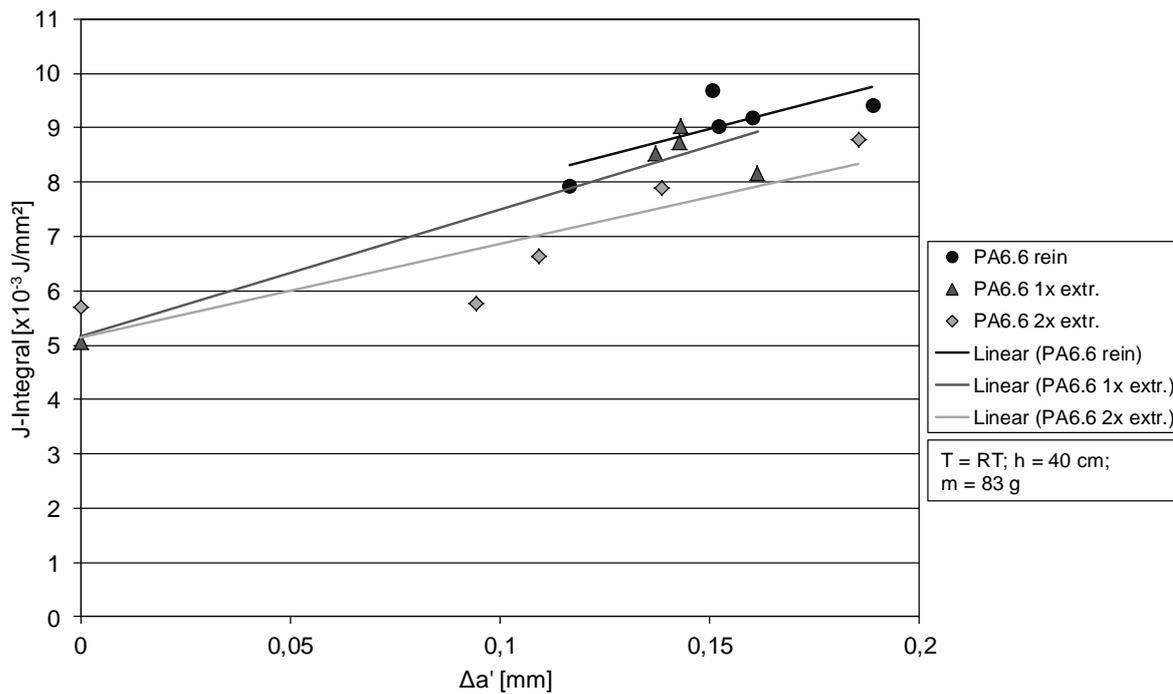
Das verwendete Material wurde am Institut für Verbundwerkstoffe in der Form hergestellt, dass im Handel erhältliches Polyamid 6.6 und Nanopartikel in einem Extruder vermischt, dispergiert und auf den gewünschten Zielfüllgrad verdünnt wurden. Die Molekülketten des Masterbatch haben somit den Extruder drei Mal durchlaufen. Das beim Verdünnen hinzugefügte Polyamid 6.6 im Lieferzustand ein Mal. Der Extruder übt auf das Polyamid 6.6 eine starke thermische und mechanische Beanspruchung aus, sodass das ungefüllte extrudierte Polyamid 6.6 andere mechanische Eigenschaften aufweist als das Polyamid 6.6 im Lieferzustand [1]. Für diese Untersuchung wurde das Polyamid extrudiert. Ein Teil von dieser Charge durchlief im Anschluss erneut den Extruder. In der Abbildung 31 zeigt sich die Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors von der Anzahl der Extrusionen. Durch die Degradation des Materials versprödet das Material, wie es in [1] ausführlicher beschrieben ist. Aufgrund dessen wird das 2-fach extrudierte Polyamid 6.6 als Referenzwert für die mit Nanopartikel gefüllten Systeme verwendet, da die gefüllten Systeme aus einer Kombination aus ein und dreifach extrudierten Material bestehen. Analog zum Spannungsintensitätsfaktor zeigen die ermittelten Kennwerte für das J-Integral das gleiche Ergebnis, dass die Zähigkeit des Materials mit zunehmender Extrusion abnimmt, wie in der Abbildung 32 zu erkennen ist. Dass die Ergebnisse der J-Integralermittlung nachvollziehbar sind, soll die Abbildung 33 zeigen. Hier ist zu erkennen, dass die Messwerte in Zusammenhang mit der beobachteten Bruchfläche stehen. Besonderheit ist, dass bei den extrudierten Systemen Proben aufgetreten sind, wo keine gesonderte Bruchfläche zwischen Anfangsrisse und Sprödbbruchfläche aufgetreten sind. Jedoch wurde von diesen Proben jeweils nur eine für die Auswertung einbezogen, da die anderen Proben den gestellten Qualitätsanforderungen nicht entsprachen.



**Abbildung 31:** Risszähigkeit  $K_{Ic}$  von Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von der Anzahl der Extrusionsschritte



**Abbildung 32:** J-Integral-Werte von Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von der Anzahl der Extrusionsschritte

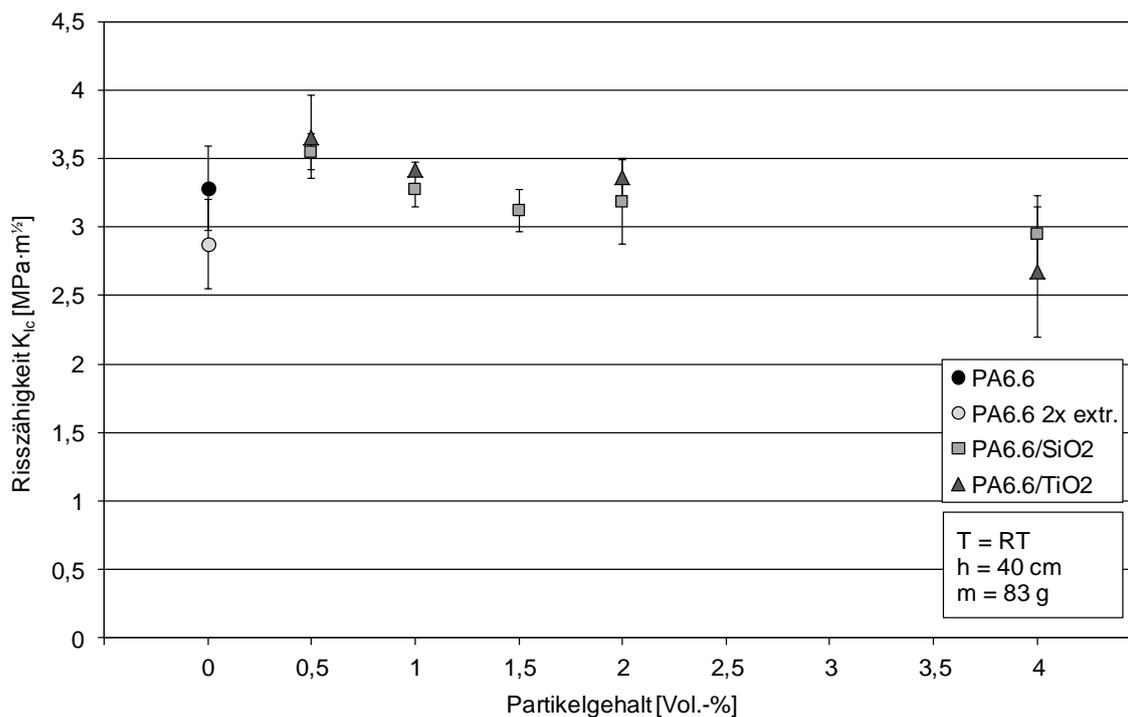


**Abbildung 33:** J-Integral-Werte von Polyamid 6.6 in Abhängigkeit von  $\Delta a'$  und der Anzahl der Extrusionsschritte

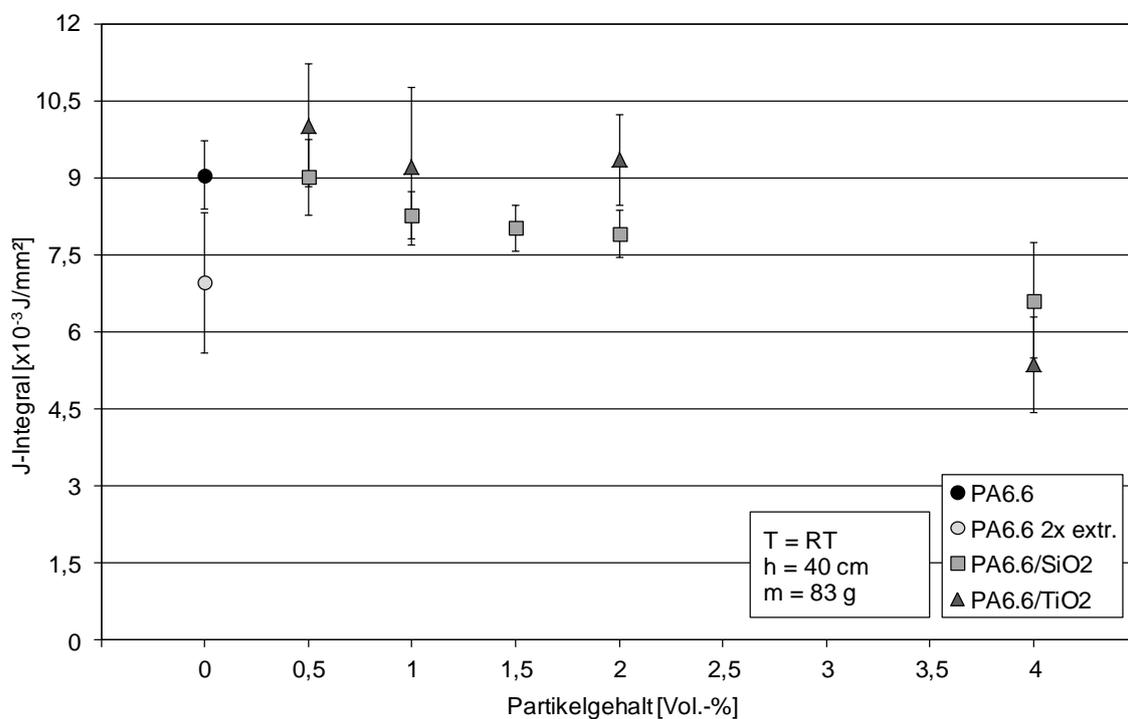
## 6.5 Einfluss von Nanopartikeln auf die Risszähigkeit

In den vorangegangenen Versuchen wurden bisher die verschiedenen Einflüsse von Geometrie und Herstellungshistorie betrachtet. Aus diesen ergab sich, dass der Spannungsintensitätsfaktor der aussagekräftigste Wert ist (Abschnitt 6.3) und die Prüfung selbst nachvollziehbar ist. Die Abbildung 34 zeigt den Einfluss des Füllgrades an Nanopartikeln auf den Spannungsintensitätsfaktor. Diese sagt aus, dass bei dem geringsten Füllgrad von 0,5 Vol.-% Nanopartikeln die höchste Steigerung gegenüber dem Referenzmaterial zu beobachten ist. Mit steigendem Füllgehalt nimmt die Bruchzähigkeit des Materials tendenziell ab. Dies bedeutet, dass der Zusammenhang zwischen Bruchzähigkeitssteigerung und Anzahl der Nanopartikel antiproportional ist. Dies wird beispielsweise in [1] mit der Zunahme an Agglomeraten bei höheren Füllgraden in Zusammenhang gebracht. Im Vergleich zu den Charpy-Versuchen in [1] konnte bezüglich der kurzzeitdynamischen Untersuchung eine größere Genauigkeit bezüglich des Bruchwertes erreicht werden. Gegenüber dem Charpy-Kerbschlagversuch aus [1] sind die erzielten Steigerungen geringer. Dies deutet darauf hin, dass die Nanopartikel den Rissfortschritt weitaus geringer beeinflussen, als es der Kerbschlagversuch deuten lässt.

