

# **Experimentelle Charakterisierung und Modellierung des Langzeitkriechverhaltens von Polycarbonat**

Dipl.-Ing. Štefan Jorík

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik der Universität der Bundeswehr München zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)**

genehmigten Dissertation.

Gutachter:

1. Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Alexander Lion
2. Univ.-Prof. Dr. habil. Andrei Constantinescu

Die Dissertation wurde am 06.03.2020 bei der Universität der Bundeswehr München eingereicht und durch die Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik am 13.11.2020 angenommen. Die mündliche Prüfung fand am 01.12.2020 statt.



# Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Mechanik der Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik an der Universität der Bundeswehr München.

An dieser Stelle möchte ich mich vor allem bei meinem akademischen Lehrer und Doktorvater, Herrn Professor Alexander Lion für seine fachliche Unterstützung bedanken. Seine außergewöhnliche Fähigkeit, komplexe Zusammenhänge zu abstrahieren und zu vermitteln, hat mir den Zugang zum Thema erleichtert. Zudem haben sein vorbildlicher Einsatz und fachlicher Überblick im Bereich der Polymerforschung mich bei meiner Arbeit jederzeit motiviert. Weiterhin möchte ich mich bei Herrn Privatdozent Michael Johlitz für sein Vertrauen und die hilfreichen fachlichen Interventionen in den zahlreichen Diskussionen bedanken. Ebenso danke ich Herrn Professor Andrei Constantinescu für die Übernahme des Zweitgutachtens und Herrn Professor Philipp Höfer für die Übernahme des Vorsitzes der Prüfungskommission.

Außerdem gilt mein Dank allen meinen Kollegen am Institut für die angenehme und freundliche Arbeitsatmosphäre. Besonders möchte ich mich an dieser Stelle für die persönliche Unterstützung und den fachlichen Austausch bei Bruno Musil, Rebecca Jennrich und Bingbing Zhang bedanken.

München, im März 2020

Stefan Jorik

# Kurzfassung

Trotz der bemerkenswerten Materialeigenschaften weisen die mit Spannung beanspruchten Thermoplast-Bauteile eine erhebliche Dimensionsinstabilität auf. Ausgehend von der genauen Simulation des Kriechverhaltens können die verlangte Betriebszeit sowie eine fehlerfreie Bauteilfunktion erzielt werden. In diesem Zusammenhang spielt der Entwurf des geeigneten Materialmodells mit der zuverlässigen und genauen Charakterisierungsmethode eine entscheidende Rolle.

Um die genaue Charakterisierung des Langzeitkriechverhaltens von thermoplastischen Werkstoffen zu erreichen, wird im Rahmen dieser Arbeit das neu entwickelte Zugprüfgerät mit optimierten Messbedingungen vorgestellt. Innerhalb des Entwicklungsprozess beschäftigt sich diese Arbeit mit der detaillierten Beschreibung der Prüfstandkonfiguration, des Konstruktionsentwurfes und der Funktionalität der Bedienersoftware. Hierbei wird näher auf das Funktionsprinzip und die optimierten Konstruktionslösungen eingegangen. Aufgrund der Beschleunigung des Charakterisierungsprozesses sind insgesamt fünf Messzellen zur Messung des Langzeitkriechverhaltens im linearen bzw. nichtlinearen Deformationsbereich aufgebaut. Die Messeigenschaften der entworfenen Prüfstände erfüllen die höchsten Prüfanforderungen, die die Polymerprüfung auszeichnen. Diese Aussage wird mithilfe des umfangreichen Validierungsprozesses bestätigt. Als Bewertungskriterien werden die Wiederholbarkeit der Kriechkurven und die Vergleichbarkeit der anhand verschiedener Messprüfstände gemessenen Ergebnisse angenommen. Die Genauigkeit der Prüfstände wird durch den Vergleich der gemessenen Kriechkurven unter Verwendung der entwickelten Geräte mit den Messungen durch die kommerzielle Maschine Q800 (TA Instruments) nachgewiesen.

Den experimentellen Teil dieser Arbeit bildet die Untersuchung des spannungsabhängigen Kriechverhaltens von Polycarbonat, die unter verschiedenen konstanten Temperaturen, wie bei 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C durchgeführt wurde. Die Messergebnisse werden in Bezug auf Zeit und Dehnung ausgewertet. Im Rahmen der anschließenden Analyse konnte ein signifikanter Einfluss des Craziings auf das Kriechverhalten festgestellt werden. Das spannungs- und temperaturabhängige Materialverhalten wird anhand der entsprechenden Aktivierungsprozesse beschrieben. Unter Bezugnahme auf die Oberflächenbeobachtungen der gekrochenen Zugproben wird das tertiäre Kriechen mit dem isotropen Schädigungskonzept verknüpft und erfolgreich angepasst. Die angepassten Beziehungen, die die im Material vorhandenen Deformationsmechanismen darstellen, repräsentieren die Basis für den Entwurf des relevanten Materialmodells.

Ein weiterer Teil dieser Arbeit enthält die thermomechanisch konsistente Herleitung des vorgeschlagenen Materialmodells. Diesbezüglich werden auch die kontinuumsmechanischen Grundlagen eingeführt. Darüber hinaus wird das Materialmodell in eine kommerzielle FEM-Software implementiert. Es wird gezeigt, dass das Modell die im Experiment beobachteten Effekte abbilden kann. Gleichzeitig wird hier die Beispielsimulation durchgeführt und diskutiert.

# Abstract

Despite the remarkable material properties, the thermoplastic components subjected to the stress conditions exhibit considerable dimensional instability. Based on the exact simulation of the creep behavior, the required operating time as well as faultless component function can be achieved. In this context, the development of a suitable material model with a reliable and accurate characterization method is crucial.

In order to be able to characterize the long-term creep behavior of thermoplastic materials accurately, the newly developed tensile testing device with optimized measurement conditions is presented. Within the development process, this work deals with the detailed description of testing setup configuration, construction proposal, and the functionality of the user software. Here the functional principle and the optimized design solutions are described in greater detail. Due to the required acceleration of the characterization process, a total of five measuring cells for measuring the long-term creep behavior in the linear and nonlinear deformation region have been constructed. The measuring properties of the designed test devices fulfil the highest test requirements that characterize testing of polymers. This declaration is confirmed by the comprehensive validation process. The repeatability of the creep curves and the comparability of the results measured using different test setups are assumed as evaluation criteria. The accuracy of the testing setups is verified by comparison of the measured creep curves using the developed equipment with the measurements obtained by the commercial machine Q800 (TA Instruments).

The experimental part of this work consists of the investigation of the stress-dependent creep behavior of polycarbonate, which is carried out under different constant temperatures, such as 40 °C, 60 °C, 80 °C and 100 °C. The measurement results are evaluated with respect to the time and strain. In the context of the subsequent analysis, a significant influence of crazing on creep behavior could be determined. The stress- and temperature-dependent material behavior is described by the corresponding activation processes. With regard to the surface observations of the stressed tensile specimens, tertiary creep is associated to the isotropic damage concept and successfully fitted. The fitted relationships, which describe the material deformation mechanisms, represent the fundamental basis for the development of the relevant material model.

An additional part of this work contains the thermomechanically consistent derivation of the proposed material model. In this context, the fundamentals of continuum-mechanics will also be introduced. Furthermore, the material model will be implemented in commercial FEM-Software. It is shown that the model can reproduce the effects observed in the experiment. Simultaneously, the simulation of component example is carried out and discussed here.

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung .....	1
1.1	Motivation und Ziel der Arbeit .....	1
1.2	Aufbau der Arbeit .....	2
1.3	Stand der Forschung .....	3
2	Theoretische Grundlagen der Polymerwerkstoffe.....	10
2.1	Übersicht und Beschreibung von Polymerwerkstoffen.....	10
2.2	Beschreibung des untersuchten Materials (Polycarbonat, PC).....	13
2.3	Beschreibung des viskoelastischen Werkstoffverhaltens von amorphen Polymeren im Glaszustand.....	15
3	Entwicklung des Kriechprüfstandes .....	27
3.1	Konfiguration des entwickelten Prüfstandes für Langzeit-Kriechmessungen .....	27
3.1.1	Arbeitsprinzip und Anwendungsbereich.....	28
3.1.2	Ausführung des mechanischen Messsystems.....	30
3.1.3	Ausführung der Temperierkammer .....	34
3.1.4	Charakterisierung der entwickelten Bediener- und Regelungssoftware.....	39
3.2	Messablauf und Kalibration .....	41
3.3	Validierung des Langzeit-Kriechprüfstands .....	43
4	Thermoviskoelastische Materialmodellierung des Kriechens thermoplastischer Werkstoffe .....	47
4.1	Einführung in die Kinematik.....	47
4.2	Bilanzgleichungen.....	52
4.2.1	Massenbilanz.....	53
4.2.2	Impulsbilanz.....	53
4.2.3	Drehimpulsbilanz .....	53
4.2.4	Energiebilanz.....	54
4.2.5	Entropiebilanz.....	56
4.3	Phänomenologische Beschreibung des zeitabhängigen Materialverhaltens	58

4.4	Konzept der rheologischen Materialmodelle .....	59
4.5	Aktivierungsprozesse der amorphen Thermoplaste .....	65
4.6	Konzept der isotropen Schädigung .....	69
4.7	Thermomechanisch konsistente Formulierung der 3D- Konstitutivgleichungen des verallgemeinerten, erweiterten Kelvin-Modells .....	72
5	Charakterisierung und Beschreibung des mechanischen Materialverhaltens von PC .....	78
5.1	Analyse der Kriechmessungen .....	78
5.2	Experimentelle Charakterisierung und Beschreibung des Materialkriechens .....	85
6	Numerische Umsetzung des Modells in FEM-Software .....	96
6.1	Einführung in die Finite-Elemente-Methode (FEM) .....	96
6.2	Validierung des implementierten Materialmodells .....	100
6.3	Simulationsbeispiel .....	102
7	Zusammenfassung und Ausblick .....	107
	Abbildungsverzeichnis .....	110
	Tabellenverzeichnis .....	113
	Literaturverzeichnis .....	114

# Abkürzungen und Nomenklatur

Im folgenden Text werden beispielhaft einige der verwendeten Formelzeichen und Abkürzungen erläutert. Aus Gründen der Vollständigkeit wurde das Kapitel um die Beschreibung der Modellparameter und der Basisoperationen erweitert. Die nähere Bedeutung der jeweiligen Formelzeichen und Abkürzungen wird an der entsprechenden Textstelle erklärt.

## Allgemeine Schreibweise für Tensoren

$a, b, \dots$	Tensoren 0. Stufe (Skalare)
$\mathbf{a}, \mathbf{b}, \dots$	Tensoren 1. Stufe (Vektoren)
$\mathbf{A}, \mathbf{B}, \dots$	Tensoren 2. Stufe (Dyaden)
$\mathbb{A}, \mathbb{B}, \dots$	Tensoren 4. Stufe

## Spezielle kontinuumsmechanische Größen

$\sigma$	skalare Spannung
$\varepsilon$	eindimensionale Gesamtdehnung
$\delta$	Phasenwinkelverschiebung
$\omega$	Kreisfrequenz
$J_d$	Absolutwert der dynamischen Nachgiebigkeit
$J'$	Speicherkomponente der dynamischen Nachgiebigkeit
$J''$	Verlustkomponente der dynamischen Nachgiebigkeit
$J^*$	komplexe Nachgiebigkeit
$E_d$	Absolutwert des dynamischen Moduls
$E'$	Speichermodul
$E''$	Verlustmodul
$E^*$	komplexer dynamischer Modul
$\chi$	Bewegungsfunktion
$\mathbf{X}, \mathbf{x}$	Ortsvektor der materiellen Punkte in der Referenz- und Momentankonfiguration
$\dot{\mathbf{x}}, \mathbf{v}$	Geschwindigkeitsfeld
$\ddot{\mathbf{x}}, \mathbf{a}$	Beschleunigungsfeld
$\mathbf{u}$	Verschiebungsfeld
$\mathbf{F}$	Deformationsgradient
$d\mathbf{X}, d\mathbf{x}$	Linielement der Referenz- und Momentankonfiguration
$J$	Jacobi-Determinante
$d\mathbf{A}, d\mathbf{a}$	Flächenelement der Referenz- und Momentankonfiguration



$d\mathbf{V}, d\mathbf{v}$	Volumenelement der Referenz- und Momentankonfiguration
$\mathbf{U}, \mathbf{V}$	Strecktensoren
$\mathbf{R}$	Rotationstensor
$\mathbf{C}$	rechter Cauchy-Green Deformationstensor
$\mathbf{B}$	linker Cauchy-Green Deformationstensor
$\mathbf{E}$	Green-Lagrangescher Verzerrungstensor
$\mathbf{A}$	Euler-Almansi Verzerrungstensor
$\mathbf{L}$	räumlicher Geschwindigkeitsgradient
$\dot{\mathbf{E}}$	Rate des Green-Lagrangeschen Verzerrungstensors
$\mathbf{D}$	Deformationsgeschwindigkeitstensor
$\boldsymbol{\varepsilon}$	linearisierter Verzerrungstensor
$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}$	Rate des linearisierten Verzerrungstensors
$m$	Masse
$\rho, \rho_0$	Rohdichte
$\boldsymbol{\sigma}$	Spannungstensor
$\mathbf{n}$	Normalvektor
$\dot{E}_G$	Änderung der totalen Energie $E_G$
$P, Q$	Mechanische Leistung und Wärmezufuhr
$\mathbf{q}, r$	Wärmeflussvektor und spezifische Wärmezufuhr
$\mathbf{t}, \mathbf{b}$	Vektor der Innerwirkungskräfte und Fernwirkungskräfte
$e$	innere Energie
$\dot{e}$	Rate der inneren Energie
$s$	Entropie
$\dot{s}$	Entropierate
$H$	Entropiezufuhr
$\Gamma$	Entropieproduktion
$\vartheta$	absolute Temperatur
$\Psi$	freie Helmholtz-Energie
$J(t)$	Kriechfunktion
$G(t)$	Relaxationsfunktion
$\varepsilon_n$	Dehnungen der $n$ Kelvin-Voigt Körper
$\sigma_{eq}$	Gleichgewichtsspannung
$\sigma_{neq}$	Nichtgleichgewichtsspannung
$\sigma_{neqn}$	Nichtgleichgewichtsspannungen der $n$ Maxwell-Elemente
$\dot{\sigma}_{neqn}$	Raten der Nichtgleichgewichtsspannungen von $n$ Maxwell-Elemente
$\varepsilon_{en}$	elastische Dehnungen der $n$ Maxwell-Elemente
$\varepsilon_{in}$	inelastische Dehnungen der $n$ Maxwell-Elemente
$\dot{\varepsilon}_{in}$	Raten der inelastischen Dehnungen der $n$ Maxwell-Elemente
$\dot{\varepsilon}_{II}$	Rate des sekundären Kriechens

$\dot{\epsilon}$	Dehnrate
$\hat{\sigma}, \hat{S}$	effektive Spannung und effektive Lastfläche
$F$	Belastungskraft
$S, S_D$	ursprüngliche Lastfläche und geschädigte Lastfläche
$D$	isotrope Schädigungsvariable
$\dot{D}$	Schädigungsrate
$t, t_f$	Kriechzeit, Bruchzeit
$\sigma_0$	Normierungsfaktor
$\epsilon_f$	Bruchdehnung
$\epsilon_n$	Verzerrungstensoren der $n$ Kelvin-Voigt Körper
$\epsilon_{M1}$	Verzerrungstensor der geschädigten Maxwell-Feder
$\epsilon_{M2}$	Verzerrungstensor des Maxwell-Dämpfers
$\mathbf{1}$	Identitätstensor
$\mathbf{I}$	symmetrischer Anteil des vierstufigen Identitätstensors
$\sigma_{VM}$	von-Mises Vergleichsspannung
$\sigma^D$	Spannungsdeviator
$\delta \mathbf{u}$	Feld der virtuellen Verschiebungen
$\Omega$	Elementvolumen
$N$	Ansatzfunktion
$\bar{\mathbf{u}}$	Vektor der Knotenverschiebungen
$\mathbf{f}$	Vektor der äußeren Kräfte

## Spezielle Tensoroperationen

$\text{grad}(\ast) = \frac{\partial(\ast)}{\partial \mathbf{x}}$	Gradient mit Bezug auf die aktuelle Konfiguration
$\text{Grad}(\ast) = \frac{\partial(\ast)}{\partial \mathbf{X}}$	Gradient mit Bezug auf die Referenzkonfiguration
$\text{div}(\ast) = \text{grad}(\ast) : \mathbf{1}$	Divergenzoperator mit Bezug auf die aktuelle Konfiguration
$\mathbf{a} \times \mathbf{b}$	Kreuzprodukt zwischen zwei Vektoren
$\mathbf{a} \cdot \mathbf{b} = a_i b_i$	einfaches Skalarprodukt zwischen zwei Vektoren
$\mathbf{A} \cdot \mathbf{B} = A_{ij} B_{jk}$	einfaches Skalarprodukt zwischen zwei Tensoren 2. Stufe
$\mathbf{A} : \mathbf{B} = A_{ij} B_{ij}$	zweifaches Skalarprodukt zwischen zwei Tensoren 2. Stufe
$(\mathbf{A} \cdot \mathbf{B})^T = \mathbf{B}^T \cdot \mathbf{A}^T$	Transportieren eines einfachen Tensorproduktes
$(\mathbf{A} \cdot \mathbf{B})^{-1} = \mathbf{B}^{-1} \cdot \mathbf{A}^{-1}$	Invertieren eines einfachen Tensorproduktes
$\text{tr}(\mathbf{A})$	Spur eines zweistufigen Tensors
$\det(\mathbf{A})$	Determinante eines zweistufigen Tensors

## Material- und Modellparameter

$E_M$	Elastizitätsmodul der Maxwell-Feder
$\nu_M$	Querkontraktionszahl der Maxwell-Feder
$E_n = E_1$	Elastizitätsmoduln der $n$ Federn in der Kelvin-Kette
$\nu_n = \nu_1$	Querkontraktionszahlen der $n$ Federn in der Kelvin-Kette
$\eta_n$	Viskositäten der $n$ Dämpferelemente in der Kelvin-Kette
$\eta_{0n}$	Pre-Exponentialfaktoren des primären Kriechens
$\Delta H_I$	Aktivierungsenergie des primären Kriechens
$V$	Aktivierungsvolumen
$\dot{\epsilon}_0$	Ratenfaktor
$A$	Pre-Exponentialfaktor des sekundären Kriechens
$\Delta H_{II}$	Aktivierungsenergie des sekundären Kriechens
$m$	Potenzkoeffizient
$B$	Schädigungsfaktor
$B_0$	Pre-Exponentialfaktor des tertiären Kriechens
$\Delta H_{III}$	Aktivierungsenergie des tertiären Kriechens
$R$	universelle Gaskonstante
$k$	Boltzmann-Konstante

## Abkürzungen

PC	Polycarbonat
PS	Polystyrol
PMMA	Polymethylmethacrylat
Tg Temperatur	Glasübergangstemperatur
DMS	Dehnungsmessstreifen
Q800	Zugprüfmaschine von TA Instruments GmbH
CAD	rechnerunterstütztes Konstruieren
Matlab	Software zur numerischen Berechnung von MathWorks Inc.
COMSOL	Finite-Elemente-Software von COMSOL Multiphysics GmbH
LabVIEW	graphisches Programmiersystem von National Instruments (NI) GmbH
DAQ	Hardware zur Datenerfassung und Signalverarbeitung von NI
MSE 1000	Auswerteeinheit der Heidenhain GmbH
Heidenhain Metro	Messsensoren der Heidenhain GmbH
AO	Analogausgang
AI	Analogeingang
PID Regulator	proportional-integral-derivative Regulator
PWM	Pulsweitenmodulation

A/D Wandler	Analog/Digital-Wandler
NOT-AUS	Bezeichnung für die Sicherheitsabschalttaste
FEM	Finite-Elemente-Methode
DIC	digitales Bildkorrelationssystem