Dieses Experiment zeigt, dass die Nanopartikel im kurzzeitdynamischen Bereich die Bruchzähigkeit im Vergleich zum Ausgangsmaterial und Referenzmaterial bei geringsten Mengen erhöhen, obwohl das Material nachweislich durch den Extruder negativ beeinflusst wird.



**Abbildung 34:** Risszähigkeit  $K_{Ic}$  von PA6.6/SiO<sub>2</sub> und PA6.6/TiO<sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit des Partikelgehaltes



**Abbildung 35:** J-Integral-Werte von PA6.6/SiO<sub>2</sub> und PA6.6/TiO<sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit des Partikelgehaltes

Wurde zuvor der Einfluss der Nanopartikeln auf die Risszähigkeit über den Spannungsintensitätsfaktor betrachtet, so zeigen die Abbildung 36 und Abbildung 37 die J-Integrale zu den entsprechenden Probenreihen in Abhängigkeit des Rissfortschritts  $\Delta a'$ . Wie im Abschnitt 6.1 erläutert zeigen die Messwerte im Falle der  $\text{SiO}_2$  Partikel eine gute Korrelation zwischen der Höhe des J-Integrals und des Rissfortschritts  $\Delta a'$ . Zu beobachten ist eine Abnahme der Risszähigkeit mit Zunahme des Partikelfüllgehalts. Wie im Falle des Spannungsintensitätsfaktors verhält sich die Beziehung von Füllgehalt und Risswiderstand antiproportional. Mit zunehmendem Partikelgehalt scheint der Werkstoff zu verspröden. Dies ist im Vergleich des Füllgehaltes 0,5 zu 4 Vol.-% gut zu erkennen. Die J-Integralwerte und die Rissfortschritte  $\Delta a'$  fallen bei 4 Vol.-% deutlich geringer aus.

Die Betrachtung der mit  $\text{TiO}_2$  gefüllten Systeme zeigt ein wenig undeutlicheres Bild. Die Streuung scheint bei diesen Nanopartikeln zuzunehmen. Nur die Füllgrade mit 0,5 zu 4 Vol.-% zeigen ein nachvollziehbares und deutliches Verhalten. Dieses unterscheidet sich in seiner Aussage nicht von den vorherigen. Es ist sehr deutlich zu erkennen, dass ein höherer Füllgehalt keine Verbesserung der Risszähigkeit zufolge hat. Für die Füllgrade 1 und 2 Vol.-% ist eine genaue Aussage schwer zu treffen. Trotz einer sorgfältigen Auswahl in Bezug auf den optischen Eindruck der Bruchfläche scheinen hier die Werte keinen Bezug zu den beobachteten Bruchflächen zu haben. Es ist anzumerken, dass die  $\text{TiO}_2$  Partikel die Eigenschaft besitzen den Riss abzulenken. Dies macht sich dadurch deutlich, dass bei diesem Werkstoff die scharfen Anrisse oft von der Ebene abweichen. Werden beispielsweise die Werte des Füllgrades 0,5 Vol.-% zwischen  $\text{TiO}_2$  und  $\text{SiO}_2$  in der Abbildung 35 verglichen, so scheint hier  $\text{TiO}_2$  zu einem risswiderstandsfähigeren Material zu führen. Es ist denkbar, dass diese stärkere Auslenkung des Risses zu einer größeren Streuung führt.

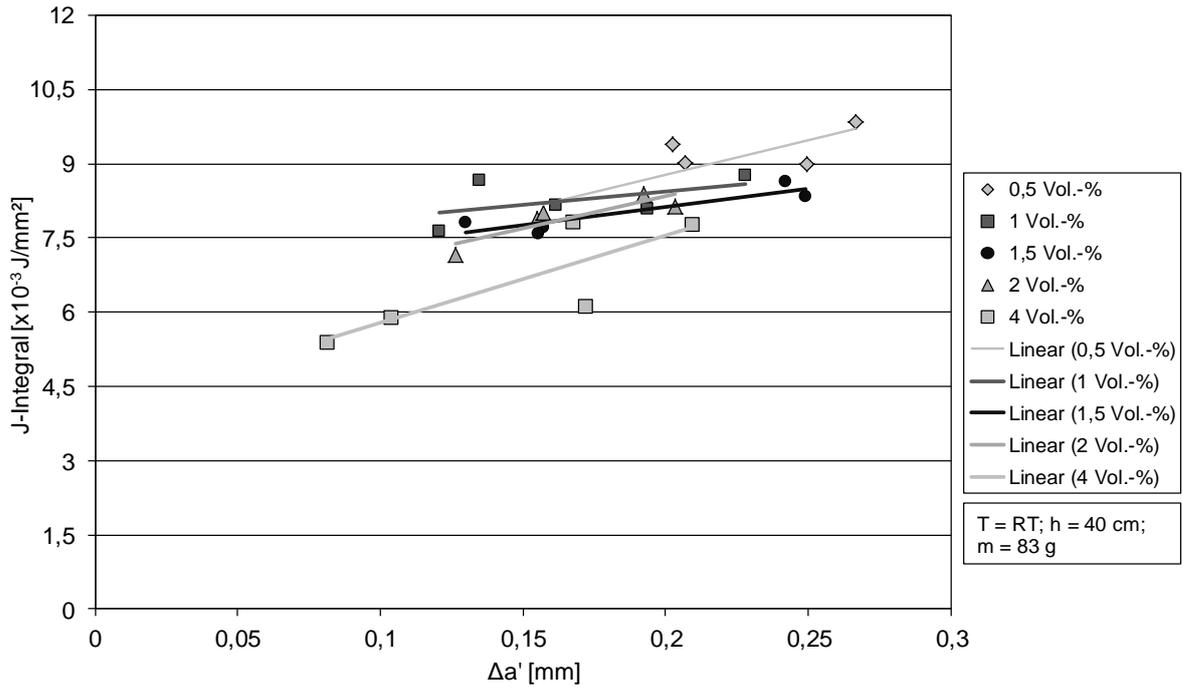


Abbildung 36: J-Integral-Werte von PA6.6/SiO<sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit von Δa' und des Partikelgehaltes

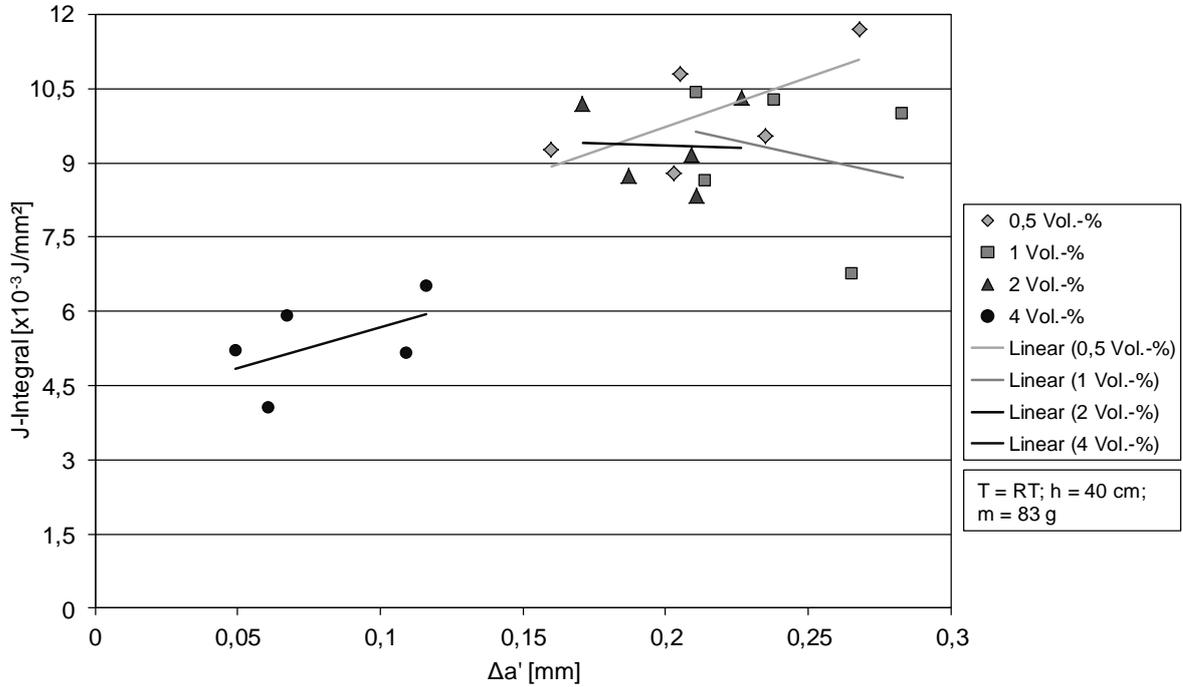
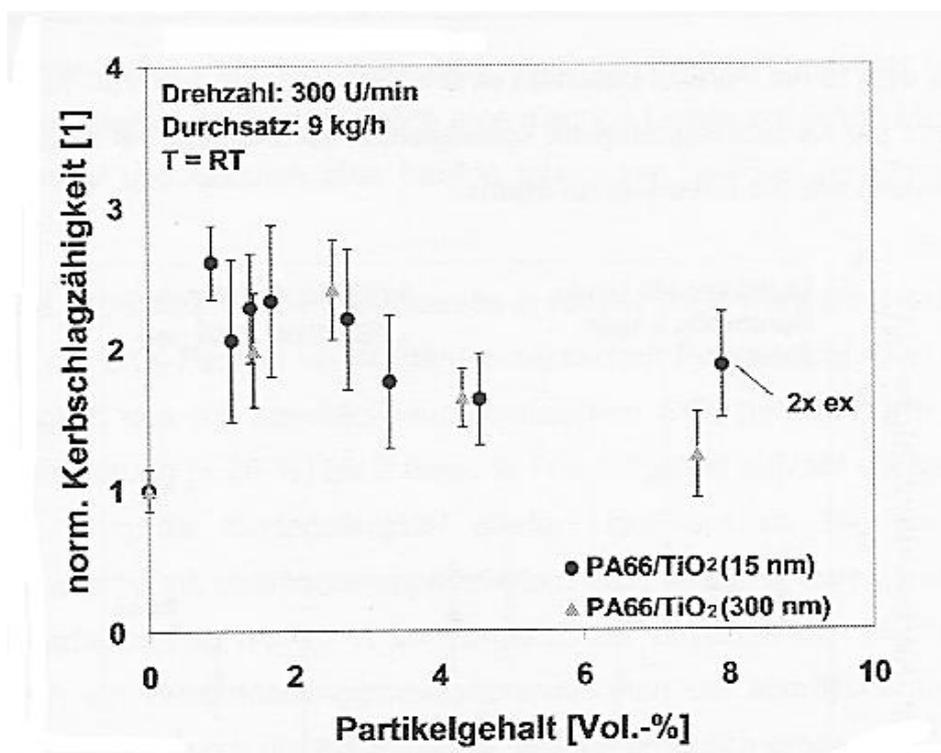


Abbildung 37: J-Integral-Werte von PA6.6/TiO<sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit von Δa' und des Partikelgehaltes

## 7 Zusammenfassung

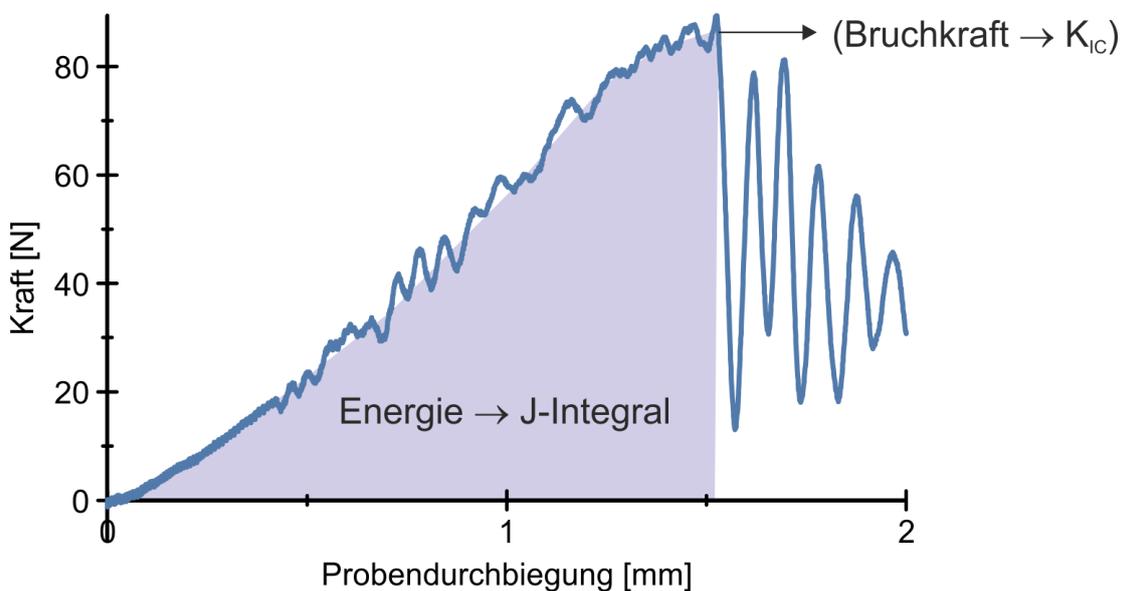
Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde der Einfluss von Nanopartikeln auf die Risszähigkeit von Polyamid 6.6 bei stoßartiger bzw. crashrelevanter Belastung untersucht. Bei den Nanopartikeln handelt es sich zum einen um Titandioxidpartikel (ca. 15 nm) der Firma Sachtleben Chemie GmbH, Duisburg, und zum anderen um Siliciumdioxidpartikel (ca. 20 nm) von Nanoresins AG, Geesthacht. Geprüft wurden gekerbte, mit den Seitenkerben versehene SENB-Proben (Single Edge Notch Bending) in Anlehnung an die Norm ASTM E 1820-08a in einer am Institut für Verbundwerkstoffe zuvor entwickelten Fallapparatur. Das Polyamid 6.6 wurde im Lieferzustand, einfach und zweifach extrudiert, sowie mit den Füllgehalten von 0,5 bis 4 Vol.-%  $\text{TiO}_2$ -Partikeln und von 0,5 bis 6,6 Vol.-%  $\text{SiO}_2$ -Partikeln untersucht.

Die in einem früheren Forschungsprogramm am Institut für Verbundwerkstoffe durchgeführten Untersuchungen mit dem Charpy-Kerbschlagversuch zeigten, wie in Abbildung 38 dargestellt, bei geringen Füllgraden eine deutliche Steigerung der Kerbschlagzähigkeit von mit 15 nm  $\text{TiO}_2$ -Partikeln gefülltem Polyamid 6.6 im Vergleich zur unverstärkten Matrix auf. Mit der Erhöhung des Füllstoffgehalts ist jedoch eine Abnahme der Zähigkeit zu beobachten [1]. Aufgrund dieser Ergebnisse wurde ein ähnlicher Zusammenhang zwischen dem Partikelgehalt und der Risszähigkeit erwartet.



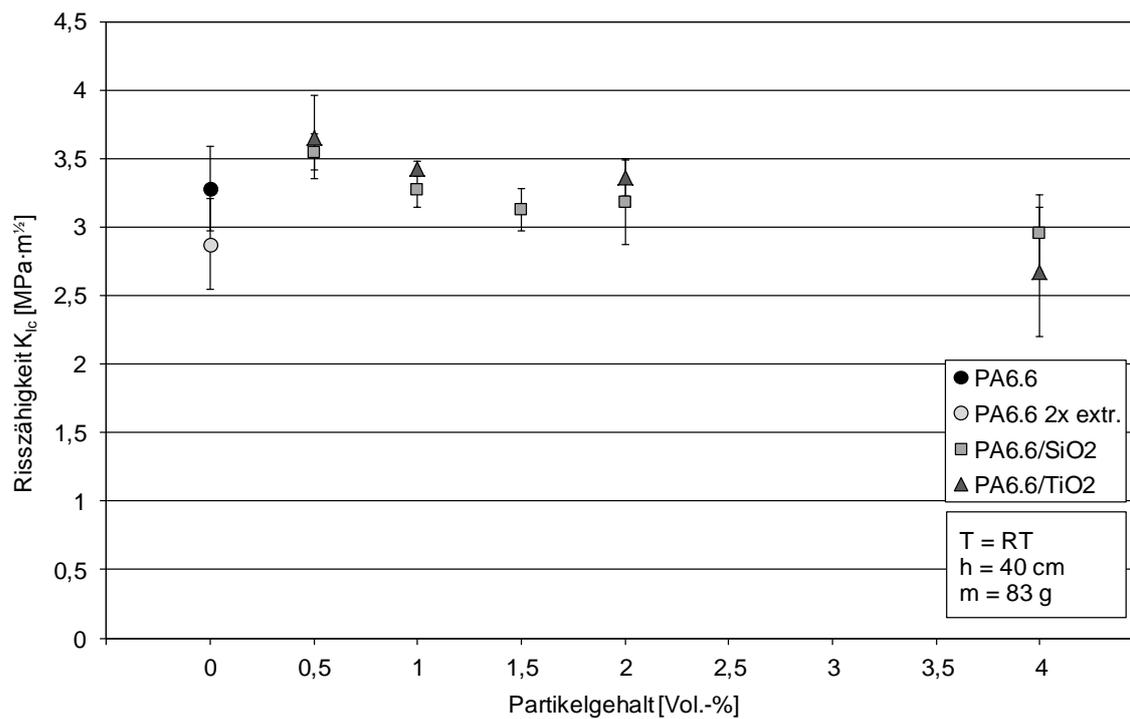
**Abbildung 38:** Normierte Kerbschlagzähigkeit nach Charpy in Bezug auf das unverstärkte Ausgangsmaterial ( $3,03 \text{ kJ/mm}^2$ ) von Polyamid 6.6/ $\text{TiO}_2$ -Nanocompositen in Abhängigkeit von der Partikelgröße und des Partikelgehaltes [1]

Im ersten Teil der Arbeit erfolgte die Einstellung der Versuchsanordnung auf das zu untersuchende Material, da die Versuchsvorrichtung zwecks dieser Arbeit entwickelt und bis zu deren Beginn keine Erfahrungswerte gesammelt wurden. Zielsetzung war dabei, gut nachvollziehbare und reproduzierbare Messergebnisse in Form von Kraft-Weg-Diagramme zu erzielen, um anschließend die bruchmechanischen Kennwerte des jeweiligen Werkstoffes ermitteln zu können (Abbildung 39). Das Ziel wurde durch ein Dämpferelement erreicht, welches einen in der Abbildung 39 dargestellten Kraft-Weg-Verlauf ermöglicht. Aus diesen wurden die bruchmechanischen Kennwerte  $K_{IC}$  und das J-Integral bestimmt.



**Abbildung 39:** Kraft-Weg-Diagramm am Beispiel einer SENB-Probe aus Polyamid 6.6 im Lieferzustand

Die Abbildung 40 zeigt den Einfluss der Nanopartikel auf die Risszähigkeit in Bezug auf den Spannungsintensitätsfaktor  $K_{IC}$ . Die Ergebnisse zeigen eine Übereinstimmung mit den vorangegangenen Untersuchungen des Instituts für Verbundwerkstoffe, jedoch nicht mit einer so deutlichen Zähigkeitssteigerung wie es im Falle des Diagramms der Abbildung 38 zu erkennen wäre. Im Bereich 0,5 bis 1 Vol.-% wurden in [1] die größten Zähigkeitssteigerungen ermittelt, was ebenfalls in den Ergebnissen dieser Arbeit der Fall ist. Zusammenfassend ist zu beschreiben, dass sich bei geringen Füllgehalten mit Nanopartikeln die Zähigkeit von trockenem Polyamid 6.6 steigern lässt.



**Abbildung 40:** Risszähigkeit  $K_{Ic}$  von PA6.6/SiO<sub>2</sub> und PA6.6/TiO<sub>2</sub> Nanoverbundwerkstoffen in Abhängigkeit des Partikelgehaltes

## Literaturverzeichnis

- [1]. **Knör, Nicole Franziska.** *Einfluss der Verarbeitungstechnologie und Werkstoffzusammensetzung auf die Struktur-Eigenschafts-Beziehungen von thermoplastischen Nanoverbundwerkstoffen.* Institut für Verbundwerkstoffe GmbH. Kaiserslautern : s.n., 2010. Diss.
- [2]. **Schwarz, Ludwig.** *Werkstoffkunde.* Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg. Hamburg : s.n., WS 2005/2006. Vorlesungsskript.
- [3]. **Burgard, Roland.** *Kunststoffe und freie Formen.* Wien : Springer Verlag, 2004.
- [4]. **Michaeli, W., Brinkmann, Th. und Lessenich-Henkys, V.** *Kunststoff-Bauteile werkstoffgerecht konstruieren.* München : Hanser Verlag, 1995.
- [5]. **Bargel, H.-J. und Schulze, G.** *Werkstoffkunde.* Berlin : Springer Verlag, 2005.
- [6]. **Wissenschaftlicher Arbeitskreis der Universitätsprofessoren der Kunststofftechnik (WAK).** *Werkstoffkunde.* 2011. Vorlesungsfolien.
- [7]. **Schürmann, Helmut.** *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden.* Berlin : Springer Verlag, 2007.
- [8]. **Hellerich, W., Harsch, G. und Haenle, S.:** *Werkstoff-Führer Kunststoffe: Eigenschaften, Prüfungen, Kennwerte.* München : Hanser Verlag, 2004.
- [9]. **Menges, G., et al.** *Werkstoffkunde Kunststoffe.* München : Hanser Verlag, 2002.
- [10]. **Michaeli, W., et al.** *Technologie der Kunststoffe. Lern- und Arbeitsbuch für die Aus- und Weiterbildung.* München : Hanser Verlag, 2008.
- [11]. **Seidel, Wolfgang.** *Werkstofftechnik: Werkstoffe, Eigenschaften, Prüfung, Anwendung.* München : Hanser Verlag, 2008.
- [12]. **Throne, J. L. und Beine, J.** *Thermoformen. Werkstoffe. Verfahren. Anwendung.* München : Hanser Verlag, 1999.
- [13]. **Mehne, Christian.** *Großformatige Abformung mikrostrukturierter Formeinsätze durch Heißprägen.* Universität Karlsruhe (TH). Karlsruhe : Universität Karlsruhe (TH), 2007. Diss.
- [14]. **Roos, E. und Maile, K.** *Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung.* Berlin : Springer Verlag, 2008.
- [15]. **Domininghaus, Hans.** *Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften.* [Hrsg.] Peter Eyerer, Peter Elsner und Thomas Hirth. Berlin : Springer Verlag, 2005. 6., neu bearbeitete und erweiterte Auflage.
- [16]. **Klose, Nicole.** *Antibakteriell wirksame Additive in nanodisperser Verteilung zur Permanenten Modifizierung von Polyamid 6.* Friedrich-Schiller-Universität Jena. Jena : s.n., 2008. Diss.