# 1 Einleitung

## 1.1 Motivation und Ziel der Arbeit

Das Kriechen von Strukturen stellt im Allgemeinen einen wesentlichen Aspekt im Designprozess dar. Dadurch, dass das Materialkriechen die Lebensdauer und Funktionalität des Bauteils deutlich beeinflussen kann, ist dieses Phänomen im Bauteilentwurf zu berücksichtigen. Bei gängigen Konstruktionswerkstoffen wie z.B. Metallen wird plastisches Fließen unter konstanter Last hauptsächlich für Hochtemperaturanwendungen überprüft. Das Betonkriechen wird grundsätzlich unter Drucklast untersucht, wobei die Materialcharakterisierung aufgrund der komplexen Umweltbedingungen um die in der Praxis vorhandenen Alterungseffekte, Effekte der Luftfeuchte und des Erhärtungszustandes bzw. weitere Effekten erweitert ist. Im Falle der thermoplastischen Werkstoffe wird das Kriechen direkt mit dem viskoelastischen Materialcharakter verbunden. Ähnlich wie bei den vorherigen Werkstoffen spielen bei der Bewertung des Kriechverhaltens von thermoplastischen Werkstoffen die Fertigungsmethode sowie die konkrete Materialzusammensetzung eine essenzielle Rolle. Basierend auf den schwachen Bindungskräften zwischen den verknäulten Molekülketten sind die Thermoplaste durch eine erhöhte Strukturmobilität gekennzeichnet. Daher repräsentieren die Thermoplaste eine sehr kriech-sensitive Materialsorte, die im Vergleich zu den Metallen, oder Beton ein ausgeprägtes Kriechen auch bei Raumtemperaturen bzw. sehr geringen Betriebslasten aufweist. Unter anderem wird das viskoelastische Werkstoffverhalten von Thermoplasten durch Alterungseffekte oder Feuchtesensitivität signifikant beeinflusst. Um unerwünschte Konstruktionsfehler zu vermeiden bzw. Betriebszeiten der resultierenden Produkte zu verlängern, wird im Entwurfsprozess eine genaue Kriechvorhersage mithilfe des ausgewählten Materialmodells erforderlich. Hierbei hängen die Komplexität und vor allem die Vorhersagefähigkeit des Materialmodells deutlich von der Genauigkeit der Materialcharakterisierung ab. Im Allgemeinen weisen die Thermoplaste im Charakterisierungsprozess eine hohe Empfindlichkeit gegenüber kleinsten Änderungen von Belastungs- und Umgebungsbedingungen auf. Der Einfluss dieser Faktoren wird häufig bei der Verwendung der kommerziellen Universalprüfgeräte unterschätzt und ist in den meisten Fällen auch ungenügend kompensierbar. In diesem Zusammenhang können als Beispiele die häufige Nachrüstung der ungenügend steifen Klemmvorrichtung oder das oszillierende Dehnungssignal des in der Temperierkammer temperierten Messstreifens aufgrund der wechselnden Labortemperatur erwähnt werden. Dadurch ist eine Optimierung des Langzeitmessprozesses ein wichtiger Bestandteil der experimentell gestützten Materialmodellierung, die in der Produktentwicklung mit optimalen Werkstoffeigenschaften resultiert.

Das primäre Ziel dieser Arbeit besteht in der Entwicklung von stabilen und zuverlässigen Messanlagen, die eine zeiteffiziente und genaue Charakterisierung des Langzeitkriechens von Thermoplasten ermöglichen. Anschließend soll mithilfe der neuentwickelten Anlagen das spannungs- und temperaturabhängige Kriechverhalten von amorphem Polycarbonat charakterisiert und ausgewertet werden. Ein weiteres Ziel dieser Arbeit stellt die Entwicklung des relevanten Kriechansatzes mithilfe der kontinuumsmechanischen Theorie dar. Hierbei soll das vorgeschlagene Materialmodell die in den Laborversuchen dargestellten Effekte zuverlässig abbilden. Eine zusätzliche Zielsetzung ist mit der numerischen FEM-Simulation verbunden. Diesbezüglich soll die problemlose Umsetzbarkeit des vorgeschlagenen Materialmodells in die kommerzielle FEM-Software gezeigt werden.

## 1.2 **Aufbau der Arbeit**

Insgesamt ist die vorliegende Arbeit in sieben Kapitel gegliedert, wobei das Einführungskapitel die bereits geschilderte Zielsetzung und Motivation enthält. Das folgende Unterkapitel stellt den aktuellen Stand der Forschung im Hinblick auf die möglichen Verarbeitungsmethoden von thermoplastischen Werkstoffen, die Charakterisierungsmethoden von entsprechenden viskoelastischen Materialeigenschaften und die mathematische Modellierung von Langzeitkriechverhalten vor. Dabei werden sowohl experimentelle als auch theoretische Arbeiten betrachtet.

Das nächste Kapitel beschäftigt sich mit den theoretischen Grundlagen von polymeren Werkstoffen. Es beinhaltet eine Übersicht über die polymeren Werkstoffe sowie eine Beschreibung des untersuchten Materials (Polycarbonat) mit der anschließenden Einführung in die viskoelastischen Eigenschaften von glasartigen Polymeren.

In Kapitel 3 wird das Konzept der selbstentwickelten Kriechprüfstände vorgestellt. Des Weiteren wird das Arbeitsprinzip mit dem Anwendungsbereich definiert. Anschließend werden entkoppelt das mechanische Messsystem und die Ausführung der Temperierkammer beschrieben. Diesbezüglich werden die optimierten Eigenschaften des entwickelten Systems diskutiert. Neben der Hardwareausstattung werden das Prinzip der Temperatur sowie das Prinzip der Datenerfassung mit der zugehörigen Steuerungssoftware erläutert. Um ausreichende Messeigenschaften garantieren zu können, wurde hier jede Maschine einem Validierungsverfahren unterzogen.

Im Anschluss daran folgt die Zusammenfassung der hergeleiteten thermo-viskoelastischen Modellierungsansätze. Zum Verständnis der kontinuumsmechanischen Zusammenhänge und der möglichen Deformationskinetik wird hier von der allgemeinen gültigen Kinematik unter Berücksichtigung von großen Deformationen ausgegangen. Die daraus folgenden Verzerrungsmaße sowie deren zeitliche Ände-

rungen wurden unter der Annahme eines vereinfachten Materialverhaltens anschließend linearisiert. Ebenso werden in diesem Kapitel die axiomatisch eingeführten Bilanzgleichungen dargestellt. Unter Berücksichtigung der freien Helmholtzschen Energiedichte wird hier exemplarisch auf die Auswertung des 2. Hauptsatzes der Thermodynamik in Form der Clausius-Duhem-Ungleichung eingegangen. Weiter wird die eindimensionale Herleitung des Kriechgesetzes des Kelvin-Körpers vorgestellt. Im Anschluss werden die Beziehungen basierend auf den Aktivierungsprozessen im Kriechgesetz berücksichtigt. Mit Bezug auf das tertiäre Kriechen wird in dieser Stelle auch das Konzept der effektiven Spannung zusammengefasst. Unter Berücksichtigung des 2. Hauptsatzes der Thermodynamik werden zum Schluss die dreidimensionalen Konstitutiv- und Evolutionsgleichungen hergeleitet.

Das Kapitel 5 stellt zuerst die für die experimentell gestützte Modellierung des Kriechverhaltens von Polycarbonat benötigten Kriechexperimente vor. Gleichzeitig werden hier die einzelnen Kriechbereiche ausgewertet und unter Bezugnahme auf die überwiegenden Deformationsmechanismen beschrieben. Hierbei werden die einzelnen Kriechbereiche anhand der entsprechenden 1D-Teilmodelle aus dem vorherigen Kapitel angepasst, wobei die anschließende Simulation mit der relevanten Auswertung des entsprechenden Kriechbereichs verglichen wird.

Kapitel 6 behandelt die numerische Umsetzung des aufgestellten Materialmodells in der FEM-Software. Diesbezüglich werden die Versuche und Simulationsergebnisse einander gegenübergestellt und diskutiert. Darüber hinaus wird eine Beispielsrechnung dargestellt und bewertet. Im Zusammenhang mit der FEM-Implementierung beinhaltet dieses Kapitel auch die entsprechenden theoretischen Grundlagen.

Die vorliegende Arbeit endet mit der Zusammenfassung und Bewertung der wichtigsten Ergebnisse. Aufbauend auf den präsentierten Schlussfolgerungen werden neue Lösungsmethoden vorgeschlagen.

## 1.3 **Stand der Forschung**

Die Entwicklung der neuen effektiven Herstellungsmethoden hat in Kombination mit den bemerkenswerten Materialeigenschaften und den breiten Einsatzmöglichkeiten eine massive Nutzung der Thermoplaste in allen Industriebranchen zur Folge. Darüber hinaus kann heute angesichts des unausweichlichen Kontakts mit Alltagsgegenständen aus Plastik sowie der Menge an Maschinenelementen aus Thermoplasten die praktische Industrienutzbarkeit und die Unersetzbarkeit der thermoplastischen Werkstoffe im Alltagsleben als bestätigt gelten. Der seit den 50er Jahren des vorherigen Jahrhunderts wachsende Bedarf und die Einsatzmöglichkeiten der thermoplastischen Werkstoffe für die industrielle Verwendung haben

mit den steigenden Ansprüchen an die Werkstoffeigenschaften in der Polymerforschung einen merklichen Druck im Hinblick auf Optimierung und Weiterentwicklung der thermoplastischen Werkstoffe erzeugt. Die von H. Staudinger [1] begründete Polymerwissenschaft erstreckt sich heute in mehrere wissenschaftliche Disziplinen, wo die Polymerwerkstoffe nicht zufällig eine wesentliche Rolle spielen. Damit die Funktionalität der Produkte aus thermoplastischen Werkstoffen sichergestellt sein kann, müssen die Produkte während der geforderten Lebensdauer und unter Berücksichtigung von mechanischen, chemischen und Temperatureinflüssen hinreichend stabil sein. Die andauernd steigenden Ansprüche an die verwendeten Polymerbauteile und deren Materialeigenschaften stellen weitere Herausforderungen für den Forschungsbereich der fehlerfreien Material- und Bauteilherstellung sowie für die Materialcharakterisierung und die realistische Vorhersage des Materialverhaltens dar. Eine detaillierte Zusammenfassung aller Forschungsarbeiten zu diesen Themen ist jedoch nahezu unmöglich, weshalb dieser Teil der Arbeit einen Überblick über die thematisch zusammenhängenden Erkenntnisse und Bemerkungen gibt, jedoch keinen Anspruch auf Vollständigkeit erhebt.

Berücksichtigung der verlangten Form, des Verwendungszwecks und der Verarbeitungsmöglichkeiten der konkreten Thermoplaste wird für die Produktherstellung grundsätzlich zwischen den Basisverarbeitungsmethoden von thermoplastischen Werkstoffen, z. B. Blasformen, Extrusion, Spritzgießen, und Thermoformen unterschieden. Die breite Auswahl an Produktionsverfahren wurde in den 1990er Jahren durch die Technologie der additiven Fertigung erweitert [2]. Die wirtschaftlich entscheidenden Faktoren, wie die Fertigungsmöglichkeit von komplexen Geometrien bei minimalem Materialverlust sorgten für eine andauernde Weiterentwicklung dieser Fertigungsmethode. Hierbei wurde das Potenzial dieser Methode auch für den Einsatzbereich der Metall- und Keramikfertigung ausgenutzt [3]. Heutzutage können die verlangten Bauteileigenschaften sowie die mögliche Materialzusammensetzung durch FEM-Untersuchungen wie in [4] optimiert werden.

Trotz der Signifikanz dieser Fertigungsmethode auch für neuartige Forschungsdisziplinen, wie in [5–8], wird im Weiteren auf die einzelnen Technologien und Arbeitsprinzipien nicht eingegangen. Diese wurden in den Publikationen [2,3,7] ausführlich beschrieben. Die hier behandelte Untergruppe von amorphen Thermoplasten ist im Wesentlichen durch die Anwendung im Glaszustand gekennzeichnet und in der rein amorphen Form transparent. Der entropieelastische sowie der Glaszustand dieser Thermoplaste verfügt bei der allgemeinen Beanspruchung über komplexe Materialeigenschaften, die in der Literatur häufig als lineare bzw. nichtlineare Viskoelastizität bezeichnet werden. Das linear viskoelastische Materialverhalten ist für den Bereich der infinitesimal kleinen Beanspruchungen definiert und wird durch Frequenz-, Temperatur- und Ratenabhängigkeit gekennzeichnet. Hierbei wird auf die experimentellen Arbeiten von J. Menczel und R. Prime [9], J. Rösler, H. Harders, M. Bäker [10] und Schwarzl [11] verwiesen. Zu der Ergänzung der vorgeschlagenen Literatur sollen an dieser Stelle noch die Publikationen auf dem Feld der dynamischen Relaxation in [12], zum mechanischen Verhalten von amorphen Polymerblends [13,14] und zur Untersuchung der amor-



phen Phase von teilkristallinen Polytetrafluorethylen (PTFE) in [15] empfohlen werden. Ein weiterer, signifikanter Effekt der viskoelastischen Materialien ist durch die Zeitabhängigkeit gegeben. Die auf dem Prüfkörper aufgebrauchte mechanische Belastung manifestiert sich als das intrinsische Abgleiten der aufeinander wirkenden Materialstrukturen. Abhängig von der Art der Belastung sind die entstandenen Prozesse als Kriechen oder Relaxation bekannt. Der Schwerpunkt in der vorliegenden Arbeit liegt auf dem Kriechverhalten vom amorphem Polycarbonat, das einen wichtigen Konstruktionsstoff für viele Industriebereiche vorstellt. Als Anwendungsbeispiele können hier Scheinwerferabdeckungen, Flugzeugscheiben, DVD-Träger erwähnt werden, wobei die neuentwickelten Sorten von Polycarbonat dank der verbesserten Biokompatibilität eine erweiterte Verwendung in der Nanomedizin ermöglichen. Weiterhin wurde unter Berücksichtigung des Aufbaus der inneren Struktur im Polymerglaszustand durch Struik [16] der Einfluss des sogenannten freien Volumens auf die viskoelastischen Materialeigenschaften untersucht und bewiesen. Nach dem Abkühlprozess der thermoplastischen Werkstoffe befindet sich die glasartige Polymerstruktur, die die eingeschlossenen freien Volumina umgibt, in einem thermodynamischen Nichtgleichgewichtszustand. Hierbei tendiert das Material zu einer Änderung des energetischen Zustands, was im Laufe der Zeit zur Relaxation des Nichtgleichgewichtszustandes zum Gleichgewicht führt [17]. Diese Interaktion des freien Volumens und der beweglichen Materialstruktur stellt den Grund für die zeitabhängige Materialschumpfung dar, die in der Fachliteratur als physikalische Alterung benannt wird. Dieses Phänomen ist für die allmähliche Änderung der Materialeigenschaften verantwortlich, wird aber in dieser Arbeit aufgrund des unterschiedlichen Arbeitsschwerpunkts nicht untersucht. Daher wird der interessierte Leser beispielsweise auf die Grundlageforschung von M. Schmidt und H. J. Mauerer [18], J. M. Hutchinson [19], D. S. Matsumoto [20] sowie auf die aktuelleren Arbeiten in [21–25] verwiesen. Anschließend wird aus dem Grund der Ergänzung der Alterungsmethoden in den Polymeren auch auf die chemische Alterung eingegangen. Im Gegenteil zu der physikalischen Alterung wird die chemische Alterung als irreversibler Prozess gesehen. Die chemische Alterung stellt grundsätzlich die durch Oxydation bedingte Änderung der chemischen Struktur dar. Heute ist die chemische Alterung eines der bedeutendsten Forschungsgebiete in der Polymerwissenschaft und in den vernetzten Polymeren, wie Elastomeren oder Duroplasten, zu berücksichtigen. Für einen tieferen Einblick in diese Thematik wird an dieser Stelle das Standardwerk von G. W. Ehrenstein und S. Pongratz [26] vorgeschlagen. Weiterführend sind auch die Publikationen von M. Johlitz [27,28] und B. Musil [29,30]. Außer für die physikalische Alterung ist das durch Zug belastete Polycarbonat für die sogenannte Crazing-Bildung und Ausbreitung bekannt. Unter dem Begriff Crazing wird die durch den Leerraum initialisierte Bildung von hochorientierten lamellaren Strukturen in der Nähe der Probenoberfläche verstanden. Makroskopisch manifestiert sich dieses Phänomen als eine deutlich verkratzte Materialoberfläche. Die detaillierte Beschreibung der Crazing-Kinetik in amorphen Thermoplasten z. B. in Polycarbonat (PC), Polystyrol (PS) und Polymethylmetacrylat (PMMA) wurde von Kausch und Michler in dem Publikationsband [31] zusammengefasst. In einer weiteren

Studie der Autoren O. K. Spurr und W. D. Niegisch [32] wurde der Crazing-Mechanismus bei denselben Materialien anhand von Mikroskopaufnahmen und unter Verwendung eines statistischen Ansatzes untersucht. Die Übersicht über die mögliche Initialisierung, das Wachstum von Crazing-Strukturen und deren Verbindung mit dem spröden Materialverhalten wurde in der Publikation von R. Kambour [33] ausführlich dargestellt. Der Einfluss der thermischen Vorbehandlung von PC auf die Crazing-Kinetik wurde von N. Verheulpen-Heymans [34] untersucht. Auf dem Forschungsgebiet der Crazing-Mechanismen wird seit den 1960er Jahren eine umfangreiche Diskussion geführt, wobei bis heute mehrere Fragestellungen offengeblieben sind. Trotz der detaillierten Studien, z. B. [31,35–37], wurde bis jetzt keine allgemein gültige und akzeptierte Aussage über den Zusammenhang zwischen Crazing und dem spröden Bruch bzw. den Übergang vom einen zum anderen getroffen. Unter Berücksichtigung der genannten Quellen wird häufig z. B. auch der Einfluss der Molekülanordnungsdichte auf die Crazing-Kinetik uneinheitlich präsentiert. Um den Einfluss der geänderten Materialstruktur auf das mechanische Materialverhalten zu ermitteln, wurde von Mindel und Brown [38] das Langzeitkriechverhalten von PC in Zug- und Druckexperimenten ausgewertet und verglichen. Da Crazing nur unter Zugbeanspruchung entsteht, ist aus dem Vergleich der Kriechkurven ein deutlicher Unterschied in der Kurvenkrümmung ersichtlich. Nach [31] weisen die Zugkriechkurven eine Versteifung des Materialverhaltens im primären Kriechbereich auf, was auf die Verfestigungseigenschaften der orientierten Lamellen zurückzuführen ist. In weiteren Publikation wurde von Mindel und Brown [39] das Polycarbonat mithilfe zyklischer Kriechtests charakterisiert. Bauwens und Crowet [40] haben Polycarbonat unter isothermen Temperaturbedingungen anhand ratenabhängiger Zugversuche charakterisiert. Diese Experimente wurden durch isotherme Kriechexperimente im nichtlinearviskoelastischen Kriechbereich ergänzt. Die anschließende Auswertung der ratenabhängigen Streckgrenzen und der spannungsabhängigen Raten des sekundären Kriechens hat ergeben, dass im Fließzustand die gleichen Deformationsmechanismen wirken. Dieser Erkenntnis ermöglichte dank der gleichen Aktivierungsvolumen eine signifikante Vereinfachung und Verkürzung des Charakterisierungsprozesses von Kriechverhalten. Die Beschreibung des Langzeitkriechverhaltens mittels ratenabhängiger Zugversuche gehört heute in der Polymerwissenschaft zu den etablierten Charakterisierungstechniken und wird von vielen Autoren, z. B. in [41,42], angewandt. Hierbei muss jedoch die fehlende Aussagefähigkeit dieser Methode über den primären und den tertiären Kriechbereich angemerkt werden. Ein weiterer Nachteil dieser Methode besteht in der notwendigen Erweiterung um die in Langzeitkriechverhalten vorhandenen Effekte der physikalischen Alterung. Auch dank dem Zeit-Temperatur-Äquivalenz-Prinzip stellen für die Zwecke der Beschreibung des Langzeitverhaltens die Kurzzeitversuche eine bedeutende Variante der Materialcharakterisierung vor. In die Praxis wird dieses Prinzip mithilfe des Zeit-Temperatur-Verschiebungs-Prinzips überführt. Hierbei ist die steigende Materialtemperatur mit der zunehmenden Geschwindigkeit der thermisch-aktivierten Molekularen Prozesse verbunden, wobei die Art und Anzahl der Prozesse identisch bleiben. Somit bleiben die Krümmungen der ausgewerteten Kenn-

wertfunktionen entlang der logarithmischen Zeit- oder Frequenzachse erhalten. Anschließend wird in der Regel dieses thermorheologisch einfache Materialverhalten aufgrund der Bestimmung des Langzeitverhaltens in eine Masterkurve wie in [43] angewendet. Diese Methode liefert für die Untersuchung des linearviskoelastischen Langzeitverhaltens der meisten Polymere zufriedenstellende Ergebnisse, wobei bei der Auswertung der Nachgiebigkeitsmasterkurven wesentlich auf die Gültigkeitsgrenzen des Prinzips zu achten ist. Im theoretischen Teil dieser Arbeit wird im Kontext der Beschreibung der viskoelastischen Wesensart der polymeren Werkstoffe das Grundprinzip der Verschiebungsmethoden näher erläutert. Für einen umfassenden Überblick zu diesem Thema wird an dieser Stelle das Standardwerk von Schwarzl [11] empfohlen. Die ausführliche Herleitung der einzelnen Kennwertfunktionen im Frequenz- und Zeitbereich unter Verwendung von rheologischen Materialmodellen wurde in z. B. Lion [44] dargestellt. Parallel zur Zeit- und Frequenzdomäne werden die Verschiebungsprinzipien für die Approximation der physikalischen Alterung [24,25] sowie des amplitudenabhängigen Kriechverhaltens [45,46] eingesetzt. In der Publikation von J. P. Mercier, J. J. Aklonis, M. Litt [47] wurde das viskoelastische Ausdehnungsverhalten von PC-Bisphenol A charakterisiert. In [48] haben W. Findley und J. Lai das unter kombinierter Zug- und Torsionsbelastung gemessene Kurzzeitkriechverhalten von Polycarbonat beschrieben. Die Auswirkung der Gasdiffusion auf das Kriechverhalten von Polycarbonat wurde in der Arbeit von Hojo und Findley [49] untersucht. In einer weiteren experimentellen Arbeit von A. Parischa, G. Wing, V. Kumar und M. Tuttle in [50] wurde der Effekt der CO<sub>2</sub>-Sorption und -Desorption auf das Kriechverhalten von Polycarbonat dokumentiert. Der bisher vorgestellte Stand der Forschung bietet einen Überblick über die Entwicklungstrends der Polymerherstellung mit der Einführung in das Materialverhalten und dazugehörigen Charakterisierungsmethoden. Im folgenden Abschnitt wird näher auf die möglichen Modellierungsansätze des Materialkriechens eingegangen.