- [17]. **Bottenbruch, Ludwig und Binsack, Rudolf, [Hrsg.]**. *Kunststoff-Handbuch: Technische Thermoplaste. Polyamide*. München : Carl Hanser Verlag, 1998.
- [18]. **Kaiser, Wolfgang**. *Kunststoffchemie für Ingenieure. Von der Synthese bis zur Anwendung*. München : Carl Hanser Verlag, 2007. 2. Auflage.
- [19]. **Bolender, Oliver**. *Neue hyperbranched Polykondensate. Synthese und Charakterisierung*. Universität Hamburg. Hamburg : s.n., 1998. Diss.
- [20]. **Bergmann, Wolfgang**. *Werkstofftechnik 1: Grundlagen*. München : Carl Hanser Verlag, 2008. 6., aktualisierte Auflage.
- [21]. **Erler, Jens**. *Reaktive Extrusion und Polymerization Molding von Polyamid Nanocompositen auf Basis organophiler Nanopartikel*. Albert-Ludwigs-Universität Freiburg. Freiburg im Breisgau : s.n., 2005. Diss.
- [22]. **AG, Degussa**. *Nanopartikel auf Basis kovalent verknüpfter polyhedraler oligomere Silasesquioxane*. DE102005041842A1 Deutschland, 22. März 2007.
- [23]. **Koplin, Eva**. *Aufbau und elektrische Charakterisierung zwei- und dreidimensionaler Nanopartikelsysteme*. Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen. Aachen : s.n., 2006. Diss.
- [24]. **Halbach, Tobias Sebastian**. *Katalytische Olefinpolymerisation und in-situ Synthese von Böhmit- und Calciumcarbonat-Nanocompositen*. Albert-Ludwigs-Universität Freiburg. Freiburg im Breisgau : s.n., 2008. Diss.
- [25]. **Thorstenson, E.T., Li, C. und Chou, T.-W.** Nanocomposites in context. *C. Composites Science and Technology*. 2005, Bd. Vol. 65, S. 491-516.
- [26]. **Kim, Gyeong-Man**. *Verstärkungsmechanismen auf Makro-, Mikro- und Nano-Längenskalen in heterogenen Polymerwerkstoffen*. Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg. Halle (Saale) : s.n., 2007. Habilitationsschrift.
- [27]. **Wissert, Rainer**. *Thermoplastische Nanokomposite auf der Basis von Panzerlatex, funktionalisierten Graphenen und Graphitoxid*. Albert-Ludwigs-Universität Freiburg. Freiburg im Breisgau : s.n., 2009. Diss.
- [28]. **Streller, R. C.** Albert-Ludwigs-Universität Freiburg. Freiburg im Breisgau : s.n., 2005. Diplomarbeit.
- [29]. *Nanopartikelverstärkte Kunststoffe*. **Hauptert, Frank, Schlarb, Alois K. und Englert, Markus**. September 2009, Nanotechnologie in Kunststoff. Innovationsmotor für Kunststoffe, ihre Verarbeitung und Anwendung, Bd. 15. HA Hessen Agentur GmbH.
- [30]. **Paschen, H., et al.** *Nanotechnologie: Forschung, Entwicklung, Anwendung*. Berlin : Springer, 2004.
- [31]. **Thommes, Simone**. *Innovative Nanocompounds auf Basis thermoplastischer Matrices für die Anwendung in der Medizintechnik*. Technische Universität Kaiserslautern. Kaiserslautern : s.n., 2006. Diplomarbeit.

- [32]. **Englert, Markus.** *Einfluss mechanischer Dispergiervverfahren auf Struktur und Eigenschaften duroplastischer Nanoverbundwerkstoffe.* Technische Universität Kaiserslautern. Kaiserslautern : s.n., 2009. Diss.
- [33]. **Scheliga, David.** *Zum Bruchverhalten von reinen und nanopartikelverstärkten thermoplastischen Kunststoffen mittels Compact-Tension Prüfkörpern.* Institut für Verbundwerkstoffe GmbH. Kaserlautern : s.n.
- [34]. **Grellmann, Wolfgang und Seidler, Sabine.** *Deformation und bruchverhalten von Kunststoffen.* Berlin : Springer Verlag, 1998.
- [35]. **Kotter, Ines.** *Morphologie-Zähigkeits-Korrelationen von EPR-modifizierten Polypropylenwerkstoffen.* Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg. Halle (Saale) : s.n., 2003.
- [36]. **Hahn, Hans Georg.** *Bruchmechanik.* Stuttgart : B. G. Teubner, 1976.
- [37]. **Rösler, Joachim, Harders, Harald und Bäker, Martin.** *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe.* Wiesbaden : Vieweg+Teubner, 2008.
- [38]. **Blumenauer, Horst.** *Technische Bruchmechanik.* Leipzig : VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1987.
- [39]. **Grellmann, Wolfgang und Seidler, Sabine.** *Kunststoffprüfung.* München : Hanser Verlag, 2005. 2005.
- [40]. **Wetzel, Bernd.** *Mechanische Eigenschaften von Nanoverbundwerkstoffen aus Epoxydharz und keramischen Nanopartikeln.* Institut für Verbundwerkstoffe GmbH. Kaiserslautern : s.n., 2006. Diss.
- [41]. **Dietrich, Hermann und 6 Mitautoren.** *Mechanische Werkstoffprüfung: Grundlagen, Prüfmethode, Anwendungen.* Renningen-Malmsheim : Expert Verlag, 1994.
- [42]. **Seidel, Wolfgang, Hahn, Frank und Thoden, Bernd.** *Werkstofftechnik: Werkstoffe, Eigenschaften, Prüfung, Anwendung.* München : Hanser Verlag, 2008.
- [43]. **Gross, Dietmar und Seelig, Thomas.** *Bruchmechanik mit einer Einführung in die Mikromechanik.* Berlin : Springer Verlag, 2007.
- [44]. **Wiese, Steffen.** *Verformungs und Schädigung von Werkstoffen der Aufbau- und Verbindungstechnik. Das Verhalten im Mikrobereich.* Berlin : Springer Verlag, 2010.
- [45]. **Mikulová, Lenka.** *Bruchmechanische Untersuchungen an Werkstoffen für Dampfkraftwerke mit Frischdampftemperaturen von 500 bis 650°C.* Technische Hochschule Aachen. Jülich : Forschungszentrum Jülich GmbH, 2005. Diss.
- [46]. [www.aschulmann.com](http://www.aschulmann.com). [Online] A. Schulmann GmbH.
- [47]. [www.campusplastics.com](http://www.campusplastics.com). [Online]
- [48]. **Sachtleben Chemie GmbH.** [www.sachtleben.de](http://www.sachtleben.de). [Online]

- [49]. **Nanoresins AG**. [www.nanoresins.ag](http://www.nanoresins.ag). [Online]
- [50]. ASTM E1820-08a, Standard Test Method für Measurement of Fracture Toughness.
- [51]. **Deutscher Verband für Materialprüfung e.V.** Ermittlung von Rissinitiierungswerten und Risswiderstandskurven bei Anwendung des J-Integrals. Berlin : s.n., 1987. DVM 002.
- [52]. **Flick, Achim und Stern, Claudia**. *DSC-Prüfung in der Anwendung*. München : Hanser Verlag, 2006.
- [53]. **Schwarzl, Friedrich Rudolf**. *Polymermechanik. Struktur und mechanisches Verhalten von Polymeren*. Berlin : Springer Verlag, 1990.
- [54]. **Habenicht, Gerd**. *Kleben. Grundlagen, Technologien, Anwendungen*. Berlin : Springer Verlag, 2009.

## Anhang A: Prüfvorrichtungseinstellung

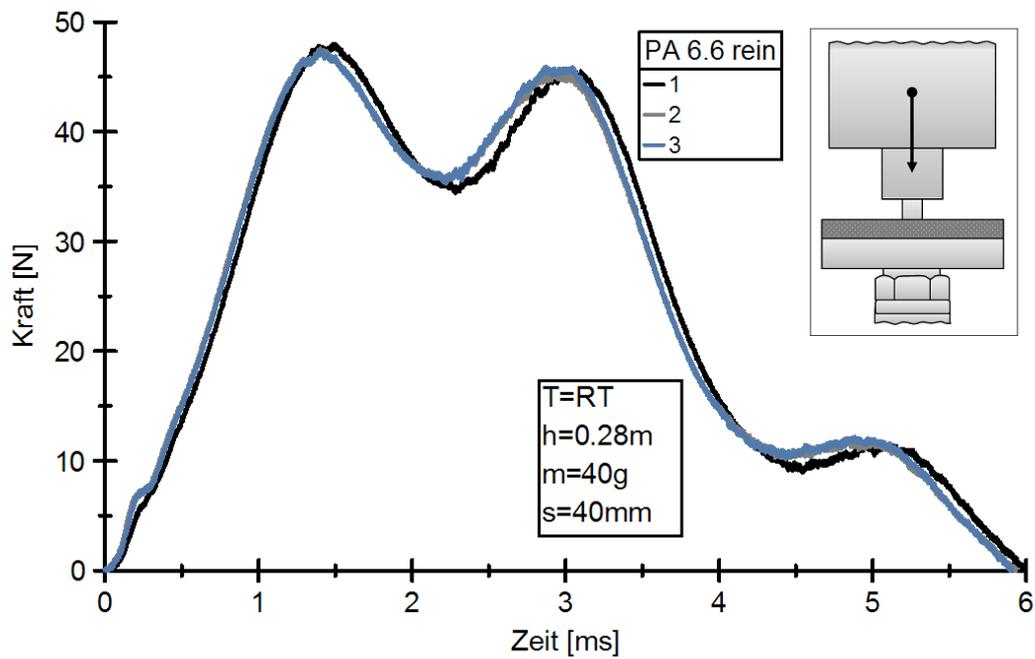


Abbildung A-41: Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Schaumstoffscheibe (Dicke 7mm) als Dämpfer

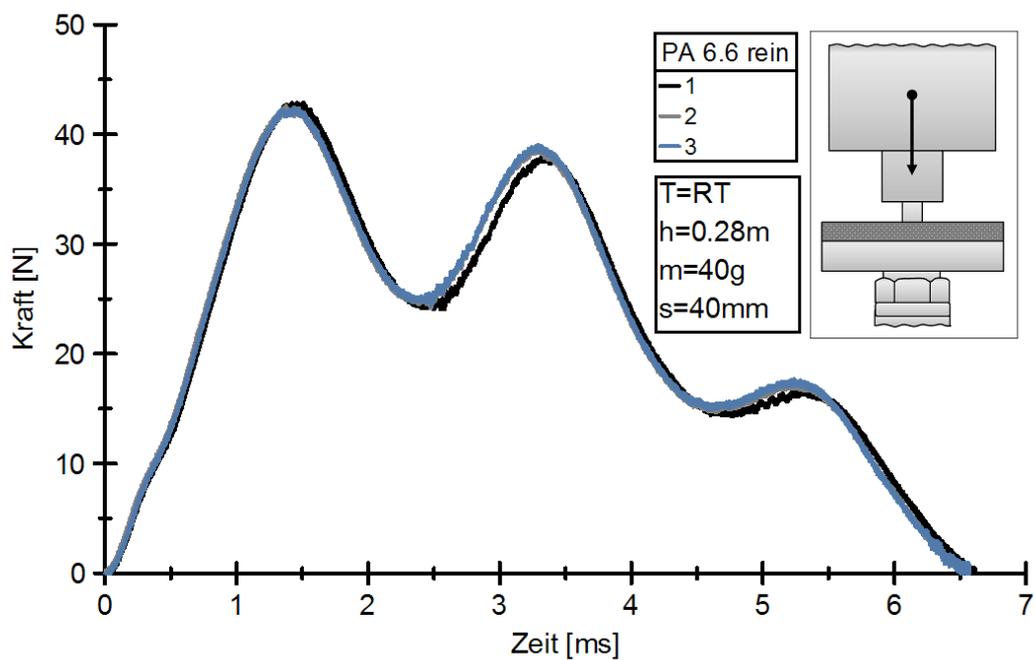


Abbildung A-42: Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Schaumstoffscheibe (Dicke 14mm) als Dämpfer