Ähnlich wie bei den herkömmlichen Werkstoffen, wie bei Metallen oder Keramik, stellen auch bei Thermoplasten die glaubwürdige Vorhersage des Materialverhaltens und die Bauteilsimulation eine deutliche Zeit- und Kostenersparnis im Prozess der Bauteilentwicklung dar. In dieser Hinsicht ist die Modellierung des Langzeitkriechens als einer der wichtigsten Gegenstände der Materialforschung zu betrachten. Die Modellierung des viskoelastischen Kriechens wird grundsätzlich mithilfe der empirischen Materialgesetze, mikromechanischer Ansätze oder der Rheologie durchgeführt. In der Rheologie wird die Darstellung des viskoelastischen Materialverhaltens mittels rheologischer Feder-, Dämpfer- und Reibungselemente erzielt. Trotz der möglichen komplexen Reihen- oder Parallelschaltungen lässt diese Modellierungsmethode eine anschauliche Interpretation des Strukturverhaltens zu. Die rheologischen Ansätze beruhen auf der Entwicklung von inneren Variablen. Einen wichtigen Punkt in dem Modellentwurf stellt die thermomechanische Konsistenz des Materialmodells vor, die bei der Herleitung des Modellierungsansatzes zu berücksichtigen ist. Die Grundlagen hierzu wurden in dem Standardwerk von P. Haupt [51], G. Holzapfel [52] dargestellt. Eine komplexe Übersicht zum Thema lineare und nichtlineare Kriechmechanik ist im Werk von J. Betten [53]

enthalten. Weiterhin wurde diese dreidimensionale kontinuumsmechanische Betrachtungsweise für die Darstellung der uniaxialen Kriechphänomene in den Publikationen von D. Pickard, M. Farad [54,55] angewandt. Aufgrund der langen Simulationszeiten, der daraus resultierenden hohen Parameteranzahl, des Rechenaufwands bzw. des kleinen Deformationsbereichs wird bei dem Modellentwurf die Theorie der finiten Deformationen häufig nicht betrachtet. In der vorliegenden Arbeit und auch in zahlreichen weiteren Veröffentlichungen, z. B. in [54,56–59], werden die entsprechenden Konstitutivgesetze in der linearen Form hergeleitet. Um das spannungsabhängige Kriechverhalten darstellen zu können, werden die linearen Differentialgleichungen mit spannungsabhängigen Termen erweitert bzw. direkt mit empirischen Gesetzen modelliert. Der Ursprung der empirischen Kriechmodelle ist mit dem elasto-plastischen Kriechen von Metallen verknüpft. Im Kontext der Beschreibung von Metallkriechen liefern die empirischen Ansätze eine Aussage über die konkreten Deformationsmechanismen. Mit anderen Worten ermöglichen diese Ansätze eine Korrelation zwischen den Größen, die die Materialmikrostruktur, Werkstoffherstellung und das Werkstoffverhalten charakterisieren. Als Beispiel wird an dieser Stelle das diffusionsgesteuerte Versetzungskriechverhalten reiner Metalle (Al, Pb, Sn,  $\alpha$ -Zr,  $\alpha$ -Ti,  $\alpha$ -Fe) aus [60] angegeben. Die mithilfe des internen Spannungsmodells angepassten Parameter des sekundären Kriechens korrespondieren mit dem Harper-Dorn-Kriechverhalten [61,62]. Der temperaturabhängige Übergang des Dislokationskriechens von Ti-Al-Legierungen zum Diffusionskriechen wurde von A. Gorzel und G. Sauthoff [63] untersucht. Die Auswertung der unter Kriechbedingungen gemessenen diffusiven Wachstumsrate von Korngrenzenhohlräumen im Kupfer wurde in der Arbeit [64] durchgeführt. Weiterhin hat sich T. G. Langdon [65] mit der Identifikation von überwiegenden Deformationsmechanismen in reinem Aluminium und Mg-Zr-Legierungen beschäftigt. Unter Bezugnahme auf die Kristallgröße wurden hier anhand der spannungsabhängigen Kriechversuche drei mögliche Fließmechanismen inklusive Versetzungsgleiten identifiziert. Im Allgemeinen gehört das Metallkriechen zu den werkstoffabhängigen Prozessen und wird durch eine Vielzahl von Deformationsmechanismen gebildet. Der mögliche Mangel von Erkenntnissen zu dem obigen Thema und zum Beschreibungsapparat kann mithilfe der Werke von M. E. Kassner [66] oder Lokoshchenko [65] ergänzt werden. Eine breite Übersicht über einachsige Konzepte für die Modellierung des Langzeitkriechens ist in Nuamenko und Altenbach [67] zu finden. Die Verallgemeinerung dieser Gesetze aus [67] ist durch das existierende Kriechpotenzial bedingt. Dabei werden grundsätzlich die Invarianten des Spannungstensors berücksichtigt. Nach Altenbach [68] kann die Äquivalenz des Spannungszustandes anhand des Von Mises Spannungspotenzials dargestellt werden. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit soll außer dem nichtlinearen Langzeitkriechverhalten von Polycarbonat auch die Temperaturabhängigkeit der einzelnen Kriechphasen identifiziert werden. Dabei spielen die physikalischen Eigenschaften der amorphen Polymerstruktur eine zentrale Rolle, ebenso bei der Betrachtung der einzelnen Kriechmechanismen. Grundsätzlich stellen aber die Ansätze für die spannungs- und temperaturabhängigen Kriechprozesse aus der oben zitierten Literatur und [68,69] eine mögliche Variante für die Darstellung des Polymerverhal-

tens vor. Ohne Anspruch auf Vollständigkeit wird hierbei als Beispiel das Konzept der effektiven Spannung nach Rabotnov von 1958 in den Schädigungsprozess eingetragen. Die einzelnen Aspekte der isotropen Schädigung stellen mit Bezug auf tertiäres Kriechen einen wichtigen Bestandteil dieser Arbeit dar. Für einen komplexen Einblick in die historischen Aspekte der Methodenentwicklung bzw. in die thermodynamischen Grundprinzipien der Schädigungs- und Bruchkonzepte wird das Standardwerk von J. Lemaitre [70] empfohlen. Die ausführliche Modellerweiterung um das Konzept der anisotropen Schädigung kann nach S. Murakami [71] berücksichtigt werden. Die obigen Modellansätze sind bei der numerischen Umsetzung grundsätzlich für den Gesamtkörper gültig, wobei die mikromechanischen Modelle sich mit diskreten Simulationen des Materialverhaltens für ein repräsentatives Volumenelement mit geometrisch idealisierter Mikrostruktur befassen. Hier werden die vereinfachten Annahmen häufig mit der Art des repräsentativen Volumens, mit dem Verhalten der einzelnen Komponenten und deren Wechselwirkungen getroffen. Diese Methode kann beispielsweise zur Simulation von Rissausbreitung mithilfe des Potenzgesetzes in einem Multikornmodell, wie in [72,73] angewandt werden. Eine weitere Applikation entspricht z. B. der Simulation der Spannungsverteilung in einem binären Medium [74].

## 2 Theoretische Grundlagen der Polymerwerkstoffe

### 2.1 Übersicht und Beschreibung von Polymerwerkstoffen

Polymere Werkstoffe fallen unter die synthetischen Werkstoffe, die heute als gleichwertiger Konstruktionswerkstoff zu den herkömmlichen Werkstoffen wie Holz, Metall, Glas oder Keramik zählen. Im Vergleich zu Materialien, die aus natürlichen Quellen gewonnen werden, wie Metalle oder Holz, sind die industriell produzierten Polymere für spezielle Verwendungszwecke entwickelt worden. Die Eigenschaften der einzelnen Kunststoffe sind sehr variabel und können in verschiedenster Hinsicht modifiziert werden. Unter Kunststoffen werden allgemein Werkstoffe verstanden, die im Wesentlichen aus einfachen makromolekularen Ketten aufgebaut sind. Den Grundbestandteil für ein Makromolekül stellen die Monomer-Einheiten dar. Diese Einheiten sind niedermolekulare, reaktionsfähige Moleküle, die sich zu verzweigten oder unverzweigten Polymeren zusammenschließen können. Im Hinblick auf die Anzahl von Monomerarten, enthalten in dem betreffenden Makromolekül, ist zwischen Homo- bzw. Copolymeren zu unterscheiden.

Während der Synthese der Makromoleküle entstehen verschiedene Grundstrukturen, die die physikalischen Eigenschaften des Polymers bestimmen. Die Struktur des Makromoleküls in der einfachsten Form ist durch ketten- oder fadenförmige Gestaltung von Monomeren gegeben. Diese Form von gegeneinander beweglichen Kettenelementen ist gekennzeichnet durch eine unregelmäßige Gestalt und wird auch lineares Makromolekül genannt. In Bezug auf die Reaktionsbedingungen werden häufig auch andersartige Atome oder Moleküle an die Hauptkette, die sogenannten Substituenten, angebunden. Ist der Aufbau der seitlich angeordneten Atomgruppen mit dem der Hauptkette identisch, kann von Verzweigungen gesprochen werden [75]. Verzweigungen weisen also einen abweichenden Aufbau zur Hauptkette auf. Der Zusammenhalt der einzelnen Atome in der Molekülkette beruht grundsätzlich auf chemischen und physikalischen Bindekräften. Die Molekülketteninteraktion in den Kettenverhakungen stellen ein Beispiel für physikalische Bindekräfte in polymeren Werkstoffen dar, die durch zugeführte Wärme, Lösemittel oder die Anwendung mechanischer Kräfte reversibel lösbar sind. Diese Interaktion repräsentiert im Vergleich zur Atom- oder der Ionenbindung eine schwache Kraft. Kommen die beiden unipolaren Moleküle einander ausreichend nahe, dann gehen sie eine elektrostatische Wechselwirkung miteinander ein. Aufgrund der oszillierenden Polarisierung der Dipole zwischen den benachbarten Mo-

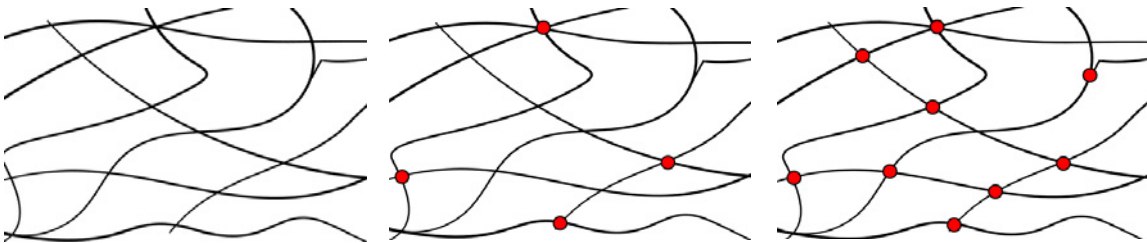
lekülen entstehen schwache Wechselwirkungen, die sog. Van-der-Waals-Kräfte. Die resultierende elektrische Anziehungskraft steigt mit der Länge der Moleküle und mit der sinkenden relativen Entfernung der Nachbarschaftsmoleküle. Bei der aufgebrachten Last oder erhöhter Temperatur steigt die kinetische Energie der gegenseitig aufeinander wirkenden Moleküle. Dies manifestiert sich in einer nachlassenden Anziehungskraft, die die Struktursteifigkeit beeinflusst. Die chemisch untereinander gebundenen Makromoleküle werden als vernetzte Strukturen bezeichnet. Die chemischen Bindekräfte sind bis zu drei Zehnerpotenzen stärker als die physikalischen Kräfte. Dementsprechend ist die Vernetzungsdichte der vernetzten Polymere eine der entscheidenden Polymereigenschaften. Im Endeffekt verursacht die Erhöhung der Vernetzungsdichte zunehmende Härte und Zähigkeit. Je nach Vernetzungsgrad entstehen durch die Vernetzung von Polymeren zuerst elastomere Werkstoffe und bei ausgeprägterem Vernetzungsgrad Duroplaste. Ausgehend von der inneren Struktur der Kunststoffe, die die makroskopischen Eigenschaften bestimmt, können die polymeren Werkstoffe in Thermoplaste, Elastomere und Duroplaste unterteilt werden. Im Weiteren sind die Kunststoffe durch drei typische Zustände gekennzeichnet: Zu unterscheiden ist zwischen dem Glaszustand, entropieelastischen Zustand und dem Schmelz-Zustand. Zwischen den erwähnten Zustandsbereichen gibt es zwei, sich über einen Temperaturbereich erstreckenden Übergangsbereiche: den sogenannten Glasübergangsbereich und bei Thermoplasten den Schmelz-Bereich.

Die thermoplastischen Werkstoffe sind grundsätzlich aus linearen oder verzweigten Makromolekülen aufgebaut. Eine regelmäßig angeordnete Makromolekülkette wird als kristalliner Bereich in der polymeren Struktur bezeichnet. Die gesamte Polymerstruktur enthält insgesamt amorphe Gebiete, die mit Kristallen ergänzt sind. Sie werden daher teilkristalline Thermoplaste genannt. Darüber hinaus können noch rein amorphe Thermoplaste unterschieden werden. In diesem Fall liegen die Makromoleküle ungeordnet nebeneinander und weisen keine übergeordnete Ordnung auf. Auf den ersten Blick sind zwischen diesen zwei Sorten von Polymeren deutliche Unterschiede zu beobachten: Die amorphen Thermoplaste sind ohne zusätzliche Ergänzung von Farbstoffen glasklar, während die teilkristallinen milchig sind. Thermoplaste werden für die meisten Anwendungen unterhalb der Glasübergangstemperatur ( $T_g$ ) eingesetzt, wo sie einen Glaszustand aufweisen. Bei einer Erwärmung oberhalb  $T_g$  wird die makromolekulare Mobilität des Materials erhöht. Durch die zugeführte Wärme ändert sich die kinetische Energie der Molekülketten im Material, wodurch die schwachen Strukturkräfte überwunden werden. Dieser Vorgang verursacht den Übergang vom energieelastischen zum weichen entropieelastischen Zustand, wo die Thermoplaste in der technischen Praxis ihre finale Form gewinnen. Wird die Schmelztemperatur überschritten, ist der Übergang aus dem entropieelastischen Bereich in den Fließbereich zu erwarten. Die wichtigsten praxisorientierten Eigenschaften der thermoplastischen Werkstoffe sind unter anderem eine sehr gute Verformbarkeit, eine gute chemische Beständigkeit, ein geringes Gewicht und Korrosionsbeständigkeit.

Die Duroplaste gehören zur Gruppe der glasartigen Polymerwerkstoffe, deren Struktur über chemische Hauptvalenzbindungen stark vernetzt ist. Duroplaste

gehören gleichzeitig zur Gruppe der amorphen Materialien, daher sind auch hier physikalische Bindungen zu erwarten. Im Gegensatz zu den Thermoplasten ist die Form der thermisch oder chemisch ausgehärteten Duroplaste nicht mehr veränderlich. Die Schmelztemperatur liegt bei diesen Polymeren oberhalb der Zersetzungstemperatur. Allgemein werden die Duroplaste in technischen Anwendungen eingesetzt, wo erhöhte thermomechanische Festigkeit, ein geringes Gewicht und zeitliche Stabilität erforderlich sind. Je nach Zusammensetzung weisen die Duroplaste unterschiedliche Eigenschaften auf.

Strukturell bestehen die Elastomere aus untereinander schwach vernetzten Makromolekülketten. Zusätzlich wirken im Material die Verschlaufungen und weitere physikalische Bindungskräfte, die durch die Zugabe von bestimmten Stoffen wie Ruß oder Aluminiumoxid entstehen können. Die Hauptrohstoffe für die Herstellung von Elastomeren sind Naturkautschuk oder Synthetikautschuk. Nach dem thermo-chemischen Vulkanisationsprozess verknüpfen sich die Kautschukmolekülketten untereinander und es entsteht die finale Form des gummielastischen Materials. Die Glasübergangstemperatur von Elastomeren liegt weit unterhalb der Einsatztemperatur. Die Elastomere sind aufgrund der inneren Struktur für große reversible Dehnungen ausgelegt. Aus Elastomeren werden heute Bauteile mit hohen Dichtungs- und Elastizitätseigenschaften hergestellt. Bei der Materialwahl kann noch eine zusätzliche Untergruppe von Elastomeren unterschieden werden. Es handelt sich um die thermoplastischen Elastomere, die sich aufgrund ihres molekularen Aufbaus ähnlich wie Elastomere verhalten. Bei Raumtemperatur weisen die thermoplastischen Elastomere ein gummielastisches Verhalten auf. Unter Einwirkung von Wärme sind sie aber schmelzbar, was wie bei Thermoplasten eine hohe Gestaltungsfreiheit zulässt. In der Abbildung 2.1 ist die Struktur der Polymere schematisch dargestellt.



**Abbildung 2.1** Struktur der Polymere: Thermoplaste (links), Elastomere (in der Mitte) und Duroplaste (rechts).

Mengenmäßig stellen die Thermoplaste den größten Anteil der industriell produzierten Kunststoffe dar. Anhand der Anwendungsmöglichkeiten und des Preis-Leistungs-Verhältnisses insgesamt lassen sich die Thermoplaste zusätzlich in drei Gruppen einteilen. Die zumeist kommerziell verwendeten Thermoplaste wie Polypropylen (PP), Polystyrol (PS), Polyvinylchlorid (PVC) gehören in die Gruppe der Standardkunststoffe. Die zweite Gruppe ist auch unter dem Namen Ingenieurkunststoffe bekannt. Diese Werkstoffe verfügen über verbesserte mechanische und thermische Eigenschaften und werden häufig in der Industrie für konstruktiv



anspruchsvolle Anwendungen eingesetzt. Zu dieser Gruppe gehören Materialien wie Polyamide (PA), Polymerblends wie ABS/PC oder auch der hier untersuchte Kunststoff Polycarbonat (PC). Die dritte Gruppe bilden die Hochleistungskunststoffe, deren hochwertige Eigenschaften speziell für sehr anspruchsvolle Anwendungen ausgelegt sind. Es handelt sich in diesem Fall um Aramide, Polysulfone (PAR, PPSU), Polyetherketone (PEK, PEEK) und weitere.

## 2.2 Beschreibung des untersuchten Materials (Polycarbonat, PC)

In dieser Arbeit wurde das Material Polycarbonat verwendet, konkret ‚Makrolon<sup>®</sup> GP clear 099‘, das von der BAYER AG hergestellt wird. Die Standardparameter des untersuchten Polycarbonats sind in der Tabelle 2.1 zu sehen.

**Tabelle 2.1** Ausgewählte Standardwerte von Polycarbonat.

Eigenschaften	Testbedingungen	Typische Werte	Einheit	Standard
<b>Physikalische:</b>				
Dichte		1200	Kg/m <sup>3</sup>	ISO 1183-1
Sättigung der Wasseraufnahme	Wasser auf 23 °C	0.30	%	ISO 62
<b>Mechanische:</b>				
Zugmodul	$2.16 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	2350	MPa	ISO 527-1,-2
Fließspannung	$1.11 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	>60	MPa	ISO 527-1,-2
Fließgrenze	$1.11 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	6	%	ISO 527-1,-2
Biegemodul	$4.44 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	2350	MPa	ISO 178
Biegefestigkeit	$4.44 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	90	MPa	ISO 178
<b>Thermale:</b>				
Vicat-	50N,50°C/h	148	°C	ISO 306
Erweichungstemperatur				
Wärmeleitfähigkeit	23°C	0.20	W/mK	ISO 8302
Linearer, thermischer Ausdehnungskoeffizient	23 to 55°C	0.65	10 <sup>-4</sup> /K	ISO 11359-1,-2

Abgesehen davon, dass Polycarbonat einen gewissen, sehr kleinen Anteil von Kristallinen-Strukturen beinhaltet, zählt es zu den amorphen thermoplastischen Polymeren. Seit seiner Entwicklung in den 1950er Jahren wurde Polycarbonat aufgrund seiner beeindruckenden physikalischen Eigenschaften in vielfältigen industriellen und kommerziellen Anwendungsbereichen eingesetzt. Unter dem Na-

men ‚Makrolon®‘ ist das PC mit der chemischen Struktur bekannt, die in Abbildung 2.2 dargestellt ist.

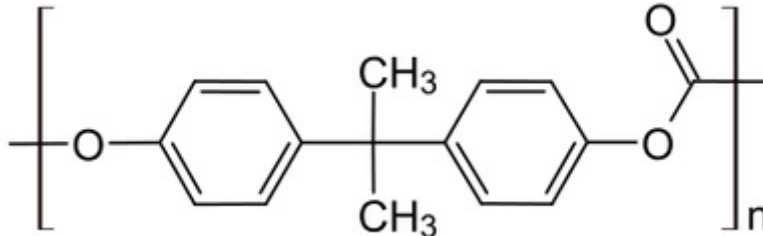


Abbildung 2.2 Darstellung der chemischen Struktur von PC

Als amorphes Material ist Polycarbonat durch seine hohe Transparenz charakteristisch. Zu seinen Basiseigenschaften gehören die hohe Wärmeformbeständigkeit, eine ausgezeichnete Schlagzähigkeit, eine hohe Festigkeit sowie eine gute Maßhaltigkeit. Polycarbonat ist beständig gegen verdünnte Säuren, gegen viele Öle und Fette sowie gegen Ethanol. Heutzutage werden Produkte aus Polycarbonat mittels diverser Verfahren hergestellt. Die gängigsten Produktionsverfahren stellen Spritzgießen, das Extrudieren und das Pressen dar. Bei Polycarbonat sind aus der Sicht der Verarbeitbarkeit und Anwendbarkeit die Schmelztemperatur und die Glasübergangstemperatur von besonderem Interesse. Laut der Tabelle 2.1. liegt die Glasübergangstemperatur nach dem Standardversuch bei 148 °C und die Schmelztemperatur oberhalb von 220 °C. Der Grund für diese außergewöhnlich hohen Temperaturbereiche, bis es zur Zustandsänderung beim PC kommt, wurde von H. Schnell in [76] beschrieben. Eine der Ursachen für den hohen Schmelzpunkt des Polycarbonats sind die Nebenvalenzkräfte der aromatischen Ringe. Im Allgemeinen trägt der geringe Einfluss der Substituenten am zentralen C-Atom zur erhöhten Starrheit und geringeren Biegsamkeit der Fadenmoleküle bei. Je steifer die Moleküle sind, desto geringer ist die Gesamtzahl der Konfigurationsmöglichkeiten in der Schmelze. Dadurch wird die Entropiezunahme beim Schmelzen kleiner und der bestimmte Schmelzpunkt ist tendenziell höher [76]. In praktischer Hinsicht eröffnet der hohe Grenztemperaturbereich des Glaszustands ein breites Feld von Anwendungsmöglichkeiten. Der wenig polare Charakter, die geringe Wasseraufnahme und gleichzeitig die hohe Glasübergangstemperatur stellen günstige Voraussetzungen für die guten elektrischen Eigenschaften dar, die zusammen mit den günstigen mechanischen Eigenschaften auch zur hohen industriellen Anwendbarkeit beitragen. Im Vergleich zu den massenweise produzierten Thermoplasten verfügt das Polycarbonat über verbesserte Festigkeits- und Steifigkeitseigenschaften. Die zahlreichen Anwendungsmöglichkeiten in der Automobil- oder der Flugindustrie sind gleichzeitig mit einer spürbaren Gewichtsersparnis zu verbinden. Im Gegensatz zu den metallischen Werkstoffen weisen die Thermoplaste eine ausgeprägte Zeit-, Geschwindigkeits-, Temperatur-, Frequenz- und im vielen Lastfällen auch

Amplitudenabhängigkeit auf. Diese sogenannte viskoelastische Natur des Werkstoffverhaltens ist auf die molekulare Struktur und deren Bindungskräfte zurückzuführen. Hierbei ist anzumerken, dass dieses komplexe Werkstoffverhalten einen unmittelbaren Einfluss auf die Lebensdauer und Funktionalität der entworfenen Konstruktionsteile hat. Im Hinblick auf die Vielfalt und die Intensität der Umstände, die das Materialverhalten beeinflussen, ist eine genaue und anspruchsvolle Charakterisierung des Polycarbonats von wesentlicher Bedeutung.

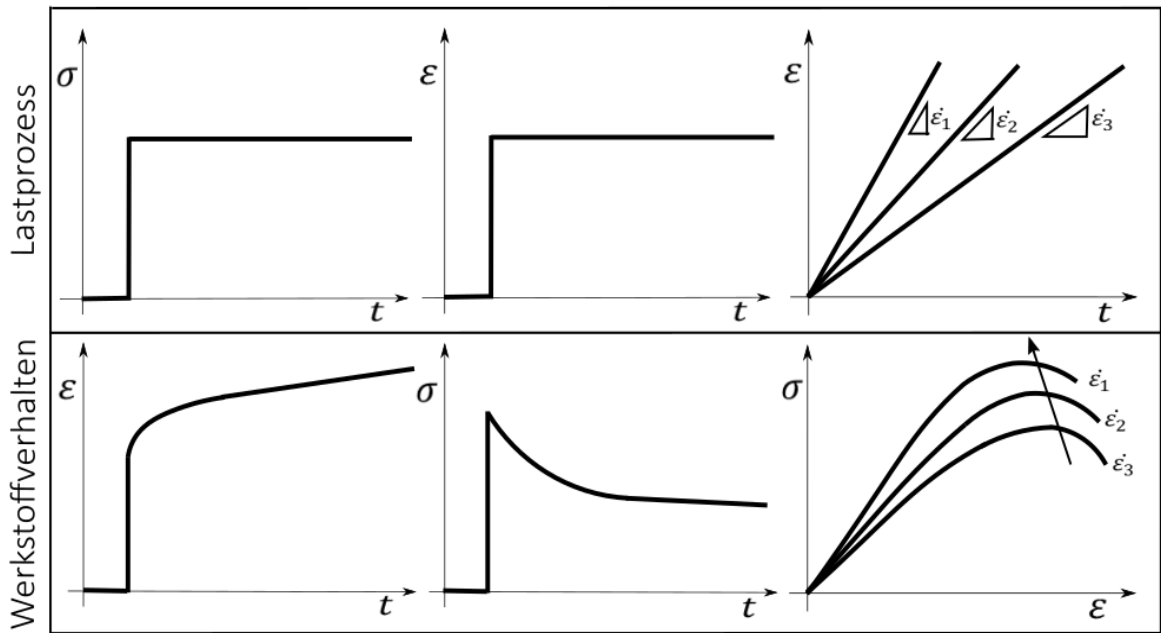
## **2.3 Beschreibung des viskoelastischen Werkstoffverhaltens von amorphen Polymeren im Glaszustand**

Viskoelastisches Werkstoffverhalten basiert auf der Struktur von glasartigen Polymeren und besteht aus einem viskosen und einem elastischen Anteil. Die gekoppelten Merkmale von Flüssigkeiten und Feststoffen in ihrem Materialverhalten sind durch Materialprüfungen zu erkennen. Bei mechanischer Beanspruchung sind im Fall von amorphen Thermoplasten zwei Bereiche zu beachten: Es muss zwischen dem linearen und dem nichtlinearen Bereich des viskoelastischen Werkstoffverhaltens unterschieden werden. Im Allgemeinen weist der nichtlinear-viskoelastische Deformationsbereich eine starke Amplitudenabhängigkeit auf, wobei eine bleibende Verformung zu erwarten ist. In der Praxis werden die typischen Zeit-, Temperatur-, Frequenz- oder Ratenabhängigkeiten des viskoelastischen Werkstoffverhaltens mittels statischer, quasi-statischer oder dynamischer Versuche ermittelt.

Die grundlegenden Experimente, die zur Bestimmung des instabilen Langzeitverhaltens zur Verfügung stehen, sind Kriech- oder Relaxationsversuche. Als Kriechen wird eine zeitabhängige Verformung des Prüfkörpers beschrieben, die mit dem Aufbringen einer konstanten Last eine steigende Tendenz hat. Kriechen von amorphen Polymeren zeigt eine signifikante Temperaturabhängigkeit, die einen klaren Zusammenhang mit der intermolekularen Struktur hat. Wie bereits erwähnt, erweicht die steigende Temperatur durch die wachsende mikroskopische Wärmebewegung die molekularen Bindekräfte. Abgesehen davon reagiert der Prüfkörper auf der mikromechanischen Skala auf die aufgebrachte Last mit molekularen Umlagerungen, Drehungen oder Drehungen ohne Aufhebung von Verknüpfungen. Hierbei wird ein wesentlicher Anteil der Energie im Material durch reversible Prozesse gespeichert. Wird der lineare Bereich überschritten, sind die Aufhebung von Verknüpfungen, Molekülgleitungen oder andere plastische Deformationsprozesse zu erwarten. Makroskopisch lässt sich dieses Verhalten mittels eines spannungsgesteuerten Zug-, Druck- oder Scherkriechversuchs darstellen. Die gesamte Dehnungsantwort besteht aus der spontanen Antwort, die hauptsächlich linearen Charakter hat, sowie aus dem nichtlinearen Kriechverlauf. Im Allgemeinen besteht eine Kriechkurve gemessen an dem nichtlinear-viskoelastischen De-

formationsbereich aus drei charakteristischen Kriechbereichen. Der erste Bereich entsteht direkt nach der Belastung des Prüfkörpers und ist als primäres Kriechen bekannt. Auf der mikroskopischen Ebene bewegen sich die strukturellen Elemente aus der günstigeren Position mit kleinerer Energiebarriere an die ungünstigere Stelle mit höherer Energiebarriere [77]. Dieses Strukturverhalten manifestiert sich als Zeit-Verfestigungsprozess und ist durch die Reduktion der Kriechgeschwindigkeit gekennzeichnet. Nach dem Abklingen der zeitlichen Verfestigung des amorphen Materials stellt sich das Gleichgewicht zwischen den Verfestigungs- und den Entfestigungsprozessen ein. Dieses Werkstoffverhalten entspricht dem zweiten Bereich, der sich häufig als sekundäres oder auch stationäres Kriechen beschreiben lässt. Die zunehmende Bedeutung der Entfestigungsprozesse, wie Kettenspaltungen oder Gleitungen mit der wachsenden Deformation, verursachen bei den duktilen Materialien einen kontinuierlichen Übergang vom sekundären ins tertiäre Kriechen. Die deutlich geschädigte Querschnittsfläche des Prüfkörpers spiegelt sich in der beschleunigten Kriechgeschwindigkeit des geprüften Prüfkörpers wider. Bei der gedanklichen Einschränkung nur auf den linear-viskoelastischen Deformationsbereich sind der tertiäre Kriechbereich und die mit ihm verbundenen Kriechmechanismen nicht zu berücksichtigen. Hierbei ist anzumerken, dass die Entlastung des im linearen Bereich belasteten Prüfkörpers die Rückkriechprozesse der strukturellen Elemente in die Ausgangslage verursacht.

Die nächste signifikante Materialeigenschaft, die die Anwendungsmöglichkeiten von Thermoplast-Bauteilen beeinflusst, wird auch als Spannungsrelaxation bezeichnet. In diesem Zusammenhang repräsentiert ein statisches Relaxationsexperiment einen Standardversuch, der wie der Kriechversuch zur Ermittlung der zeitabhängigen Stoffeigenschaften, z. B. der Relaxationsfunktionen, dient. Die Spannungsrelaxation ist definiert als zeitliche Abnahme der Spannung im Material, das bei einer konstanten Temperatur einer konstanten Dehnung ausgesetzt war. Bei der eingestellten Deformation des Prüfkörpers beruht die Spannungsrelaxation des Prüfkörpers im Glaszustand auf den verzögerten Strukturkriechprozessen. In der Regel reagiert das thermoplastische Material bei der Realisierung der idealisierten, sprungartigen Dehnbeanspruchung als ein starres hochviskoses Medium. Unter der Annahme einer unendlich schnellen Deformationsrate setzen sich die viskosen Eigenschaften des Polymerglases erst nach der Stabilisierung des Deformationszustands durch. Aufgrund der gegenseitigen Mobilität von intrinsischen Strukturelementen lockern sich die Strukturkräfte, was in der Abnahme der Spannung resultiert. Das oben diskutierte viskoelastische Werkstoffverhalten, das durch den Kriech- und Relaxationsversuch beschrieben wird, ist zusammen mit dem ratenabhängigen Zugversuch schematisch in der Abbildung 2.3 veranschaulicht.

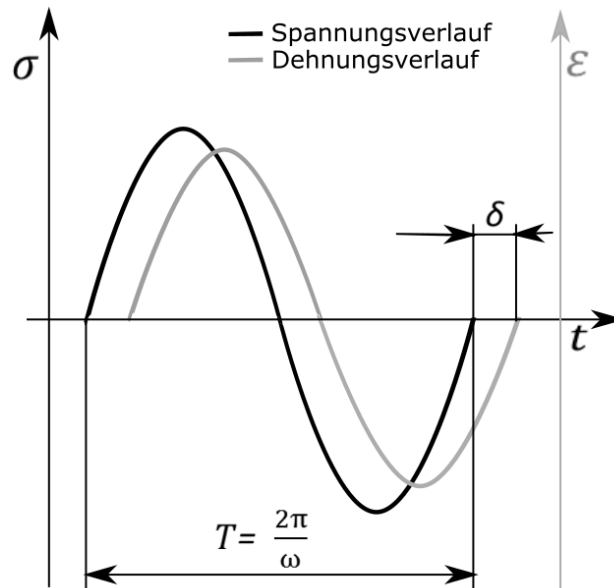


**Abbildung 2.3** Viskoelastisches Werkstoffverhalten ermittelt durch statische und quasistatische mechanische Prüfvorgänge (Kriechen, Relaxation, Zugversuch).

Die rechte Seite der obigen Abbildung repräsentiert die Ratenabhängigkeit der amorphen Thermoplaste. Da diese ein signifikantes zeitabhängiges Werkstoffverhalten aufweisen, ist auch die Geschwindigkeit der Lastaufbringung von großer Bedeutung. Das ausgewählte obere Teil der Abbildung 2.3 stellt drei Lastsituationen von statischen und quasi-statischen Versuchen dar. Die Auswirkungen der unterschiedlich eingestellten Dehngeschwindigkeiten entsprechen in dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm den drei unterschiedlichen Verläufen. Die Ursache für die niedrigere Spannungsantwort bei sinkenden Dehnraten des dehnungsgesteuerten Experiments besteht in den ausgeprägten Relaxationsprozessen. Dies führt zu einer ratenabhängigen Streckgrenze, die mit der Erhöhung der Dehnrates eine steigende Tendenz aufweist.

Die Überlagerung der elastischen und der viskosen Eigenschaften kann auch mithilfe einer periodisch wechselnden Beanspruchung in der dynamisch-mechanischen Analyse (DMA) ermittelt werden. Außerdem lassen sich mithilfe der DMA Untersuchungen bezüglich Erkenntnissen über chemische und physikalische Alterungsvorgänge sowie zur Feuchteaufnahme im Material ermitteln. Analog zu den Relaxations- oder Kriechversuchen wird auch hier der Prüfkörper unter einer definierten Spannung bzw. Dehnung beansprucht. Die dynamische, sinusförmige Beanspruchung erfolgt in meisten Fällen nach der Einstellung der entsprechenden Vorspannung oder Vordeformation. Um das reale frequenzabhängige Materialverhalten charakterisieren zu können, wird der linear-viskoelastische Deformationsbereich bei der Lasteinstellung betrachtet. Eine zusätzliche Abhängigkeit des geprüften Materials vom Lastniveau könnte die Materialstruktur durch Schädigungsausbreitung oder plastisches Fließen deutlich beeinflussen. Anschließend würde sich

der frequenzabhängige Charakter des Materials lastabhängig verhalten und die ausgewerteten Kennwertfunktionen mit einer weiteren Nichtlinearität überlagern. Die sogenannte Amplitudenabhängigkeit wird häufig anhand eines Amplitudensweeps überprüft. Dieser Prozess erfolgt bei einer konkreten Frequenz durch eine inkrementell steigende Lastamplitude. Ausgehend von der Charakterisierung der Materialnachgiebigkeit besteht das Grundprinzip der DMA-Methode in der Auswertung der eingeschwungenen Dehnungs- und Spannungsverläufe. Anhand der gemessenen Dehnungsamplitude  $\varepsilon$  und der ausgewerteten Phasenverschiebung  $\delta$  werden die resultierenden frequenzabhängigen Kenngrößen ermittelt [11]. Die schematische Darstellung des Anregungssignals mit der Deformationsantwort ist in der Abbildung 2.4 zu sehen.



**Abbildung 2.4** Schematische Darstellung der linear-viskoelastischen Dehnungsantwort auf eingeschwungenen Spannungszustand mit der Periode  $T$  und Phasenverschiebung  $\delta$ .