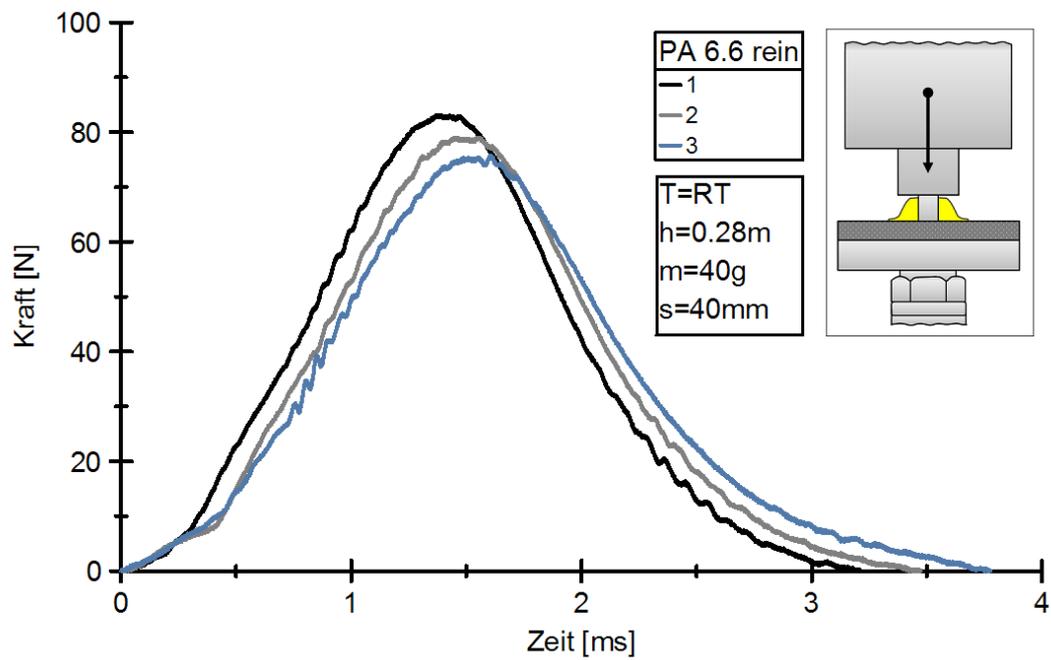


Abbildung A-43: Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Kombination aus einer Schaumstoff-scheibe (Dicke 7mm) und einem Elastomer (Tacky Tape<sup>®</sup>) als Dämpfer

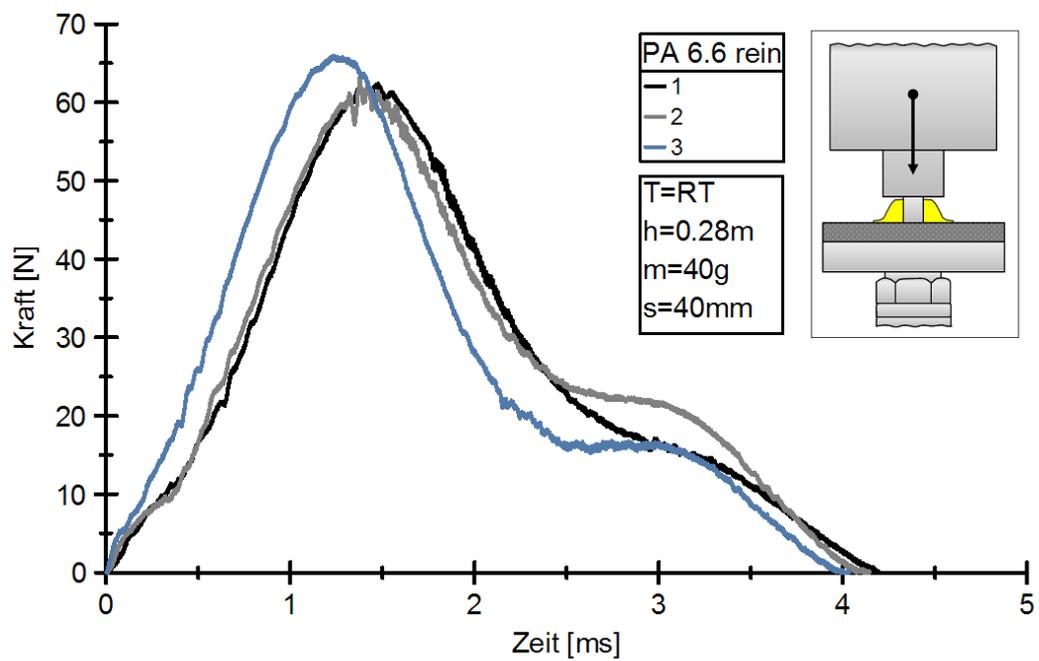
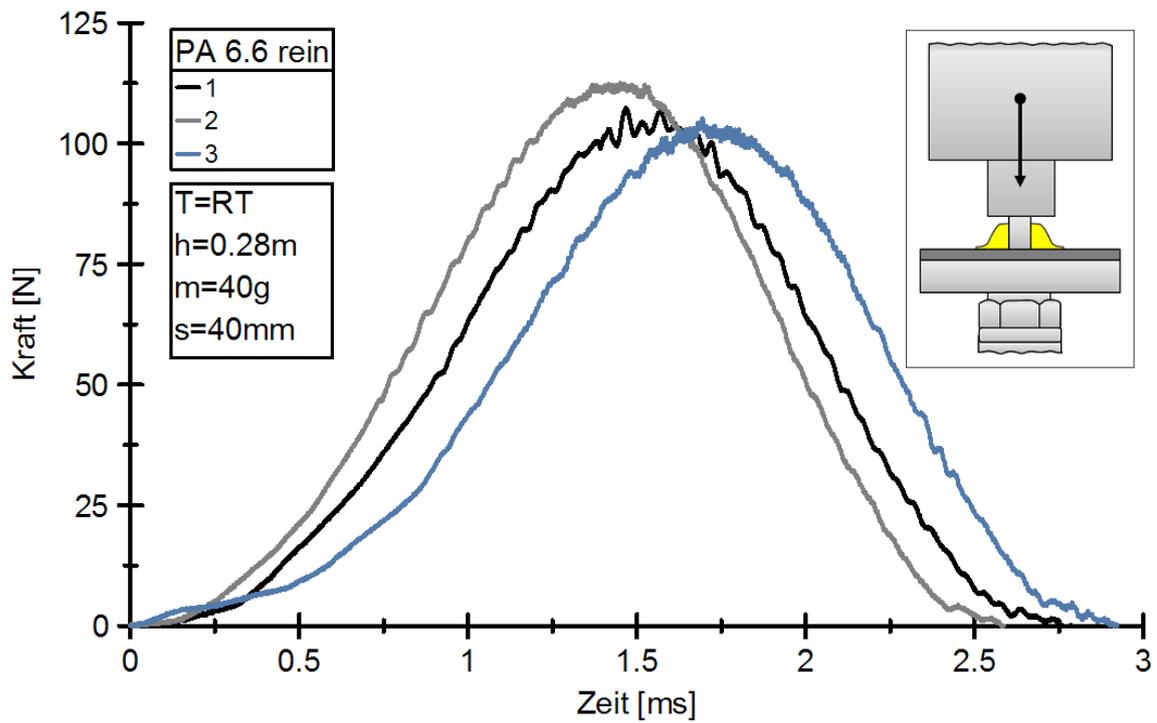
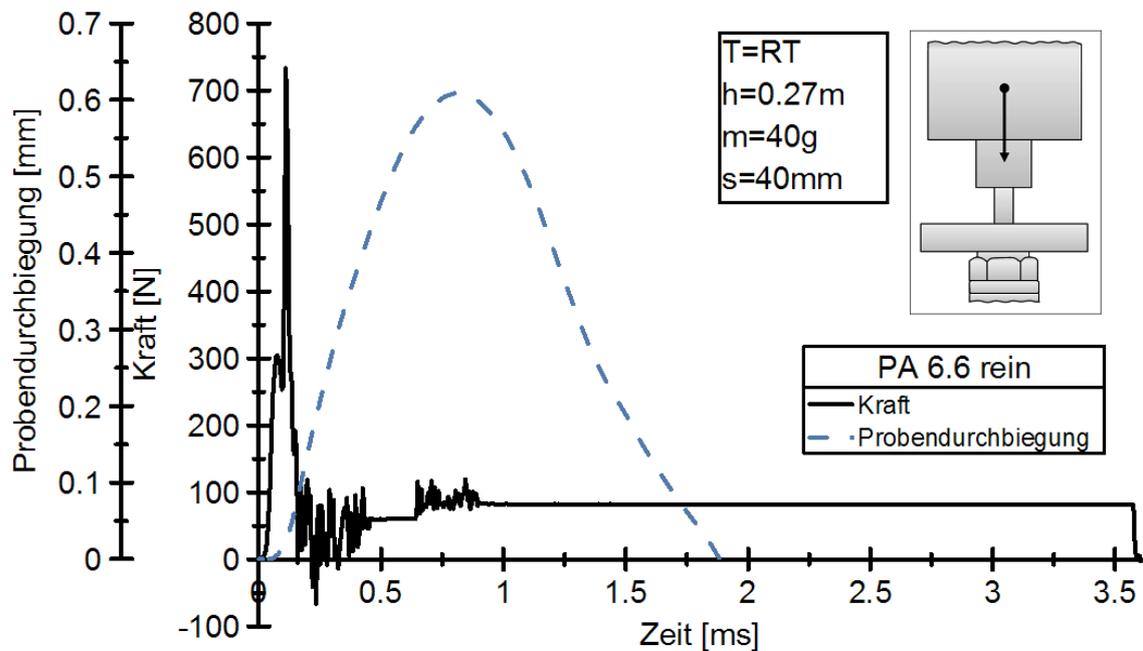


Abbildung A-44: Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Kombination aus einer Schaumstoff-scheibe (Dicke 14mm) und einem Elastomer (Tacky Tape<sup>®</sup>) als Dämpfer