Die vorgeschriebene harmonische Spannung mit der Kreisfrequenz  $\omega$  und der Amplitude  $\sigma_0$  lässt sich für den eingeschwungenen Zugzustand anhand der folgenden Funktion ausdrücken:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \cos(\omega t) \quad \text{für } t > 0. \quad (2.1)$$

Im Rahmen der linearen Viskoelastizität ergibt sich der harmonische Dehnungsverlauf, der gegenüber dem Spannungsverlauf um die Phasenwinkelverschiebung  $\delta$  verzögert ist, wobei gilt:

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 J_d(\omega) \cos(\omega t - \delta). \quad (2.2)$$

Die Größe  $J_d(\omega)$  wird häufig als der Absolutwert der dynamischen Nachgiebigkeit bezeichnet und stellt das Verhältnis der Deformationsamplitude zur Spannungsamplitude dar. Die resultierende Deformation lässt sich auch als Summe aus zwei harmonischen Schwingungen derselben Frequenz in der folgenden Form auffassen:

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 (J'(\omega) \cos(\omega t) + J''(\omega) \sin(\omega t)). \quad (2.3)$$

Die frequenzabhängigen Kennwerte  $J'(\omega)$  und  $J''(\omega)$ , die sich aus der Auswertung eines spannungssteuerten Versuchs ergeben, werden als Speicherkomponente und Verlustkomponente der dynamischen Nachgiebigkeit bezeichnet [11,78]. Unter Berücksichtigung linear-viskoelastischen Materialverhaltens sind folgende Beziehungen in der Lage, die frequenzabhängigen elastischen und viskosen Effekte zu erfassen:

$$J_d(\omega) = \sqrt{(J'(\omega))^2 + (J''(\omega))^2} \quad (2.4)$$

$$J'(\omega) = J_d(\omega) \cos\delta \quad (2.5)$$

$$J''(\omega) = J_d(\omega) \sin\delta \quad (2.6)$$

$$J^*(\omega) = J'(\omega) - iJ''(\omega) \quad (2.7)$$

$$\tan\delta(\omega) = J''(\omega) / J'(\omega). \quad (2.8)$$

Die komplexe Nachgiebigkeit  $J^*(\omega)$  repräsentiert einen frequenzabhängigen Modul, der als komplexe Größe definiert ist und besteht aus einem Real- und einem Imaginärteil. Der Realteil wird auch die Speicherkomponente der dynamischen Nachgiebigkeit genannt, während der Imaginärteil häufig als Verlustkomponente bezeichnet wird. Aus dem Verhältnis zwischen der Verlust- und der Speicherkomponente ergibt sich der Verlustfaktor  $\tan\delta(\omega)$ , der das innere Dämpfungsverhalten des Werkstoffs charakterisiert.

Für den Lastfall der eingeschwingenen dehnungsgesteuerten harmonischen Anregung unter Zugbelastung gilt:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \text{ für } t > 0. \quad (2.9)$$

Die Spannungsantwort des schwingenden Körpers geht der erzwungenen harmonischen Anregung mit der Kreisfrequenz  $\omega$  um die Phasenverschiebung  $\delta$  voraus.

$$\sigma(t) = \varepsilon_0 E_d(\omega) \sin(\omega t + \delta) \quad (2.10)$$

Die Größe  $E_d(\omega)$  ist der Absolutwert des dynamischen Moduls und stellt das Amplitudenverhältnis der Spannung zur Deformation dar. Nach der Umformung lässt sich die resultierende Spannung

$$\sigma(t) = \varepsilon_0 (E'(\omega) \sin(\omega t) + E''(\omega) \cos(\omega t)) \quad (2.11)$$

in die Summe aus zwei harmonischen Komponenten zerlegen. Die Parameter  $E'(\omega)$  und  $E''(\omega)$  entsprechen dem Speicher- bzw. Verlustmodul. Der Speichermodul  $E'(\omega)$  ist ein Maß für die während einer Schwingungsperiode gespeicherte Energie. Die viskose Komponente  $E''(\omega)$  ist proportional zum Anteil der Deformationsenergie, der dissipiert und dementsprechend in Wärme umgewandelt wird. Ähnlich wie im vorherigen, spannungsgesteuerten Beispiel lassen sich die viskoelastischen Effekte mit folgenden Zusammenhängen beschreiben:

$$E_d(\omega) = \sqrt{\left(E'(\omega)\right)^2 + \left(E''(\omega)\right)^2} \quad (2.12)$$

$$E'(\omega) = E_d(\omega) \cos\delta \quad (2.13)$$

$$E''(\omega) = E_d(\omega) \sin\delta \quad (2.14)$$

$$E^*(\omega) = E'(\omega) + iE''(\omega) \quad (2.15)$$

$$\tan\delta(\omega) = E''(\omega) / E'(\omega) \quad (2.16)$$

Der komplexe dynamische Modul  $E^*(\omega)$  ist aus einem Real- und einem Imaginärteil zusammengesetzt. Die Komponente  $E'(\omega)$  wird auch als in-phase mit der Deformation definiert. Die viskosen Eigenschaften des Werkstoffverhaltens sind durch die out-of-phase-Komponente  $E''(\omega)$  repräsentiert, die auch den imaginären Teil des komplexen Moduls  $E^*(\omega)$  darstellt. Der Verlustfaktor  $\tan\delta(\omega)$  signalisiert das Maß für das Verhältnis von dissipierter Energie zu elastisch gespeicherter Energie während einer periodischen Deformation. Er kennzeichnet die mechanische Dämpfung oder die innere Reibung eines viskoelastischen Systems. Bei dem Grenzfalle, wo der Wert von  $\tan\delta(\omega)$  gleich 0 ist, wird von einem rein elastischen Materialverhalten gesprochen. Ein hoher Wert von  $\tan\delta(\omega)$  kennzeichnet ein Material mit hohem nichtelastischen Verformungsanteil und hohem Dissipationspotenzial [75]. Mit dem Beweis von Schwarzl [11] lässt sich zeigen, dass folgende Beziehungen gelten:

$$\tan\delta(\omega) = E''(\omega) / E'(\omega) = J''(\omega) / J'(\omega). \quad (2.17)$$

Gleichzeitig gilt, dass das Verhältnis der Amplituden hinsichtlich Spannung und Deformation in beiden Fällen gleich ist:

$$E_d(\omega) = 1 / J_d(\omega) \quad (2.18)$$

$$E^*(\omega) = 1 / J^*(\omega). \quad (2.19)$$

Es ist notwendig, die Tatsache zu erwähnen, dass die obigen Überlegungen nur für die dynamischen Materialfunktionen gelten. Aufgrund der Reziprozität entsteht durch die Umrechnungsmöglichkeit der dynamischen Kennwerte eine deutliche



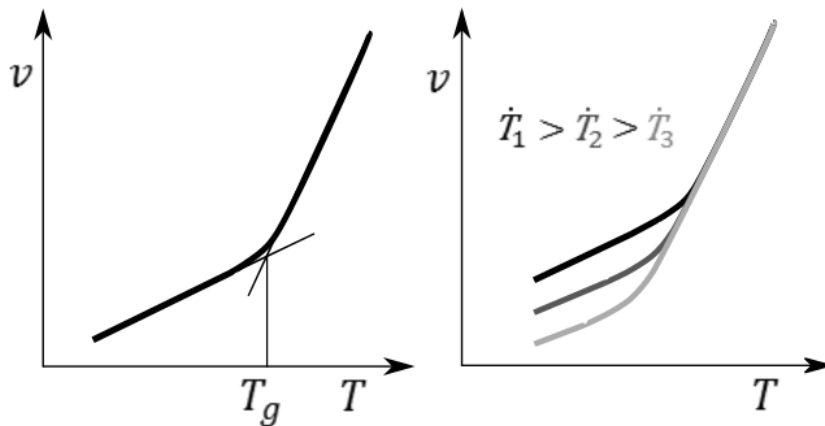
Vereinfachung im Prozess der Materialcharakterisierung. Die Charakterisierung des Werkstoffes mittels Temperatur- und Frequenzsweeps dient als Basis für die Auswertung nach den Zeit-Frequenz-Verschiebungs-Prinzipien, die für thermorheologisch einfache Stoffe gültig sind.

Das zeitlich-instabile viskoelastische Verhalten von glasartigen amorphen Polymeren wurde bisher anhand der unterschiedlichen Reaktionen des amorphen Materials auf diverse mechanische Lastfälle erklärt. Abgesehen von den äußeren mechanischen Auswirkungen auf das Werkstoffverhalten sind die Eigenschaften der thermoplastischen Polymerbauteile stark von der sog. volumetrischen Schrumpfung betroffen. Der Herstellungsprozess gemeinsam mit dem Abkühlprozess im Glaszustand stellen die physikalischen Ursachen für den Übergang des Materials in dem thermodynamischen Nichtgleichgewichtszustand dar, der für die zeitliche Werkstoffinstabilität verantwortlich ist. Das im Glaszustand vorliegende instabile Werkstoffverhalten wird häufig als Volumenrelaxation bezeichnet. In Bezug auf die zeitabhängigen Relaxationsprozesse, die ihren Ursprung in der Materialstruktur haben, wird in diesem Absatz die Volumenrelaxation als viskoelastischer Effekt gesehen. Im Sinne von Relaxation zweiter Ordnung wurde auch der Arbeitsbegriff ‚Physikalische Alterung‘ etabliert, der anhand der Theorie des freien Volumens veranschaulicht werden kann [16]. Um die Auswirkung des freien Volumens auf das Werkstoffverhalten zu verstehen, muss von einem gummielastischen Zustand des thermoplastischen Materials, oberhalb der Glasübergangstemperatur, ausgegangen werden. Der grundlegende Gedanke der Theorie vom freien Volumen wurde von Schwarzl [11] als additiver Split des Polymervolumens  $v$  eingeführt, womit gilt:

$$v = v_0 + v_s + v_f. \quad (2.20)$$

Amorphe Polymere im entropieelastischen Zustand bestehen laut den vorstehenden Überlegungen aus dem Eigenvolumen der Moleküle  $v_0$ , aus dem Schwingungsvolumen der Moleküle  $v_s$  und aus dem freien Volumen  $v_f$ . Das Schwingungsvolumen entsteht durch die Eigenschwingungen der Makromoleküle, die aufgrund der erhöhten Temperatur um ihre Gleichgewichtslage die Wärmeschwingungen ausführen. Im weiteren Verlauf verursacht das asymmetrische Potenzial der Anziehungs- oder Abstoßungskräfte mit der steigenden Temperatur eine Erhöhung des mittleren Abstands der benachbarten Moleküle. Die weggeschwungenen Makromoleküle bilden eine Leerstelle. Dieser Mechanismus unterstützt die Erweiterung des freien Volumens im amorphen, entropieelastischen Werkstoffzustand. In der Regel sind die amorphen Thermoplaste keine ideal homogenen Werkstoffe, wobei das bestehende freie Volumen größtenteils auf das Fertigungsverfahren zurückzuführen ist. Oberhalb des Glasüberganges wird davon ausgegangen, dass der thermodynamische Zustand des freien Volumens  $v_f$  mit dem Zustand des Molekülvolumens  $v_0$  im Gleichgewicht ist, weshalb häufig vom sog. Gleichgewichtszustand gesprochen wird. Die Beweglichkeit der Moleküle hängt wesentlich vom Inhalt des freien Volumens ab. Unter Berücksichtigung des Abkühlvorganges sinken auch der Gehalt des freien Volumens und gleichzeitig die Möglichkeit der Wärmebewegungen von Makromolekülen. Mit der geringer werdenden Anzahl und Größe der Leerstellen

erhöhen sich die molekularen Anziehungskräfte, was sich auch in einer Verringerung der Segmentbewegungen spiegelt. Die abnehmende Entropie des Systems geht zudem mit eingeschränkten Molekülbewegungsmöglichkeiten einher. Eine Überschreitung der kritischen Temperatur, der sog. Glasübergangstemperatur ( $T_g$ ), verursacht eine deutliche Beschränkung der Kettenkonformationen und friert den Gehalt des freien Volumens ein. Dieses Materialverhalten ist stark temperaturratenabhängig. Bei einer erhöhten Abkühlrate verschiebt sich der Temperaturbereich des Glasübergangs hin zu höheren Werten. Dieses Phänomen entsteht durch schnelleres Erstarren von Strukturelementen. Der gleiche Effekt ist bei der Verdichtung der Polymerschmelze mit erhöhtem Druck zu beobachten. Die Auswirkungen des aufgebrachtten Drucks manifestieren sich in der Abnahme des Gesamtvolumens, wobei die Kompression der Schmelze hauptsächlich durch die Verringerung des freien Volumens verursacht wird. Die deutliche Abnahme des Niveaus des spezifischen Volumens im gummielastischen Zustand wurde anhand der steigenden Drucklast in [79] festgestellt. Die vorherigen Überlegungen werden durch die gemessene Abnahme des spezifischen Volumens, der Lochgröße und des freien Volumenbruchs am druckverdichteten PS und SAN anhand der Positron-Anihilations-Lebensdauer-Spektroskopie unterstützt [18]. Die ausgeprägte Druckabhängigkeit weist auf den signifikanten Einfluss des industriellen Fertigungsverfahrens hinsichtlich der Bildung des freien Volumens hin. Der Übergang zwischen dem entropieelastischen und dem Glaszustand, gemessen mittels TMA-Methode, zeigt einen scharfen Knick. Durch die Extrapolation der gemessenen Werte in beiden Bereichen wird der Schnittpunkt erreicht, der die Glasübergangstemperatur definiert. Diese vereinfachte schematische Approximation der Glasübergangstemperatur und der Temperaturratenabhängigkeit ist auch in Abbildung 2.5 zu sehen.



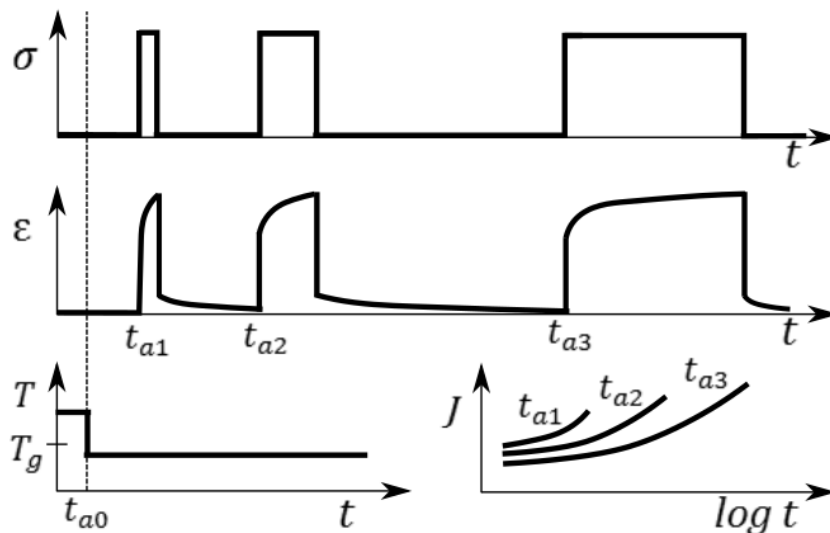
**Abbildung 2.5** Schematische Darstellung der Glasübergangstemperatur (links) und der angedeuteten Temperaturratenabhängigkeit des spezifischen Volumens  $v$  (rechts).

Bei der Abkühlung auf unterhalb der Glasübergangstemperatur befindet sich der amorphe Polymerwerkstoff im Glaszustand, wo die Entropie des Systems durch die eingeschränkte strukturelle Beweglichkeit deutlich niedriger ist. Daher

kann der thermodynamische Gleichgewichtszustand nicht mehr eingestellt werden. Das eingefrorene freie Volumen verliert aber nicht die Tendenz, aus dem Material heraus zu diffundieren und das thermodynamische Gleichgewicht anzustreben. Die daraus resultierende Volumenrelaxation ist eine Funktion von Zeit und Temperatur. Dabei lassen sich die oben erwähnten Effekte, die den Nichtgleichgewichtszustand begleiten, unter dem bereits eingeführten Arbeitsbegriff der physikalischen Alterung zusammenfassen. Der thermodynamische Gleichgewichtszustand kann nur im Spezialfall bei den amorphen Thermoplasten im Glaszustand erreicht werden. Es handelt sich dabei um die Situation, in der das Material isotherm auf einer Temperatur direkt unten dem Glasübergangsbereich gehalten wird. Die Beweglichkeit der Makromoleküle bleibt wegen der zugeführten Wärme immer noch auf einem relativ hohen Niveau. Die günstigen energetischen Bedingungen der Strukturelemente ermöglichen den beschleunigten Übergang zum Gleichgewicht, wobei dieser Prozess materialspezifisch ist. Grundsätzlich kann aber bei dem Volumenrelaxationsprozess, der bei tiefer Temperatur stattfindet, davon ausgegangen werden, dass das Volumengleichgewicht innerhalb der Lebensdauer des Materials nicht erreicht wird. Diesen Alterungsprozess der amorphen Thermoplaste begleiten Versteifungs- und Versprödungseffekte, die mit der Abnahme des freien Volumens und der Zunahme von Materialdichte verbunden sind. Grundsätzlich hat die physikalische Alterung einen großen Einfluss auf die resultierenden physikalischen, thermischen und hauptsächlich die mechanischen Materialeigenschaften. Für einen tieferen Einblick in die Thematik der physikalischen Alterung gibt es umfassende Literatur [16,19–21]. Die detaillierte Analyse der physikalischen Alterung und die anschließende thermomechanisch-konsistente Modellierung des Glasüberganges werden bei Mittermeier ausführlich diskutiert [25]. Im Gegensatz zu der chemischen Alterung, die durch die Kettenspaltung und die anschließende Kettengestaltung in der spannungsfreien Lage repräsentiert wird, stellt die physikalische Alterung einen reversiblen Prozess dar. Die gealterte Probe, die sich in einer thermodynamischen Nichtgleichgewichtslage befindet, lässt sich mithilfe einer Aufheizung oberhalb der Glasübergangstemperatur in den jungfräulichen Zustand transformieren.

Um die unbestimmten Alterungseffekte des Fertigungsprozesses und die Folgen des Glasüberganges eliminieren zu können, wurde dieser Vorgang auch mit dem Probenmaterial durchgeführt. Die aus PC ausgeschnittenen Proben wurden eine Stunde lang im Temperaturofen auf 160 °C gehalten. Daher wurden alle nichtabgeklungenen Memory-Effekte und gleichzeitig die Phänomene des unbestimmten thermodynamischen Zustandes gelöscht. Anschließend wurden alle Proben gemeinsam auf Raumtemperatur abgekühlt. Der Grundgedanke eines identischen Abkühlprozesses für alle Probekörper führt zur Einstellung eines näherungsweise gleichen Gehalts von eingefrorenem freiem Volumen, was auch gleiche Alterungszustände und gleiche Alterungsgeschwindigkeiten jeder Probe bedingt. In Bezug auf das möglichst stabile Verhalten des Polycarbonats wurden die Messproben bei konstanter Raumtemperatur für 1,5 Jahre gehalten. Durch diese Wartezeit konnte ein fortgeschrittener Alterungszustand im Probenmaterial angenommen werden, der eine niedrigere Streuung in den Messdaten und einen geringeren Ein-

fluss der Volumenrelaxation während des Messzyklus garantieren sollte. Nach Ablauf der Probenvorbereitung befindet sich jede Probe in demselben Alterungszustand, der auch als Ausgangszustand für die Langzeitkriechmessungen definiert ist. Die physikalische Alterung muss vor allem berücksichtigt werden, wenn die Langzeitdaten aus Kurzzeitversuchen generiert wurden. Die Erfahrung hat gezeigt, dass dadurch das superponierte Kriechverhalten in höheren Messzeiten deutlich überschätzt wird und es nicht die relevanten Charakterisierungsergebnisse darstellt. Für solche Fälle muss die sog. Zeit-Temperatur-Verschiebungsmethode um die Zeit-Alterungszeit-Methode erweitert werden. Bei der Materialcharakterisierung anhand der Kurzzeitversuche spielt die physikalische Alterung keine entscheidende Rolle. Dieser Erkenntnis kann anhand der experimentellen Beobachtung sowie anhand der Publikation [24] belegt werden. Die Erklärung dafür ist durch die ausgeprägte molekulare Umstrukturierung in der Anfangsphase nach der angebrachten Last gegeben. Im Falle der Charakterisierung des Langzeitkriechverhaltens ist der Volumenschrumpf in der makroskopisch ausgewerteten Kriechmessung enthalten. Hierbei ist hauptsächlich das linear-viskoelastische Polymerkriechverhalten betroffen. Typische Auswirkungen der physikalischen Alterung auf das Langzeitkriechverhalten spiegeln sich im steiferen Deformationsverhalten mit entsprechender Kriechgeschwindigkeitsreduzierung wider. Die Volumenrelaxation läuft ab dem Moment der Abkühlung des konkreten Materials unter die Glasübergangstemperatur ab, wobei dieses Phänomen im Kriechexperiment parallel zum Retardationsprozess betrachtet werden kann. Um die quantitative Auswirkung des Glasübergangs und die Effekte der Volumenrelaxation auf das mechanische Verhalten darzustellen, wird das allgemein anerkannte Verfahren nach Struik [16] diskutiert. Schematisch ist das Struik-Verfahren in der Abbildung 2.6 dargestellt.