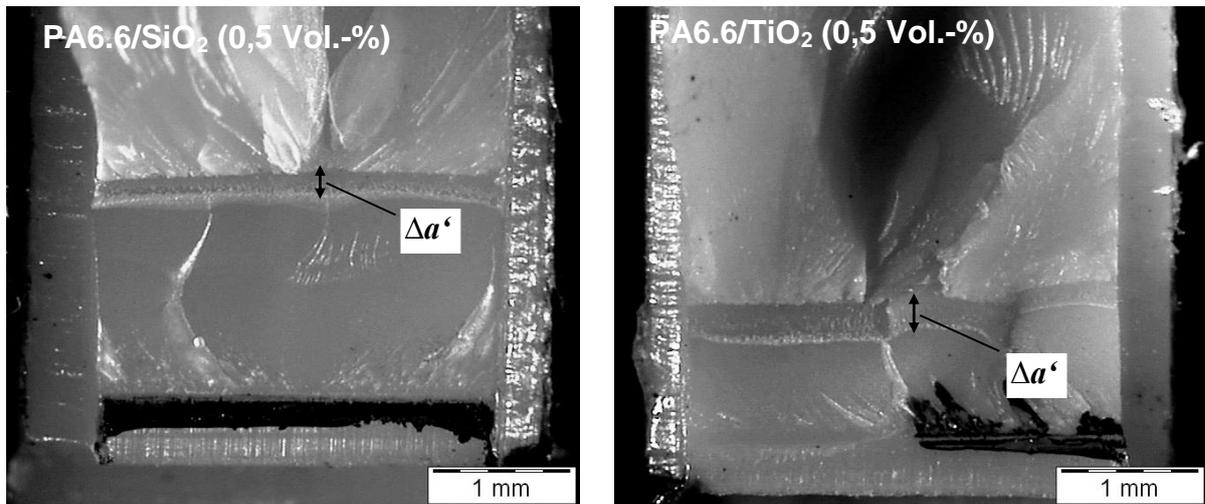


**Abbildung A-45:** Kraft-Zeit-Kurven bei der Verwendung einer Kombination aus einer Silikonscheibe (Dicke 2,15mm) und einem Elastomer (Tacky Tape<sup>®</sup>) als Dämpfer

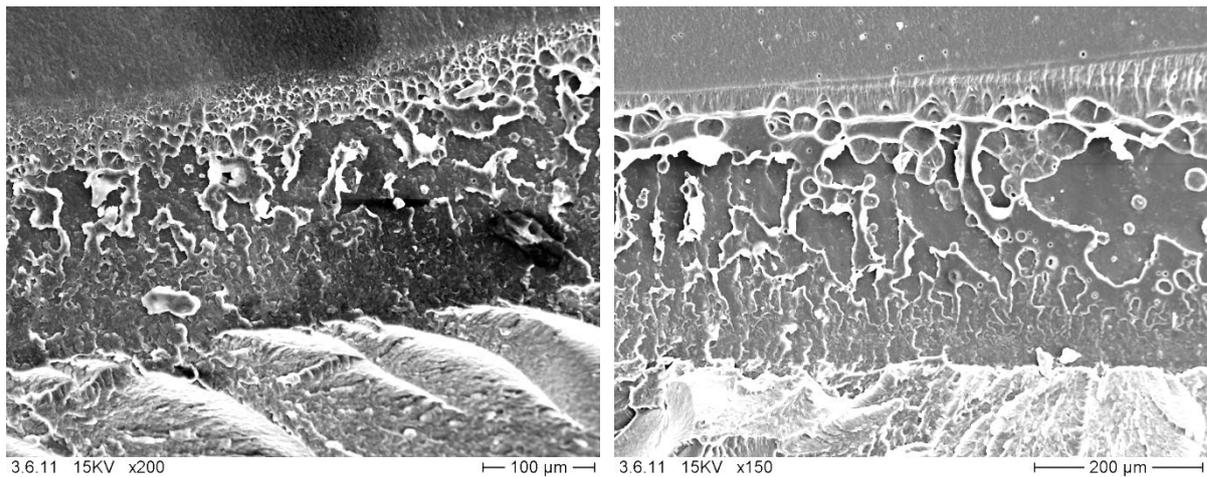


**Abbildung A-46:** Kraft-Zeit- und Weg-Zeit-Kurven ohne Verwendung eines Dämpfers

## Anhang B: Bruchflächenaufnahmen



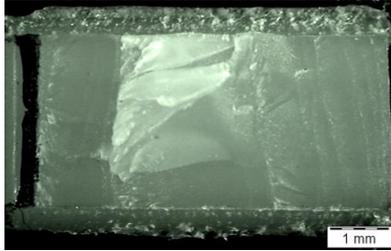
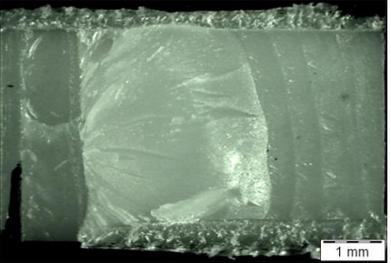
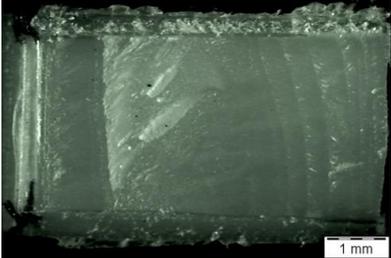
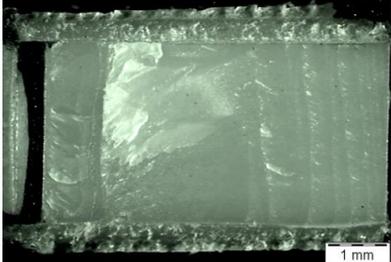
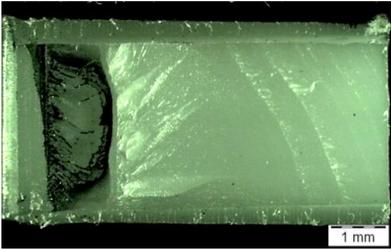
**Abbildung B-47:** Lichtmikroskopische Aufnahmen der Bruchflächen von den Proben aus PA6.6/SiO<sub>2</sub>- und PA6.6/TiO<sub>2</sub>-Nanoverbundwerkstoffen, die jeweils 0,5 Vol.-% Partikelgehalt enthalten



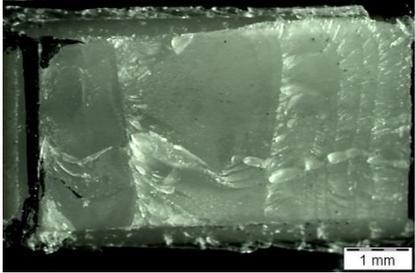
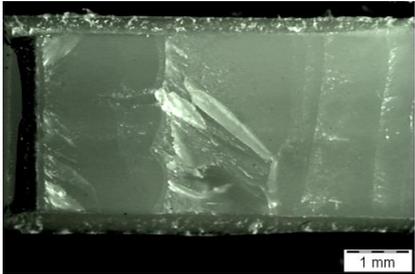
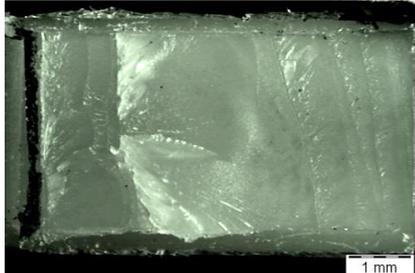
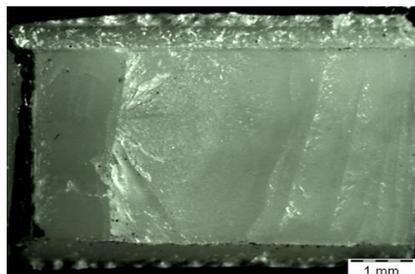
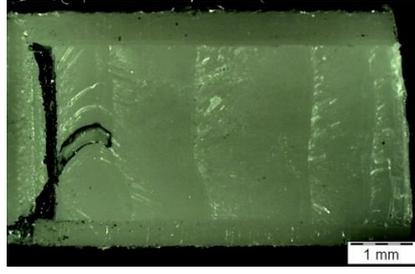
**Abbildung B-48:** REM-Aufnahmen des Bruchflächenbereichs vor dem Sprödbbruch von den Proben aus PA6.6/SiO<sub>2</sub>- und PA6.6/TiO<sub>2</sub>-Nanoverbundwerkstoffen, die jeweils 0,5 Vol.-% Partikelgehalt enthalten

## Anhang C: Versuchsdaten

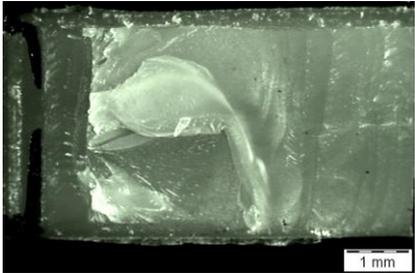
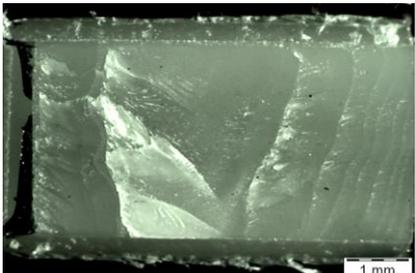
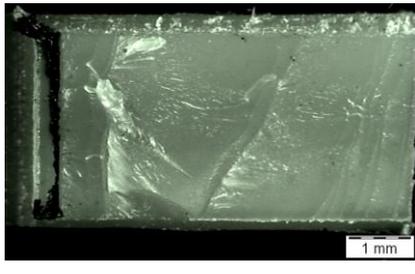
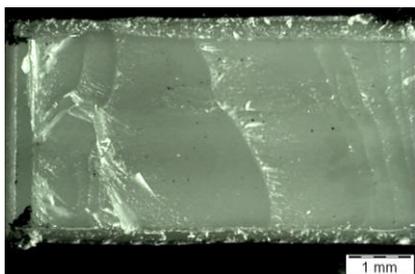
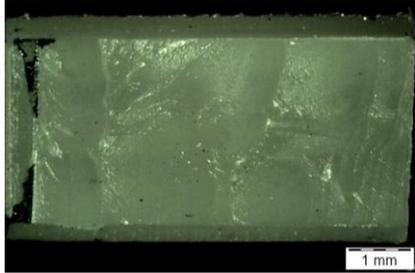
Tabelle C-6: Versuchsdaten zu PA6.6

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	B0-40-03	Abmessungen			
		Breite	10,01	mm	
		Dicke	3,30	mm	
		Risslänge	5,120	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,499	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	9,188	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,160	mm			
2	B0-40-04	Abmessungen			
		Breite	9,88	mm	
		Dicke	3,47	mm	
		Risslänge	4,985	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,459	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	9,687	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,151	mm			
3	B0-40-05	Abmessungen			
		Breite	10,02	mm	
		Dicke	3,28	mm	
		Risslänge	5,285	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,432	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	9,027	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,152	mm			
4	B0-40-06	Abmessungen			
		Breite	9,96	mm	
		Dicke	3,35	mm	
		Risslänge	5,000	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,252	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	9,423	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,189	mm			
5	B0-40-12	Abmessungen			
		Breite	9,82	mm	
		Dicke	3,24	mm	
		Risslänge	4,661	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	2,753	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	7,944	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,117	mm			

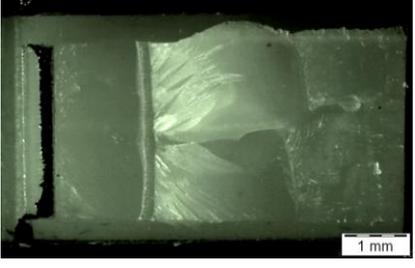
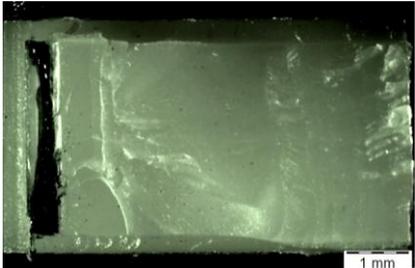
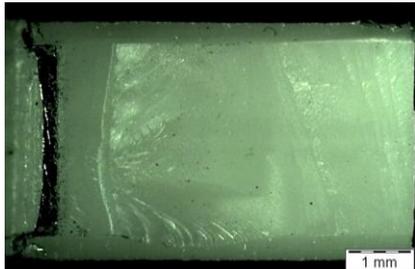
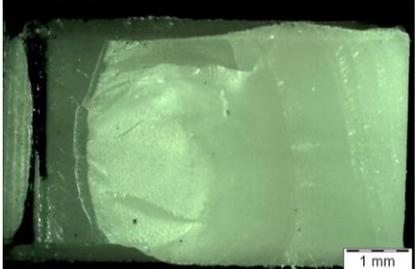
**Tabelle C-7:** Versuchsdaten zu PA6.6 einfach extrudiert