**Abbildung 2.6** Darstellung des Versuchsprinzips nach Struik mit der Auswertung der Kriechnachgiebigkeit  $J(t)$ .

Die obige Methode dient zur Beschreibung der Alterungseffekte während eines schrittartigen Langzeitkriechversuchs mithilfe unterschiedlich langer Belastungs- und Entlastungsspannungsperioden, die auf den isotherm aufgeheizten Prüfkörper angebracht wurden. Die Alterungszeit beginnt mit dem Zeitpunkt  $t_{a0}$ , an dem das Material beim Abkühlprozess die Glasübergangstemperatur überschritten hat. Diesbezüglich liegt der Grundgedanke bei dieser Methode in der Beurteilung der Kriechverläufe, die während des Experiments ein unterschiedliches Alterungsniveau  $t_{a1}$ ,  $t_{a2}$ ,  $t_{a3}$  aufweisen. Die Auswertung dieser Messmethode, die nur für den linear-viskoelastischen Deformationsbereich geeignet ist, besteht aus der Umrechnung der zeitabhängigen Dehnungen  $\epsilon(t)$  bei den Belastungszyklen auf die entsprechenden Nachgiebigkeitskurven  $J(t)$ . Zwischen den Belastungszyklen muss dem Polymer ausreichend Zeit gegeben werden, damit dieses in den Ausgangszustand kriechen kann und nur die Effekte der Alterung aus dem nachfolgendem Belastungszyklus identifizierbar sind. In der Praxis hat sich das Verhältnis von 1:10 von Belastungs- und Entlastungszyklus bewährt [16,25]. Das mittels des Struik-Verfahrens charakterisierte Werkstoffverhalten dient häufig als Basis für das Zeit-Alterungszeit-Verschiebungsprinzip. In dieser Methode kann durch horizontale Verschiebungen der gegebenen Nachgiebigkeitskurven auf der logarithmischen Zeitachse eine Masterkurve gebildet werden. Die auf die Referenzalterungszeit bezogene Masterkurve liefert die sogenannten Verschiebungsfaktoren. Aus diesen und den zugehörigen Alterungszeiten können die Parameter der Beziehung für die Beschreibung der effektiven Zeit gewonnen werden. Die neu umgerechnete Zeit bietet anschließend eine Alternative für die Versuchszeit der Masterkurve, die aus der Zeit-Temperatur-Verschiebungsmethode gewonnen wurde.

Die Auswirkungen der physikalischen Alterung auf das amplitudenabhängige, nichtlineare Kriechverhalten stellen sich deutlich komplexer dar. Struik hat bei seinem lastabhängigen Torsionsversuch gezeigt, dass die Aufbringung der zusätzlichen Lastimpulse die Menge des freien Volumens im Material erweitert. Der Effekt des induzierten Volumens wurde ‚Reaktivierung‘ genannt und versetzt das gealterte Material in einen jüngeren Zustand [23]. Das gleiche Phänomen hat McKenna mit amorphen Polymeren im Glaszustand untersucht. Im Gegensatz zu den Schlussfolgerungen von Struik beschreibt McKenna die Auswirkungen der aufs Glasmaterial angebrachten Last als Alterungsbeschleunigung. Nach dieser Aussage lässt sich der Werkstoff bei Verformung verdichten, was eine Abnahme des freien Volumens verursachen soll. Ausgehend von einem Zugversuch sind nicht nur Gestaltsänderungen, sondern auch die Anregung des Volumens zu erwarten. Die bisherigen Untersuchungen zur ‚isochoren Unabhängigkeit‘ von glasartigen Polymeren bei unterschiedlichen Lastfällen sind ausführlich diskutiert in [25]. Jedoch wurde bis jetzt nicht eindeutig festgestellt, welche Phänomene im amplitudenabhängigen Deformationsbereich zu berücksichtigen sind. Die Untersuchung der physikalischen Alterung erfordert einen hohen experimentellen Aufwand, der häufig auch widersprüchliche und schlecht reproduzierbare Ergebnisse liefert. Aufgrund eines Mangels an zuverlässigen Mess- und Auswertungsverfahren, die die Änderung des Niveaus der physikalischen Alterung in durchgeführten lastabhängigen Zugversuchen berücksichtigen würden, wird auf diese Effekte in Rahmen dieser Arbeit nicht

mehr eingegangen werden. Die genaue Charakterisierung und eine einheitliche Beschreibung der physikalischen Alterung stellen auch heutzutage trotz der langjährigen Forschung im Bereich der Polymerwissenschaft eine Herausforderung dar.

## **3 Entwicklung des Kriechprüfstandes**

### **3.1 Konfiguration des entwickelten Prüfstandes für Langzeit-Kriechmessungen**

Kommerzielle Prüfmaschinen sind auf dem Markt hauptsächlich als Universalprüfmaschinen zu finden. Das Messportfolio der Universalprüfmaschinen ist durch ein breites Anwendungsfeld gekennzeichnet. Diesbezüglich bietet die universelle Maschinenausführung diverse Prüfablaufeinstellungen, die für die Charakterisierung der Materialeigenschaften unter statischer, quasi-statischer und dynamischer Anregung geeignet sind. Grundsätzlich wird dabei die Zug-, Druck- oder Torsionsbewegung ausgenutzt. Im Allgemeinen ist die Genauigkeitsklasse der Universalprüfvorrichtung stark von der verwendeten Maschinenausstattung und der Robustheit abhängig, wobei auf die konkreten Messanforderungen zu achten ist. Abgesehen von den Anwendungsmöglichkeiten der Allzweckmaschinen wird bei der Sonderanwendung häufig eine Nachrüstung bzw. Optimierung des Messprozesses erforderlich. In diesem Zusammenhang ist auch eine Langzeitkriechmessung zu sehen, wo die langen Messzeiten gleichzeitig für die Ineffizienz des Charakterisierungsprozesses verantwortlich sind. Einer der möglichen Ansätze zur Optimierung des Messprozesses wird durch die Entwicklung der Einzweckmaschine gegeben. Ausgehend von diesem Konzept kann eine einfache Erweiterung der Prüfstandanzahl vorgenommen werden, was den Charakterisierungsprozess deutlich beschleunigen soll. Der Entwicklungsprozess der Kriechprüfstände bietet eine einzigartige Gelegenheit, sich hauptsächlich mit den Herausforderungen zu befassen, die direkt mit den Optimierungsmaßnahmen des Langzeitmessprozesses zusammenhängen. Dementsprechend wurden beim Vorentwurf und beim Prüfstandaufbau erhöhte Ansprüche an die mechanische und die messtechnische Genauigkeit bzw. Stabilität gestellt. Eventuelle Stabilitäts- bzw. Regelungsgenauigkeiten sind für die falsche Bestimmung der Kriechgeschwindigkeit im Auswerteprozess verantwortlich. Dies kann negative Auswirkungen auf den Prozess der Materialmodellauswahl bzw. der Modellparametrisierung haben. Um diese Risiken weitestgehend eliminieren zu können, wurden alle möglichen kritischen Messeinflüsse auf das Materialverhalten identifiziert und anschließend im Konstruktionsentwurf berücksichtigt. Die vollständige Maschinenbeschreibung mit den zugehörigen Hardware- sowie Softwarekomponenten, zusammen mit ihren Funktionseigenschaften, wird in den folgenden Unterkapiteln und in [80] detailliert beschrieben und diskutiert.

### 3.1.1 **Arbeitsprinzip und Anwendungsbereich**

Die primären Anforderungen an das entwickelte System bestehen, ausgehend von den technischen Möglichkeiten, die heutzutage bei der Methodenentwicklung zur Verfügung stehen, in der hohen Regelungsstabilität sowie Mess- und Regelungsgenauigkeit und der geringe Wartungs- und Montagekomplexität in Bezug auf eine kostengünstige Lösung. Die Komplexität der materialbezogenen Eigenschaften betont die Bedeutung der Messzuverlässigkeit und weist auf die Notwendigkeit der Anwendbarkeit in beiden möglichen Deformationsbereichen hin. Die Frage nach der Effizienz und der Wirtschaftlichkeit der potenziell durchgeführten Langzeitmaterialcharakterisierung ist im Hinblick auf lange Messzeiten von besonderer Relevanz. Die langen Messzeiten stellen hohe Ansprüche an die gewählten mechatronischen Komponenten, die sowohl Alterungseffekten als auch thermischen Einflüssen ausgesetzt sind. Der Grundgedanke der genauen Materialcharakterisierung der thermoplastischen Stoffe in Kriechversuchen basiert auf einer präzisen und stabilen Deformationsmessung, die durch eine robuste und möglichst genaue Spannungs- und Temperaturregelung bedingt ist. Im Folgenden wird die Grundbeschreibung des Arbeitsprinzips des entwickelten experimentellen Setups gegeben.

Die Einstellung der konstanten Spannung des entwickelten experimentellen Setups wird mithilfe von Gewichten realisiert, die manuell auf den Prüfkörper aufgebracht wurden. Die alternativen Methoden, die für diese Funktion geeignet sind, bestehen in der möglichen Anwendung von Schrittmotoren, Aktuatoren bzw. Pneumotoren. Aus Gründen der Genauigkeit und der Ansteuerungskomplexität sind die erwähnten Geräte für die Langzeitregelungsprobleme nicht vollkommen geeignet. Abgesehen davon stellen diese Alternativgeräte einen deutlich höheren Preisaufwand dar und erfordern ein stabiles, temperaturunabhängiges Kraftsignal. Durch das Messsignal des Kraftsensors wird eine zusätzliche Ungenauigkeit eingeführt. Das Funktionsprinzip der gewöhnlich verwendeten industriellen Kraftsensoren basiert auf der Störung des Spannungsgleichgewichts zwischen der Ausgangs- und der Speisespannung an einer Wheatstone'schen Messbrücke. Die entscheidende Änderung der Ausgangsspannung wird durch die Widerstandsänderung der gedehnten Dehnungsmessstreifen (DMS) verursacht, die auf den belasteten Teil des Kraftsensors aufgeklebt sind. Die angenommenen Regelungsabweichungen entstehen aus der Veränderung der physikalischen Eigenschaften der DMS und der Klebeschnittstellen unter Auswirkung von Zeit, Temperatur, Lastniveau oder Feuchteumgebungsbedingungen, die generell in einem Langzeittest nur schlecht oder nicht zu vermeiden sind. Grundsätzlich handelt es sich an dieser Stelle um das Kriech- und Alterungsverhalten der DMS-Polymerfolie und der Klebeschicht. Bei der Beseitigung der Temperatureffekte wird die Selbstkompensation von DMS genutzt, gleichzeitig werden bei Bedarf die Temperaturdehnungen mithilfe von in geeigneter Weise geschalteten zusätzlichen DMS kompensiert. Hierbei ist anzumerken, dass keine der oben angegebenen Kompensationsmethoden die entstehenden Effekte vollkommen eliminiert, wie es idealerweise wünschenswert wäre. In



Kombination mit den Alterungs- und Kriecheffekten kommt es in den spannungsgesteuerten Langzeitversuchen unter anderem zur Nullpunktverschiebung, die auch eine mögliche Ursache für entstandene Ungenauigkeiten darstellt. Die bereits vorgestellte Kraftkonstanthaltung erfordert weder eine zusätzliche Hardware noch komplexe Regelungsverfahren und stellt daher eine einfache und effektive Lösung dar. Die wesentlichen Vorteile dieser Methode bestehen in der Langzeitstabilität, einer sehr langen Lebensdauer und höchster Genauigkeit, die nicht von den Eigenschaften eines softwarebasierten Systems abhängt, wie das bei elektromechanischen Geräten der Fall wäre. Diese Tatsache ermöglicht es, sich mehr auf die Präzision des mechanischen Systems zu konzentrieren, das einen signifikanten Einfluss auf den Messverlauf hat und eine potenzielle Ungenauigkeitsstelle darstellt. Das Skelett der Maschine bilden Aluminiumprofile. Die weiteren Trägerelemente bestehen aus rostfreiem Edelstahl. Um die Rahmenverformung gering zu halten, wurde das Belastungshöchstgewicht auf 50 kg festgesetzt. Die Überschreitung der maximalen Gewichtsgrenze ist aber auch aus Platzgründen nicht möglich. Bei der Lasteinstellung stehen grundsätzlich 5-kg-Gewichtscheiben zur Verfügung, die aufgrund der einseitig ausgefrästen Rille auch während des Experiments jederzeit abnehmbar sind. Die zusätzlich geschliffenen Edelstahlscheiben mit dem Gewicht von 0.1 kg, 0.05 kg und 0.01 kg dienen in der Regel der Verfeinerung der aufgebrauchten Gewichtskraft. Unabhängig von der Belastungsmethode besteht bei der Einstellung der erwünschten Spannung die Möglichkeit den Querschnitt der gemessenen Zugprobe zu ändern.

Die Betriebstemperatur  $T$  wird während eines Versuchs mithilfe der Temperierkammer konstant gehalten. Jede Kammer befindet sich im oberen Teil des Setups und entspricht höchsten Genauigkeitsanforderungen, die für Kriechexperimente mit Polymeren notwendig sind. Die Positionierung der Kammer berücksichtigt den möglichen Einfluss der Temperatur auf die empfindliche Mess- und Leistungstechnik. Die maximale Betriebstemperatur jeder Kammer beträgt  $T=170\text{ °C}$ . Aus Sicherheitsgründen ist jede Kammer mit einem NOT-AUS-Knopf ausgerüstet. Die Verwendung des Sicherheitsknopfes trennt alle elektrischen Geräte vom Netz und verhindert eine Überhitzung. Die weiteren Sicherheitsmaßnahmen mit der konkreten Spezifikation werden in den folgenden Kapiteln ausführlich diskutiert.

Ausgehend von der kostengünstigsten Konstruktionsvariante wurde die ursprüngliche Anordnung der einzelnen Messapparaturen mit den zugehörigen Temperierkammern in einem gemeinsamen Rahmen aus Aluprofilen vorgeschlagen. Diese Variante hat sich aber im Testbetrieb des Prototyps mit zwei Prüfständen als ungeeignet erwiesen. Trotz sehr vorsichtiger, manueller Bedienung der Getriebekurbel bei der Probenbelastung wurde das Messsignal der parallellaufenden Messung durch signifikante Erschütterungen beeinflusst. Die Übertragung von Vibrationen zusammen mit den Temperatureinflüssen der zweiten Temperierkammer auf den parallellaufenden Messablauf repräsentieren die wichtigsten Gründe für die gegenseitige Entkopplung der einzelnen Maschinen. Unter Berücksichtigung dieser Erfahrungen wurden anschließend fünf unabhängige Kriechmaschinen aufgebaut. Die große Anzahl von Kriechprüfständen erhöht die Messkapazität und beschleunigt den Materialcharakterisierungsprozess deutlich. Bei diesem

### 3 Entwicklung des Kriechprüfstandes

Konzept ist anzumerken, dass jede Maschine über die Möglichkeit unterschiedlicher Spannungs- und Temperatureinstellungen verfügt. Die praktische Ausführung von allen fünf Maschinen ist in Abbildung 3.1 zu sehen.

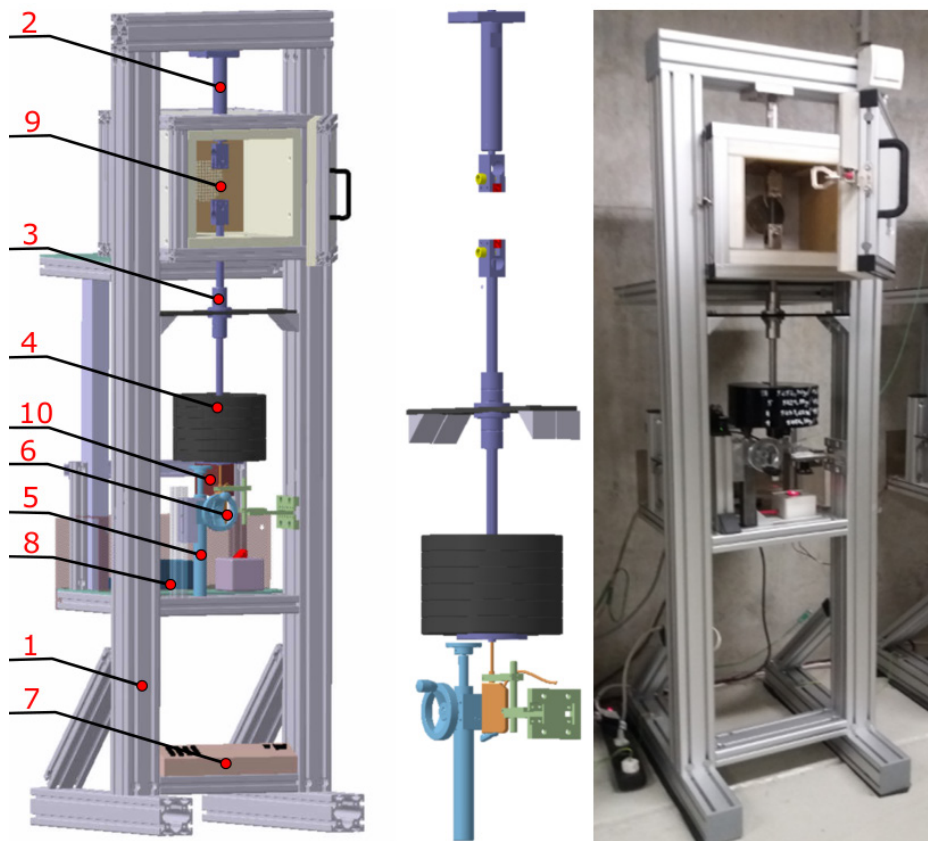


**Abbildung 3.1** Darstellung der gebauten Kriechprüfstände.

#### 3.1.2 Ausführung des mechanischen Messsystems

Dieser Teil der Arbeit beschäftigt sich mit der Konstruktion der mechanischen Maschinenvorrichtung. Hierbei werden auch die Funktionseigenschaften der konkreten Maschinenausrüstung diskutiert. Im Hinblick auf die Zuverlässigkeit der Langzeitkriechergebnisse, die mit der Komplexität der Materialeigenschaften, dem breitem Spektrum an materiellen Abhängigkeiten und der großen Sensitivität bezüglich äußerer Einflüsse zusammenhängt, ist die Optimierung des Langzeitmessablaufs äußerst relevant. Unter der verlangten Optimierung wird der Entwurf von Maschinenteilen, Konstruktionselementen und mechatronischen Bauteilen verstanden, die das Auftreten systematischer sowie auch zufälliger Mess- und Regelungsfehler minimieren oder vollkommen eliminieren. Eine der genannten Materialeigenschaften, die eine wichtige Rolle in der Entwicklung des Kriechverlaufs spielt, wird häufig als Memory-Effekt bezeichnet. Wenn das Material vor dem Versuch be- und entlastet wird, führt diese Zustandsänderung zur Neuordnung der ursprünglichen inneren Struktur des Materials. Beispiele für dieses Phänomen sind Relaxations- und Kriecherholungsprozesse, die im realen Kriechzugversuch

die Kriechgeschwindigkeit negativ beeinflussen. Ausgehend von dem viskoelastischen Charakter des Materials reagieren die Zugproben auf die unerwünschte Vor-konditionierung, die beim Einklemmprozess vorkommt, empfindlich. Das Niveau hängt daher stark von der Bedienerfähigkeit sowie der Einklemmtechnik und der Achsenausrichtung des Prüfstandes ab. Auf dieser Tatsache basiert der Entwurf des gesamten Klammersystems. Das vorgeschlagene Konzept ist im mittleren Bereich in der Abbildung 3.2 zu sehen.