Nr.	Probenname	Probendaten			Bruchfläche
1	B1-40-02	Abmessungen			
		Breite	9,79	mm	
		Dicke	3,38	mm	
		Risslänge	5,012	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,051	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	8,733	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,143	mm			
2	B1-40-06	Abmessungen			
		Breite	9,96	mm	
		Dicke	3,37	mm	
		Risslänge	5,358	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,541	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	8,520	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,137	mm			
3	B1-40-07	Abmessungen			
		Breite	9,83	mm	
		Dicke	3,31	mm	
		Risslänge	5,048	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,441	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	9,032	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,143	mm			
4	B1-40-08	Abmessungen			
		Breite	9,93	mm	
		Dicke	3,28	mm	
		Risslänge	5,024	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,564	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	8,156	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,162	mm			
5	B1-40-15	Abmessungen			
		Breite	9,94	mm	
		Dicke	3,01	mm	
		Risslänge	5,102	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	2,515	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	5,061	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,000	mm			

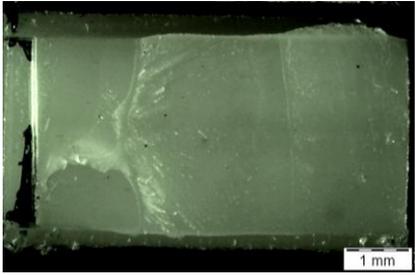
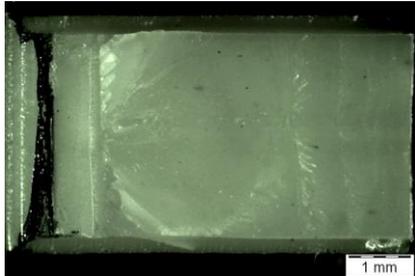
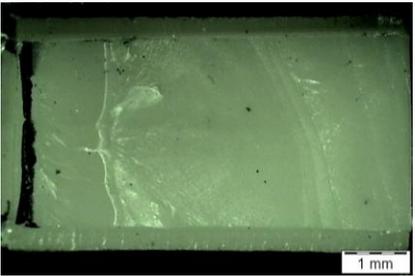
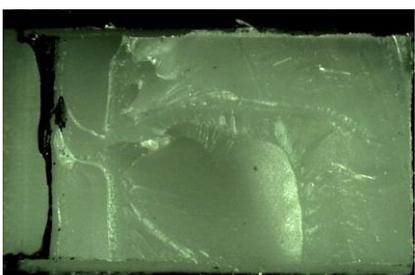
**Tabelle C-8:** Versuchsdaten zu PA6.6 zweifach extrudiert

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	B2-40-01	Abmessungen			
		Breite	10,04	mm	
		Dicke	3,21	mm	
		Risslänge	4,638	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,184	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	8,791	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,186	mm			
2	B2-40-04	Abmessungen			
		Breite	9,88	mm	
		Dicke	3,29	mm	
		Risslänge	4,925	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	3,230	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	7,901	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,139	mm			
3	B2-40-07	Abmessungen			
		Breite	10,03	mm	
		Dicke	3,32	mm	
		Risslänge	4,824	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	2,833	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	6,627	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,109	mm			
4	B2-40-08	Abmessungen			
		Breite	9,99	mm	
		Dicke	3,41	mm	
		Risslänge	4,602	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	2,469	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	5,704	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,000	mm			
5	B2-40-09	Abmessungen			
		Breite	9,94	mm	
		Dicke	3,24	mm	
		Risslänge	4,768	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		$K_{Ic}$	2,662	$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
		J	5,760	$\times 10^{-3} \text{ J/mm}^2$	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
$\Delta a'$	0,094	mm			

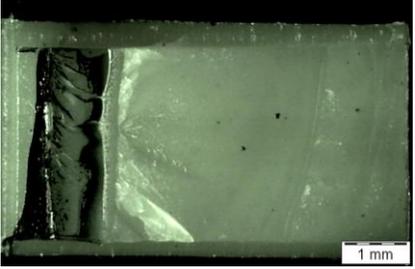
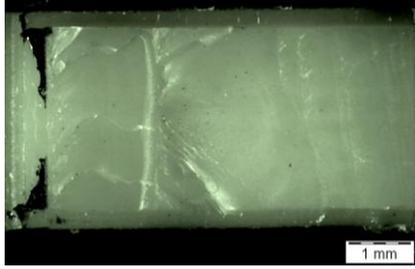
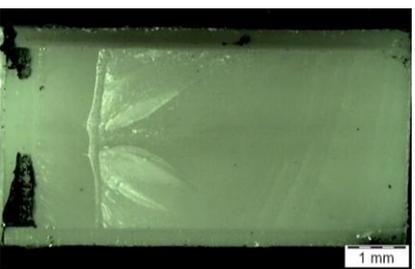
**Tabelle C-9:** Versuchsdaten zu PA6.6/SiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 0,5 Vol.-%

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	XP05-40-01	Abmessungen			
		Breite	9,90	mm	
		Dicke	3,36	mm	
		Risslänge	5,426	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,676	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	9,839	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,267	mm			
2	XP05-40-07	Abmessungen			
		Breite	9,91	mm	
		Dicke	3,25	mm	
		Risslänge	5,294	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,695	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,979	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,250	mm			
3	XP05-40-08	Abmessungen			
		Breite	9,91	mm	
		Dicke	3,29	mm	
		Risslänge	4,897	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,469	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	9,379	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,203	mm			
4	XP05-40-09	Abmessungen			
		Breite	9,73	mm	
		Dicke	3,22	mm	
		Risslänge	4,856	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,414	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,850	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,157	mm			
5	XP05-40-10	Abmessungen			
		Breite	9,67	mm	
		Dicke	3,34	mm	
		Risslänge	4,742	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,483	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	9,016	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,207	mm			

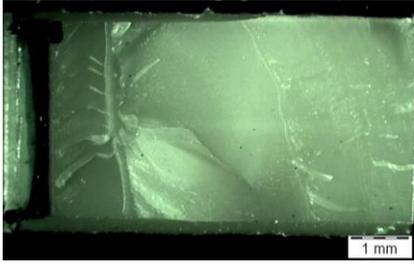
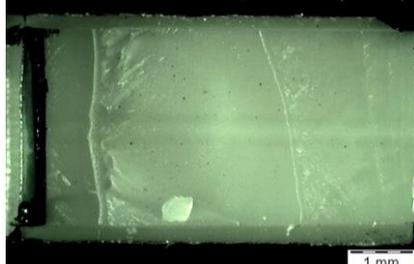
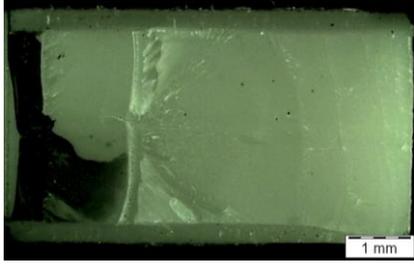
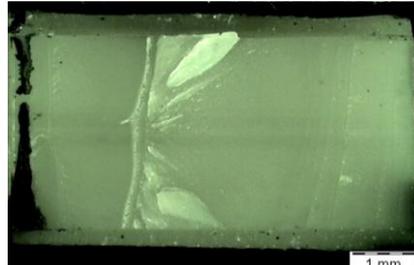
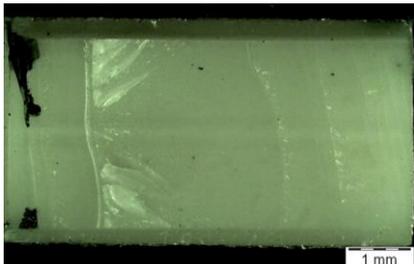
**Tabelle C-10:** Versuchsdaten zu PA6.6/SiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 1 Vol.-%

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	XP10-40-02	Abmessungen			
		Breite	9,84	mm	
		Dicke	3,44	mm	
		Risslänge	5,022	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,212	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,642	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,121	mm			
2	XP10-40-04	Abmessungen			
		Breite	9,94	mm	
		Dicke	3,45	mm	
		Risslänge	4,668	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,236	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,074	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,194	mm			
3	XP10-40-07	Abmessungen			
		Breite	10,20	mm	
		Dicke	3,35	mm	
		Risslänge	5,265	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,419	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,666	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,135	mm			
4	XP10-40-09	Abmessungen			
		Breite	10,01	mm	
		Dicke	3,66	mm	
		Risslänge	5,300	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,388	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,768	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,228	mm			
5	XP10-40-10	Abmessungen			
		Breite	9,93	mm	
		Dicke	3,64	mm	
		Risslänge	5,333	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,108	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,151	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,162	mm			

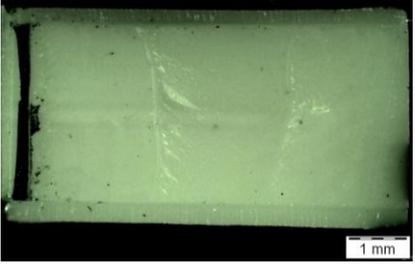
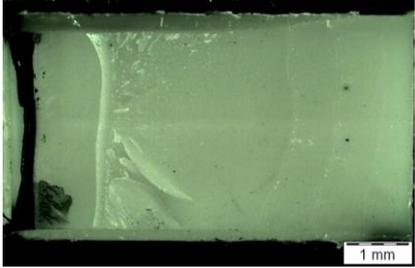
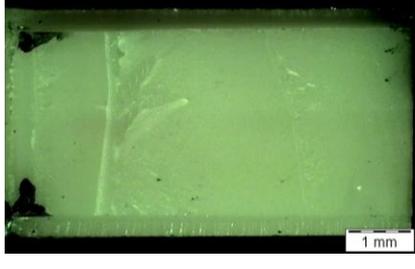
**Tabelle C-11:** Versuchsdaten zu PA6.6/SiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 15 Vol.-%

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	XP15-40-01	Abmessungen			
		Breite	10,02	mm	
		Dicke	3,29	mm	
		Risslänge	5,066	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,168	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,339	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,249	mm			
2	XP15-40-03	Abmessungen			
		Breite	9,96	mm	
		Dicke	3,27	mm	
		Risslänge	5,240	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,303	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,641	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,242	mm			
3	XP15-40-07	Abmessungen			
		Breite	10,09	mm	
		Dicke	3,54	mm	
		Risslänge	5,124	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,048	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,819	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,130	mm			
4	XP15-40-11	Abmessungen			
		Breite	10,10	mm	
		Dicke	3,48	mm	
		Risslänge	4,667	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,899	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,718	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,157	mm			
5	XP15-40-15	Abmessungen			
		Breite	10,22	mm	
		Dicke	3,28	mm	
		Risslänge	4,759	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,194	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,580	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,155	mm			

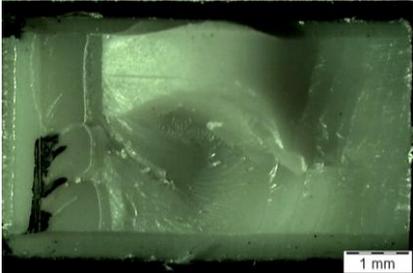
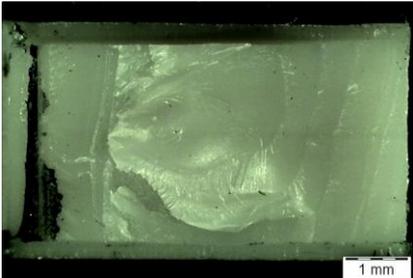
**Tabelle C-12:** Versuchsdaten zu PA6.6/SiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 2 Vol.-%

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	XP20-40-05	Abmessungen			
		Breite	10,02	mm	
		Dicke	3,59	mm	
		Risslänge	4,851	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,905	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,883	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,155	mm			
2	XP20-40-06	Abmessungen			
		Breite	10,03	mm	
		Dicke	3,38	mm	
		Risslänge	4,858	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,159	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,005	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,157	mm			
3	XP20-40-09	Abmessungen			
		Breite	9,82	mm	
		Dicke	3,30	mm	
		Risslänge	5,311	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,485	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,386	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,192	mm			
4	XP20-40-13	Abmessungen			
		Breite	9,99	mm	
		Dicke	3,34	mm	
		Risslänge	5,457	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,499	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,136	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,203	mm			
5	XP20-40-16	Abmessungen			
		Breite	10,15	mm	
		Dicke	3,31	mm	
		Risslänge	4,661	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,851	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,159	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,127	mm			

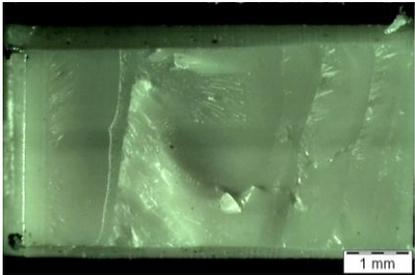
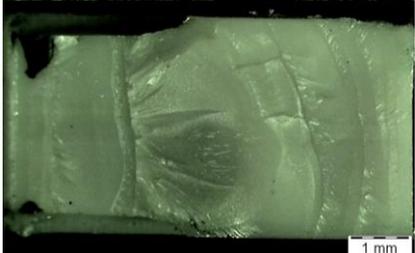
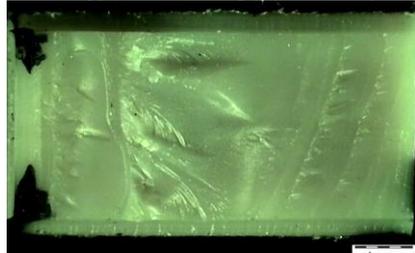
**Tabelle C-13:** Versuchsdaten zu PA6.6/SiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 4 Vol.-%

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	XP40-40-01	Abmessungen			
		Breite	10,06	mm	
		Dicke	3,34	mm	
		Risslänge	5,358	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,147	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	6,123	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,172	mm			
2	XP40-40-05	Abmessungen			
		Breite	9,83	mm	
		Dicke	3,22	mm	
		Risslänge	5,451	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,565	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	5,901	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,103	mm			
3	XP40-40-10	Abmessungen			
		Breite	10,01	mm	
		Dicke	3,54	mm	
		Risslänge	5,293	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,752	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	5,414	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,081	mm			
4	XP40-40-15	Abmessungen			
		Breite	10,03	mm	
		Dicke	3,44	mm	
		Risslänge	4,687	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,052	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,781	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,209	mm			
5	XP40-40-23	Abmessungen			
		Breite	10,01	mm	
		Dicke	3,23	mm	
		Risslänge	5,028	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,235	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	7,846	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,167	mm			

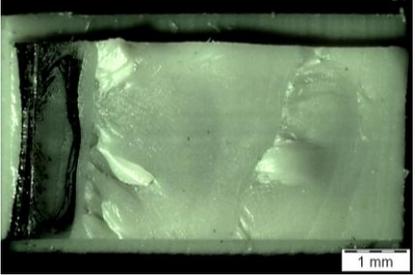
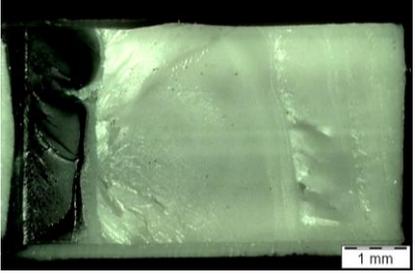
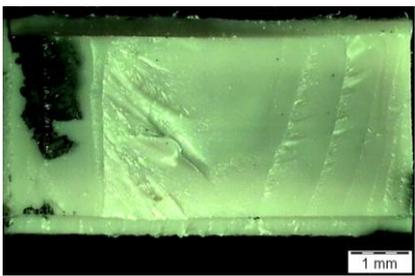
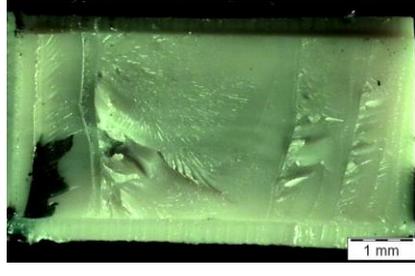
**Tabelle C-14:** Versuchsdaten zu PA6.6/TiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 0,5 Vol.-%

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	RM05-40-03	Abmessungen			
		Breite	9,92	mm	
		Dicke	3,40	mm	
		Risslänge	5,058	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,345	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	9,258	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,160	mm			
2	RM05-40-05	Abmessungen			
		Breite	9,87	mm	
		Dicke	3,31	mm	
		Risslänge	4,615	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,489	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	9,541	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,235	mm			
3	RM05-40-08	Abmessungen			
		Breite	9,94	mm	
		Dicke	3,23	mm	
		Risslänge	5,002	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	4,082	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	11,710	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,268	mm			
4	RM05-40-11	Abmessungen			
		Breite	9,90	mm	
		Dicke	3,40	mm	
		Risslänge	5,392	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,850	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	10,790	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,205	mm			
5	RM05-40-14	Abmessungen			
		Breite	9,86	mm	
		Dicke	3,36	mm	
		Risslänge	4,922	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,512	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,784	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,203	mm			

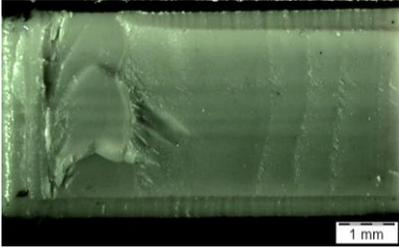
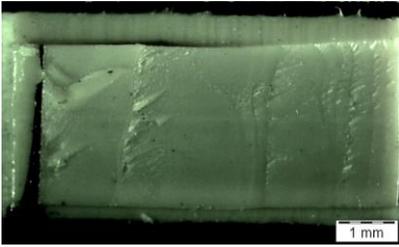
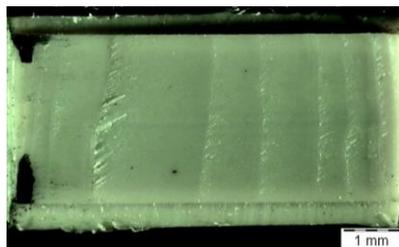
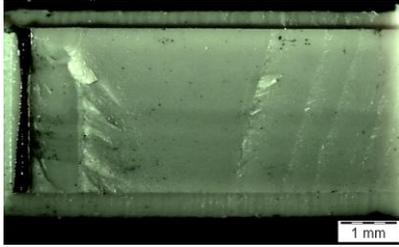
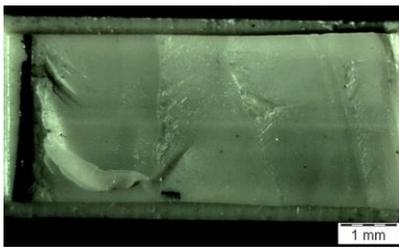
**Tabelle C-15:** Versuchsdaten zu PA6.6/TiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 1 Vol.-%

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	RM10-40-03	Abmessungen			
		Breite	9,87	mm	
		Dicke	3,33	mm	
		Risslänge	4,851	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,452	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,648	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbbruch			
Δa'	0,214	mm			
2	RM10-40-05	Abmessungen			
		Breite	10,14	mm	
		Dicke	3,37	mm	
		Risslänge	4,711	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,368	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	9,983	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbbruch			
Δa'	0,283	mm			
3	RM10-40-15	Abmessungen			
		Breite	10,06	mm	
		Dicke	3,32	mm	
		Risslänge	4,867	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,372	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	6,765	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbbruch			
Δa'	0,265	mm			
4	RM10-40-18	Abmessungen			
		Breite	10,20	mm	
		Dicke	3,34	mm	
		Risslänge	4,952	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,424	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	10,410	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbbruch			
Δa'	0,211	mm			
5	RM10-40-19	Abmessungen			
		Breite	10,17	mm	
		Dicke	3,26	mm	
		Risslänge	4,732	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,495	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	10,270	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbbruch			
Δa'	0,238	mm			

**Tabelle C-16:** Versuchsdaten zu PA6.6/TiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 2 Vol.-%

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	RM20-40-05	Abmessungen			
		Breite	9,94	mm	
		Dicke	3,15	mm	
		Risslänge	4,962	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,515	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,349	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,211	mm			
2	RM20-40-06	Abmessungen			
		Breite	9,68	mm	
		Dicke	3,44	mm	
		Risslänge	4,886	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,470	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	9,158	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,209	mm			
3	RM20-40-13	Abmessungen			
		Breite	10,16	mm	
		Dicke	3,21	mm	
		Risslänge	4,736	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,377	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	10,190	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,171	mm			
4	RM20-40-17	Abmessungen			
		Breite	10,09	mm	
		Dicke	3,20	mm	
		Risslänge	4,586	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,195	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	8,728	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,187	mm			
5	RM20-40-19	Abmessungen			
		Breite	10,10	mm	
		Dicke	3,14	mm	
		Risslänge	4,831	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,264	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	10,311	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Spröbruch			
Δa'	0,227	mm			

**Tabelle C-17:** Versuchsdaten zu PA6.6/TiO<sub>2</sub> mit dem Füllstoffgehalt von 4 Vol.-%<sup>2</sup>

Nr.	Probename	Probendaten			Bruchfläche
1	RM40-40-04	Abmessungen			
		Breite	10,11	mm	
		Dicke	3,03	mm	
		Risslänge	5,360	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	3,254	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	6,516	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
Δa'	0,116	mm			
2	RM40-40-05	Abmessungen			
		Breite	10,05	mm	
		Dicke	3,02	mm	
		Risslänge	5,328	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,905	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	5,904	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
Δa'	0,068	mm			
3	RM40-40-10	Abmessungen			
		Breite	10,01	mm	
		Dicke	3,10	mm	
		Risslänge	4,673	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,047	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	4,037	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
Δa'	0,061	mm			
4	RM40-40-03*	Abmessungen			
		Breite	10,11	mm	
		Dicke	3,10	mm	
		Risslänge	4,232	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,353	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	5,153	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
Δa'	0,109	mm			
5	RM40-40-02*	Abmessungen			
		Breite	10,17	mm	
		Dicke	3,20	mm	
		Risslänge	5,840	mm	
		Bruchmechanische Kennwerte			
		K <sub>Ic</sub>	2,801	MPa·m <sup>1/2</sup>	
		J	5,196	x10 <sup>-3</sup> J/mm <sup>2</sup>	
		Risslänge des Bereichs bis Sprödbruch			
Δa'	0,049	mm			

<sup>2</sup> Bei den Proben (\*) wurde die Bedingung  $0,45W \leq a_0 \leq 0,55W$  nicht erfüllt.