**Abbildung 3.2** Entwurf des experimentellen Setups mithilfe eines CAD-Modells (links mit Markierung: 1-Maschinenrahmen, 2-Klammersystem, 3-Nut-Kugellager, 4-Belastungsgewichte, 5-Getriebe, 6-Sensor, 7-MSE1000 Auswerteeinheit, 8-DAQ Ausrüstung, 9-Temperierkammer, 10-Temperatur-Relais), Darstellung des mechanischen Maschinenteils (in der Mitte) und reale Maschinenausführung (rechts).

Die Abbildung 3.2 zeigt außer den Details des mechanischen Maschinenteils (in der Mitte) auch den Vergleich zwischen dem CAD-Modell (links) und der realen Maschine (rechts). Das zugehörige CAD-Modell beinhaltet die ausführliche Beschriftung der verwendeten Maschinenkomponenten.

Das gesamte Klammersystem wurde aus rostfreiem Stahl gefertigt. Um einen einachsigen Spannungszustand in der belasteten Zugprobe zu erzielen und eine

möglichst geringe Klammernachgiebigkeit zu erreichen, bestehen die obere sowie die untere Spannklammer nicht aus beweglichen Teilen. Der Klammerkörper wurde aus einem Materialblock herausgefräst. Anschließend wurden auf dem Klammerkörper die zusätzlichen Spannbacken fest angeschraubt. Die geriffelte Oberfläche der Spannbacke, die mit dem Probenmaterial in Kontakt kommt, stellt eine rutschfreie Probenbelastung sicher. Dabei ist offensichtlich, dass die dargestellte Einklemmmethode nur für eine einzige Probendicke ausgelegt ist. Um diesen Nachteil zu beseitigen, wurden für alle Maschinen Einspannbacken in drei unterschiedlichen Breiten gefertigt. Diese Erweiterung ermöglicht es, Proben mit 0,75 mm, 2 mm und 3 mm Probendicke auf jeder Maschine zu befestigen. Das Einklemmen der Zugprobe erfolgt nach der elastischen Deformation des Klammerkörpers, die durch Festziehen der durchlaufenden Schraube realisiert wird. Das Klammersystem ist mit dem zugehörigen Gestänge im CAD-Modell in Abbildung 3.2 mit der Nummer 2 bezeichnet. Auf dieser Abbildung ist die Position des oberen Klammerteils zu sehen, die fest mit dem Maschinenrahmen verbunden ist. Der untere Klammerteil besteht aus drei Teilen; der Klammer selbst, der Klammernutwelle und dem Gewichtshalter. Die genaue Ausrichtung des unteren Klammerteils auf das fixierte Oberteil wird durch die beidseitige Einklemmung vom Stahlstreifen realisiert. Im nächsten Schritt wird die doppelt geführte Klammernutwelle mithilfe der Nut-Kugellager auf die Traverse angeschraubt. Im Vergleich zum oberen Klammerteil besitzt diese Verbindung einen Freiheitsgrad, der eine reibungslose Bewegung der Nut-Welle in der Kugellagerführung erlaubt. Die Idee der vorgeschlagenen Wellenlagerung berücksichtigt die Notwendigkeit, unerwünschten Vorkonditionierungseffekten vorzubeugen. Hierbei überträgt sich das Drehmoment bei der Probeneinklemmung vom Momentschlüssel durch die Formverbindung zwischen der Wellennut und den Kugelteilchen der Lager auf die steife Traverse des Rahmens. Das entstandene Moment wird dadurch nicht in die Probe übertragen, sondern mit dem Rahmen entnommen. Eine weitere Bewegungsinstabilität, die im Konstruktionsprozess zu berücksichtigen ist, wird durch das mögliche Spiel in der Wellenverbindung bedingt. Das Spiel in der Wellenlagerung trägt zu Ungenauigkeiten in der Bewegung und der möglichen räumlichen Probenbelastung bei. Aus diesem Grund ist die Welle in dem Flanschkugellager mit leichter Vorspannung beaufschlagt. Im CAD-Modell in Abbildung 3.2 sind die Flansch-Nut-Kugellager mit der Nummer 3 markiert.

Vor der Messung wird der Gewichtshalter des unteren Klammerteils mit der verlangten Anzahl von Gewichtsscheiben beladen. Die Entfernung der unteren Klammer von der oberen kann mithilfe des selbsthemmenden Spindelhubgetriebes eingestellt werden. Das erwähnte Getriebe befindet sich unter dem unteren Klammerteil und ist mit der Nummer 5 im CAD-Modell in der Abbildung 3.2 gekennzeichnet. In Bezug auf die verlangte Klemmentfernung hält die manuell einstellbare Trapezgewindespindel des Getriebes das beladene untere Klammerteil in der bestimmten Position. Im Falle einer eingeklemmten Probe erfolgt die Belastung der Probe nach dem manuellen Herunterkurbeln der Getriebeschraube. Anschließend dient die obere Stützfläche der entlasteten Spindel als Sicherheitsanschlag und schützt die Messensoren vor einer möglichen Überlastung. Eine solche

Situation kann vorkommen, wenn die gedehnte Probe den Bereich des tertiären Kriechens erreicht. Hierbei reißt aufgrund der Querschnittschädigung die gemessene Probe, was den Anprall des beladenen Klammerteils auf der Stützfläche der Gewindespindel verursachen würde. Bei der Einstellung der Position des Sicherheitsanschlages ist aber die Sensormesslänge und Sensorposition zu beachten. Im mittleren Bereich des CAD-Modells in Abbildung 3.2 ist die Messstelle mit der Position des Spindelhubgetriebes dargestellt.

Den Schlüsselteil der gesamten Maschine stellt der Messsensor dar. Die Wahl der Messtechnik sowie der Messprozedur folgt strengsten Auswahlkriterien. Die Anforderungen an die Sensorausstattung der Maschinen sind eng mit einer präzisen Temperatur und konstanter Spannung verknüpft, wobei die Sensorausstattung über höchste Sensitivität verfügen muss. Anhand der Messsensitivität können die eventuellen Systemungenauigkeiten im Feineinstellungsprozess oder im Validierungsprozess rechtzeitig erkannt werden. Anschließend sind es die Genauigkeit und die Messstabilität, die die wichtigsten Messeigenschaften definieren. Die ursprüngliche Idee der lokalen optischen Dehnungsmessung direkt an der Probe durch das Temperaturkammerfenster würde bezüglich der sehr hohen Ansprüche an die Messgenauigkeit eine sehr teure Lösung vorstellen. Ausgehend von diesen Überlegungen wurde eine Kontaktmessung der globalen Deformation des in der Serie geschalteten mechanischen Systems vorgeschlagen. Die Messstelle besteht aus dem Messtaster, der mithilfe des positionierbaren Sensorhalters in einer bestimmten Lage unter dem unteren Klammerteil befestigt ist. Das Kontaktmessprinzip mit der Messausrüstung ist im mittleren Bereich der Abbildung 3.2 dargestellt. Der Messbolzen des Messtasters der Firma Heidenhain wurde mithilfe der kurzen Gewindestange (mit dem Gewinde M2.5) mit der Nut-Welle des unteren Klammerteils fest verbunden. Hierbei entsteht aufgrund der eventuellen Montageungenauigkeit die Möglichkeit, dass auf den Messbolzen des Sensors eine Radialkraft wirkt. Mithilfe der präzisen Ausrichtung der Messbolzenachse mit der genannten Nut-Wellen-Achse kann dieser unerwünschte Effekt minimiert werden. Obwohl diese Verbindung keine ideale Lösung darstellt, kann die Zuverlässigkeit von Langzeitmessungen im Bereich größerer Deformationen sowie auch im linearviskoelastischen Bereich der infinitesimalen Deformationen garantiert werden. Die Materialcharakterisierung im linearen Deformationsbereich ist durch höchste Ansprüche an die Messstabilität gekennzeichnet. Würde die eventuell freie Messbolzenantastung im linearen Messbereich auftreten, wäre die Oberflächenbewegung des Messeinsatzes im Mikrometerbereich zu erwarten. Das Funktionsprinzip der verwendeten Heidenhain-METRO-Messtaster basiert auf der photoelektrischen Abtastung eines inkrementellen Maßstabs. Dadurch werden mithilfe der Photoelemente sinusförmige Ausgangssignale mit sehr kleiner Signalperiode ( $2\ \mu\text{m}$ ) generiert, die gleichzeitig dem Maßstabinkrement entsprechen. Die robuste, temperaturresistente Sensorausführung verfügt über  $12.75\ \text{mm}$  Messweg mit einer Messgenauigkeit von  $\pm 0.2\ \mu\text{m}$ . Ausgehend von dem Funktionsprinzip ist der optische inkrementelle Messtaster Heidenhain METRO durch eine hohe Messstabilität gekennzeichnet.

Die gemessene Gesamtverschiebung besteht aus der Summe von Verschiebungen der einzelnen Elemente in der Messkette. Die in Serie geschalteten Klammerteile sind im Vergleich zu der gemessenen Probe durch eine deutlich höhere Steifigkeit gekennzeichnet. Diese Eigenschaft wurde bei der Materialcharakterisierung im nichtlinear-viskoelastischen Deformationsbereich ausgenutzt, wo aufgrund der deutlich größeren Probendeformation die Maschinendeformation vernachlässigbar klein ist. Diese Vereinfachung gilt für die Materialcharakterisierung im Bereich von infinitesimalen Deformationen nicht. In Bezug auf das gemessene Probenmaterial kann in diesem Bereich die Probendeformation pro Tag sogar nur ein paar Mikrometer betragen. Die reine Maschinendeformation  $\Delta l_M$  bei der höchsten Beladung (50 kg) entspricht der Deformation von  $\Delta l_M = 4 \pm 0.6 \mu\text{m}$ , was einen signifikanten Betrag ausmacht. Daher wird eine Kompensationsmethode erforderlich. Um die unerwünschte Maschinendehnung aus der Gesamtdehnung auszuschließen, wird die Subtraktion der Blindmessung von der realen Messung durchgeführt. Zu diesem Zweck wird die Blindkurve mit einer Stahlprobe gemessen. Die Stahlprobe dient in diesem Fall als Verbindungszwischenelement, daher wird der Klemmenabstand bei der Probeneinklemmung möglichst klein gehalten, so dass die Probenverformung null bleibt. Bei dem Kriechversuch unter erhöhten Temperaturen treten die Temperatúrausdehnungsphänomene in dem Klammersystem, in der gemessenen Probe sowie in dem Messtaster auf. Zusätzlich stellt die erhöhte Umgebungstemperatur ein Überhitzungsrisiko für die empfindliche Sensorelektronik dar. Um diese Effekte zu minimieren, wurde der Messsensor von der Temperaturquelle entfernt. Diesbezüglich scheint der Einfluss des Wärmestroms aus der Temperierkammer auf den Sensor vernachlässigbar klein zu sein. Die Ausdehnungseffekte der einzelnen Klammerelemente bis zu den Messbolzen können mithilfe des gewöhnlichen Kalibrierprozesses im stationären Temperaturzustand aus dem Messsignal auskompensiert werden. Für die Datensammlung der einzelnen Sensoren ist die Auswerteeinheit MSE 1000 verantwortlich. Anschließend wurde der Datenaustausch zwischen der Auswerteeinheit und dem Computer mithilfe der selbstprogrammierten Bedieneroberfläche in der Programmierumgebung LabVIEW realisiert. Die detaillierte Erklärung der Einstelloptionen und des Funktionsprinzips, der einzeln entwickelten Bedieneroberflächen erfolgt im Kapitel 3.1.4.

### 3.1.3 Ausführung der Temperierkammer

Die thermoplastischen Werkstoffe sind durch eine starke Temperaturabhängigkeit gekennzeichnet. Dies ist auf die innere Struktur der Thermoplaste zurückzuführen. Um die Temperaturabhängigkeit genau untersuchen zu können, ist eine Temperierkammer mit einem stabilen und homogenen Temperaturprofil erforderlich. Die möglichst verlustfreie Konstruktionsausführung und ein robustes sowie genaues Regelungsprinzip mit ausreichend dimensionierten Heizelementen repräsentieren die wichtigsten Bausteine bei dem Konzeptentwurf. In der Wahl des Arbeitsprinzips spiegeln sich die Anforderungen der homogenen Probentempe-

raturverteilung mit der Fähigkeit zur stabilen Temperaturregelung ohne zusätzliches Stickstoff-Kühlaggregat wider. Dabei soll eine kostengünstige Konstruktion mit einer einfachen Probenmanipulation und Montageweise garantiert werden.

Ausgehend von diesen Überlegungen ist der Temperierkammerinnenraum mithilfe der Trennwand auf zwei benachbarte Teile verteilt. Die Aufteilung des Innenraumes lässt sich auf das Funktionsprinzip zurückzuführen, bei dem die erzeugte kreisförmige Luftströmung die Probe von jeder Seite gleichmäßig erhitzt. Die anschauliche Darstellung des Funktionsprinzips ist auf der rechten Seite der Abbildung 3.3 zu sehen. Anhand des CAD-Modells in Abbildung 3.3 sind alle Konstruktionsteile der Temperierkammer mit dem eingebauten Klammersystem zu erkennen.



**Abbildung 3.3** Isometrischer Blick ins Innere des CAD-Modells der Temperierkammer (links mit Markierung: 1-Kammerrahmen, 2-Isolierungsplatten, 3-PVC-Abdeckung, 4-Klammersystem, 5-Radialventilator, 6-Heizspirale, 7-Trennwand aus Edelstahlblech), Darstellung der kreisförmigen Luftströmung in der aufgebauten Temperierkammer (rechts).

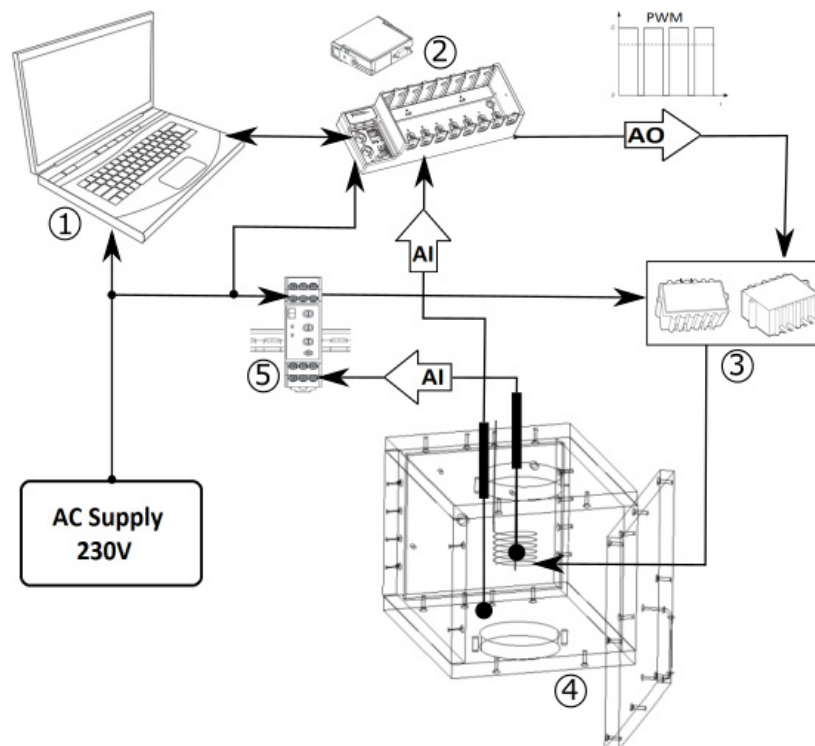
Die Unempfindlichkeit des in der Temperierkammer geprüften Prüflings auf Raumtemperaturschwankungen wurde mithilfe einer ausreichenden Isolierung erzielt. Die Nummer 1 in der obigen Abbildung bezeichnet den Kammerrahmen, der aus Aluminiumprofilen besteht. Die daran befestigten Isolierungsplatten, die in der obigen Abbildung als Nummer 2 gekennzeichnet sind, bilden Innenraum der Temperierkammer, dessen Volumen auch in Bezug auf eine homogene Temperaturverteilung optimiert wurden. Weiterhin bietet die obige Abbildung einen Blick auf die gegenseitige Anordnung der einzelnen Kammergeräte, die sich hinter der Trennwand befinden. Wie es in dem CAD-Modell in Abbildung 3.3 dargestellt ist, wurden der Radialventilator sowie die Heizspirale auf der hinteren Isolierungswand außerhalb der Kammer befestigt. Die genannten Geräte sind mit den Nummern 5 und 6 in der Abbildung 3.3 zu erkennen. Da sich die höchste erlaubte Betriebstemperatur des Ventilatormotors deutlich unterhalb der höchsten Kammerbetriebstemperatur befindet, schützt die Motorpositionierung das Aggregat vor



Überhitzung. Die Radialschaufeln wurden in Richtung der Heizspirale orientiert, um die erhitzte Luft hinter der Trennwand in die Probenumgebung auszublasten. Ausgehend von einer gleichmäßig temperierten Heizspirale auf der ganzen Länge entspricht die Höhe des Kammerinnenraumes der Länge der Heizspirale sowie dem Durchmesser der Ventilatorschaufeln. Diese Maßnahme ermöglicht eine gleichmäßig erhitzte Luftströmung entlang der ganzen Kammerhöhe, was bei der Vermeidung der Bildung von Temperaturgradienten in der langgezogenen Probe eine wesentliche Rolle spielt. Diesbezüglich trägt auch das geringe Kammervolumen mit einstellbarer Lüfterdrehzahl zu einer deutlich verbesserten Temperaturfeldhomogenität sowie zur Kammerfunktionalität bei. Die kreisförmige Luftströmung wurde durch Antreiben der erhitzten Luft mithilfe der Schaufeln des Radialventilators in die Radialrichtung erzielt. Die erhitzte Luft strömt durch die Übergangslücke entlang der Isolierungswand zur Probenposition und schließt den Kreislauf mit der Rückkehr hinter die Trennwand. Die Trennwand ist aus Edelstahlblech gefertigt und auf dem CAD-Modell mit der Nummer 7 gekennzeichnet. Die genaue Regelung des Systems ohne Notwendigkeit einer zusätzlichen Nachkühlung mithilfe des Stickstoff-Kühlaggregats wird durch den hinter der Trennwand erzeugten Wärmefluss gewährleistet. Dieser ist durch die starke Luftströmung des Radiallüfters bedingt. Außerdem ist für die Genauigkeit des Regelungsprozesses die Position des Thermoelements bedeutend. Dessen Positionierung direkt in der Probenumgebung ermöglicht es, die gewünschte Proben temperatur genau auszuregulieren. In jeder Kammer befinden sich drei Thermoelemente. Um die maximale Betriebstemperatur der Spirale überwachen zu können, ist das zweite Thermoelement in der Heizspirale eingebaut. Das weitere Thermoelement der Heizspirale wird als Temperaturfüller für das Temperaturüberwachungsrelais ausgenutzt. Wie erwähnt, dient das Analogsignal aus dem Kammerthermoelement mit dem Temperatursollwert zur Auswertung der Fehlergröße in der Regelungsschleife. Der letzte Kammerbestandteil ist mit der Nummer 4 gekennzeichnet. Es sind die aus PVC gefertigten Abdeckungsplatten. Die Türabdeckung mit der Türisolierungsplatte wurde mit einer in der Mitte platzierten Funktionsöffnung ausgestattet, die bei der Probeneinklemmung ins untere Klammerteil hilfreich ist.

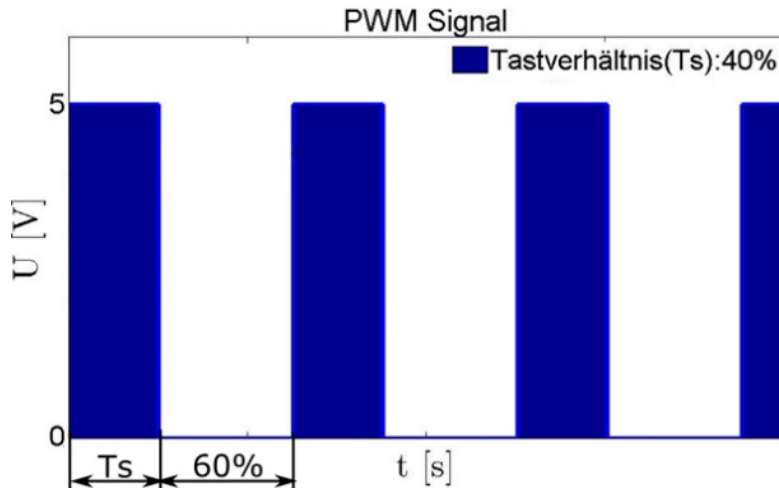
Das vorgeschlagene Design der Kammer wird schließlich um ein präzises Regelungsverfahren erweitert. Die Datenerfassung sowie der Temperaturregelungsprozess erfolgen automatisch über eine computergesteuerte Software. Ein vereinfachtes Regelungsschema ist in Abbildung 3.4 dargestellt. In dieser Abbildung sind die Arbeitssignale mit der verwendeten Aktions- und Sicherheitstechnik wie z. B. Spirale, Leistungsregler, oder Überwachungsrelais dargestellt. Gleichzeitig ermöglicht dieses Schema ein Verständnis des vorgeschlagenen Prinzips der Proben temperierung.





**Abbildung 3.4** Schematische Beschreibung des Temperaturregelungsprinzips. Die Zahlen bezeichnen: 1-Steuercomputer, 2-DAQ-Ausstattung, 3-Leistungssteller, 4-Temperaturkammer, 5-Temperaturrelais.

Ein breites Anwendbarkeitsfeld, eine problemlose und einfache Kommunikationsfähigkeit der Operationsgeräte mit der Steuersoftware, ein modularer und leistungsstarker Aufbau der Steuerungseinheit gehören bei der Systementwicklung zu den entscheidenden Grundanforderungen. In Bezug auf die obigen Anforderungen basiert das entwickelte mechatronische Regelsystem hauptsächlich auf der Software-, ebenso wie der Hardwareausstattung von der Korporation National Instruments (NI). Deren Programmiersprache LabVIEW zusammen mit den zugehörigen Hardwareprodukten bietet einen robusten Steuer- und Regelungsapparat. Dementsprechend wurde die Regelung der Fehlergröße mithilfe des programmierten PID-Reglers in der Steuerungssoftware durchgeführt. Auf die konkreten Programmschemas in der LabVIEW-Umgebung wird in diesem Kapitel aber nicht eingegangen. Die Funktionalität der entwickelten Programme wird in den nachfolgenden Kapiteln diskutiert. Prinzipiell liest die Software das verarbeitete digitale Signal aus der NI CompactDAQ Chassis 9174 aus und stellt mithilfe der ausgewerteten Fehlergröße den neuen Ausgangswert ein. Mit dem Ausgangswert wird das neueingestellte Tastverhältnis in dem modulierten PWM-Ausgangssignal bezeichnet. Wie aus der Bezeichnung hervorgeht, stellt die Pulsweitenmodulation (PWM) eine Modulation des analogen Signals anhand einer digitalen Signalquelle dar. Ein Beispiel für das generierte PWM-Steuerungssignal wird in der Abbildung 3.5 gezeigt.



**Abbildung 3.5** Darstellung des rechteckigen PWM-Signals, wobei der Wert des Tastverhältnisses mit der Signalbreite gekennzeichnet ist.

Die charakteristischen Eigenschaften des rechteckigen PWM-Signals sind die Frequenz und das Tastverhältnis. Das Tastverhältnis entspricht dem Verhältnis der High-Dauer des Signals zu der Gesamtdauer, wobei diese Angabe in der Abbildung 3.5 dargestellt ist. Wie dort gezeigt, besteht das Modulationssignal aus dem High-Pegel (5 V) und dem Low-Pegel (0 V) mit konstanter Frequenz und dem angesteuerten Wert des Tastverhältnisses. Unter Annahme eines schnellen Zustandswechsels entsteht am Ausgang eine modulierte Spannung, deren Durchschnittswert der Dauer und dem Niveau des High- und Low-Pegels entspricht. Unter Berücksichtigung des konkreten Falls aus der obigen Abbildung lässt sich die Durchschnittsspannung durch die Multiplikation des High-Pegels mit dem Tastenverhältnis berechnen, was den Wert von  $U = 2$  V liefert. Auf diese Weise wurde die Höhe der Durchschnittsspannung mithilfe des PID-angesteuerten Tastenverhältnisses in dem Analogausgangmodul der NI CompactDAQ(cDAQ) Chassis 9174 erzeugt. Unter anderem ist die cDAQ-9174 zusammen mit den relevanten Modulen für die Signalverarbeitung, die A/D-Wandlung, die Signalerfassung von den eingebauten Sensoren oder für die Mehrgerätesynchronisation zwischen den verschiedenen Modulen verantwortlich. Im Zusammenhang mit der Signalverarbeitung wurden zwei unterschiedliche NI-Module angewandt. Das eingesetzte Thermoelementmodul NI-9213 ermöglicht es bei der Temperaturmessung, 16 Kanäle gleichzeitig mit jeweils 24-Bit-Auflösung zu nutzen. Für die Erzeugung von Analogsignalen wurde das Analogausgangmodul NI 9264 ausgenutzt. Dieses Modul verfügt über 16 Kanäle, wobei jeder Kanal mit einem 16-Bit-D/A-Wandler ausgestattet ist. Außerdem ist es für seine sehr hohe Aktualisierungsrate von 25 kS/s(kilosample/s) bekannt. Im weiteren Schritt wird mit diesem generierten Signal der Optokoppler des Leistungsreglers versorgt. Im Leistungsregler befinden sich zwei galvanisch getrennte elektrische Kreisläufe. Der Optokoppler im Niederspannungskreislauf regelt anhand des modulierten Spannungssignals bzw. seines Durchschnittswerts den effektiven Spannungswert des entkoppelten elektrischen Kreises, der das Heizelement

versorgt. Außer den Regelementen sind in der Abbildung 3.4 auch die Sicherheitselemente zu erkennen.

Vor der Inbetriebnahme der Temperierkammer ist es notwendig, eine Untersuchung der Betriebsrisiken durchzuführen. Hierbei stellen die geöffnete Kammertür oder ein Lüfterausfall mögliche Ursachen für eine fatale Kammerbeschädigung vor. Bei diesen Überlegungen führen die Modellsituationen immer zu dem gleichen Szenario, das in einer Überhitzung der Heizspirale mit anschließender Kammerentzündung resultieren würde. Die Grenzwerte der Kammerbetriebstemperatur hängen wesentlich von der maximalen Betriebstemperatur der verwendeten Isolierungsplatten ab. Kurzfristig kann die Isolierung einer Maximaltemperatur von 230 °C ausgesetzt werden, wobei die höchste Betriebstemperatur 210 °C entspricht. Das Überheizungsrisiko erhöht sich mit der steigenden Heizspiralentemperatur, die bis auf 600 °C steigen kann. Aufgrund der genannten Risiken wurde jede Kammer mit zwei unabhängigen Sicherheitsmaßnahmen abgesichert. Da die Isolierungsplatten das kritische Teil bei Überhitzung der Heizspirale darstellen, wurde die Entfernung der Heizoberfläche von der Isolationsoberfläche auf mindestens 4 cm festgelegt. Des Weiteren wird die maximale Temperatur des Heizkörpers mithilfe eines externen Temperaturrelais überwacht. Dieses überwacht mithilfe eines Thermoelements die erlaubte Temperatur aus der Mitte der Heizspirale und trennt bei Überschreitung des eingestellten Temperaturwerts die Stromversorgung des Heizkörpers. In diesem Temperaturbereich verhält sich das Überwachungsrelais als ein aktiver Zweipunktregler. Die zweite Maßnahme besteht aus der Begrenzung der Regelleistung in der Steuerungssoftware. Außer der Heizkörperüberhitzung wird auch die empfindliche Leistungselektronik mithilfe der Softwareeinstellungen vor der Überhitzung geschützt. Da in den vordefinierten Temperaturbereichen die maximalen Regelleistungen eingeführt wurden, kann die maximal erlaubte Regelleistung der Leistungsregler unter dem Grenzwert von 90 % gehalten werden. Hierbei ist anzumerken, dass die gewählten Leistungsgrenzen die Regelgeschwindigkeit verlangsamen. Dieser Effekt ist auf die Begrenzung der Regelantwort des Proportionalreglers zurückzuführen, was auch zur Verminderung von Überschwingverhalten führt. Zusätzlich wurde jede Maschine mit einer NOT-AUS-Taste ausgestattet. Diese Taste erlaubt im Notfall eine schnelle und sichere Trennung aller Geräte vom Einphasennetz.

#### **3.1.4 Charakterisierung der entwickelten Bediener- und Regelungssoftware**

Sämtliche Datenkommunikation wird durch die entwickelten Steuerungsprogramme ermöglicht. Diese wurden in der graphischen Programmumgebung Labview entwickelt. Die Programmstruktur von Labview besteht für jedes Programm aus der Bedienoberfläche und dem Block Diagramm. Die Bedienung der programmierten Subroutinen in dem Block Diagramm ist mithilfe der Bedienoberfläche realisiert. Unter anderem stellen die entwickelten Bedieneroberflächen eine

### 3 Entwicklung des Kriechprüfstandes

kompakte, benutzerfreundliche und multifunktionale Benutzersoftware vor. Aufgrund der unterschiedlichen Funktionsanforderungen wurden zwei komplexe Bedienerprogramme gefertigt.

Das erste Programm wurde hauptsächlich aufgrund der erforderlichen Datenerfassung und Datenspeicherung entwickelt und ist in der Abbildung 3.6 anhand der Bedieneroberfläche abgebildet.

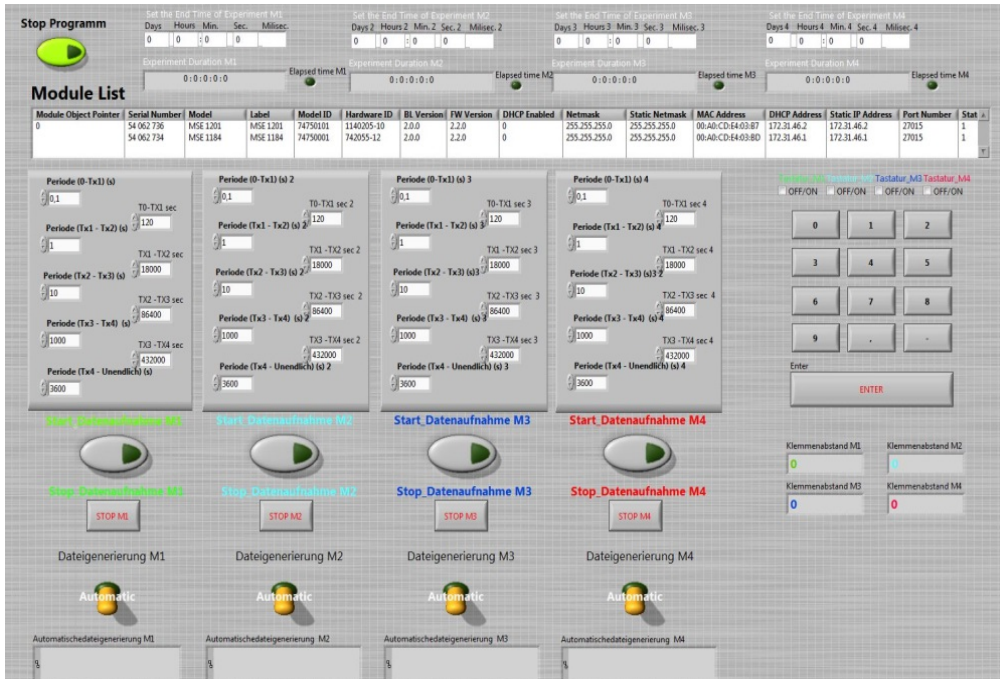


Abbildung 3.6 Bedieneroberfläche des Datenerfassungsprogramms.

Die Verknüpfung der Steuerungsprogramme mit den Temperatur- und den Verschiebungssensoren erfolgt über die cDAQ-9174 und die Auswerteeinheit MSE 1000. Die initialisierten Geräte übermitteln das ursprünglich analoge und synchronisierte Messsignal an das Datenerfassungsprogramm, wo die Daten anschließend gespeichert werden. Mit diesem Programm können vier Messungen voneinander unabhängig eingestellt und gestartet werden. Weiterhin ermöglicht es diese Oberfläche, den Klemmabstand zu kalibrieren oder die maximale Dauer des Experiments einzustellen. Aufgrund der langen Messzeiten wurde in das Programm die Einstellungsmöglichkeit der variablen Abtastraten für unterschiedliche Messbereiche eingebaut. Damit kann eine ausreichende Messkurvenauflösung in der Kombination mit dem geringen Dateninhalt für den nachfolgenden Prozess der Kurvenauswertung erzielt werden.

Für die Temperaturregelung aller Temperierkammern ist das Temperaturregelungsprogramm verantwortlich. Mithilfe der programmierten Bedieneroberfläche, die in Abbildung 3.7 veranschaulicht wird, können in jeder Kammer unterschiedliche Temperaturen eingestellt und konstant gehalten werden.

### 3 Entwicklung des Kriechprüfstandes

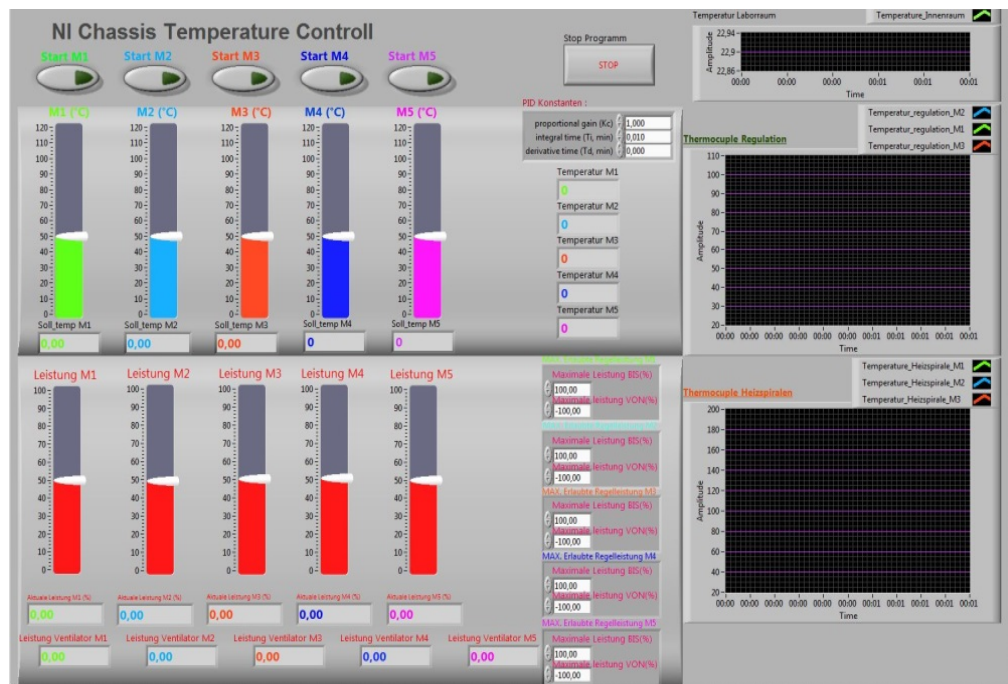


Abbildung 3.7 Bedieneroberfläche des Temperaturregelprogramms.

Außer der Bedienung aller Temperierkammern kann in dieser Oberfläche die Regelleistung der einzelnen Heizspiralen beobachtet werden. Die ansonsten konstante Leistung des Lüfters sinkt im Falle eines starken Temperaturabfalls deutlich. Die Temperaturverläufe der einzelnen Heizspiralen und der Kammerinnenräume sind in zwei getrennten Temperaturanzeigen aufgezeichnet. Alle fünf Maschinen, deren Konstruktion und Arbeitsprinzip identisch ist, wurden mit denselben Temperierkammern ausgestattet. Eine identische Maschinenausführung zusammen mit gleichen Softwareeinstellungen des Temperaturregelprogramms sind wesentlich für den späteren Validierungsprozess, wo die Messergebnisse der einzelnen Maschinen auf ihre Vergleichbarkeit geprüft werden. Diesbezüglich wurden auch die PID-Konstanten und die Leistungsbegrenzungen für jede Temperierkammer identisch eingestellt.

## 3.2 Messablauf und Kalibration

Im vorliegenden Unterkapitel wird die ausführliche Dokumentierung des Messablaufs dargestellt. Da die Maschinenkonstruktion die verbesserten Messeigenschaften für den bestimmten Anwendungsbereich ermöglicht, erfordern die einzelnen Schritte des Messablaufes auch eine erhöhte Aufmerksamkeit. Um Zuverlässigkeit und hohe Genauigkeit der Messergebnisse garantieren zu können, wurden die vordefinierten Ablaufschritte in einer geforderten Reihenfolge angeordnet.

Grundsätzlich sind aber die charakteristischen Merkmale des vorgeschlagenen Messablaufs mit der Messprozedur bei einer kommerziellen Zugprüfmaschine identisch. Die Unterschiede sind durch die spezifische Ausführung der einzelnen Bestandteile des neuentwickelten Systems zu erkennen.

Ausgehend aus der starken Temperaturabhängigkeit der thermoplastischen Materialien besteht der erste Schritt in der Eliminierung der Temperaturexpansionseffekte. Diesbezüglich wird bei der Temperaturregelung großer Wert auf eine hohe Stabilität der eingestellten Innenraumtemperatur gelegt. Ausgehend von den vorliegenden Erfahrungen ist es notwendig, anzumerken, dass die ausregulierte und stabile Kammerinnenraumtemperatur eine notwendige, aber nicht ausreichende Stabilitätsanforderung repräsentiert. Diese Überlegung hat erhebliche Bedeutung hauptsächlich aufgrund der hohen Genauigkeitsanforderungen und der starken Empfindlichkeit des Materials auf Temperaturschwankungen. Die Beurteilung der stabilisierten Temperaturverhältnisse erfolgt mithilfe der stabilisierten Regelleistung, die sich letztendlich in dem konstanten Temperaturverlauf des Heizelements widerspiegelt. Gerade der Temperaturverlauf des Heizelements stellt den wichtigsten Beweis für die thermischen Verluste dar, die in der durch Kammerwände oder das Klammersystem abgeführten Wärme bestehen. Dementsprechend gibt die Angabe der Temperaturverläufe der Heizspiralen in der Anzeige des Regelprogramms eine klare Aussage über die notwendigen Wartezeiten, die für die Kammervorheizung notwendig sind. Nach der Kammernaufheizung erfolgt die Kalibrierung des Klammerabstands. Dieser Prozess besteht aus der manuellen Abmessung des konstanten Abstands zwischen der oberen und der unteren Klammer, der anschließend in das Datenerfassungsprogramm eingetragen wird. Zur Messung dient ein einstellbarer Messbolzen, dessen eingestellte und fixierte Länge mithilfe eines Messschiebers bestimmt wird. Die Länge wurde mit der Genauigkeit  $\pm 0.03$  mm abgemessen und anhand des Datenerfassungsprogramms in den Computer eingetragen. Bevor die Kammertür geschlossen wird, wird der geprüfte Probestreifen in der obigen Klammer eingeklemmt. Nach dem Schließen der Temperierkammer sind aufgrund der Probenaufheizung Temperaturgradienten in dem Probestreifen zu erwarten. Diesbezüglich wurde im Messablauf eine weitere Wartezeit auf die ausregulierte Solltemperatur eingeführt. Generell wurde hier eine halbe Stunde vorgeschlagen, wobei sich dieser Wert in Abhängigkeit von der Probendicke jedoch ändern kann. Der oszillierende Temperaturverlauf der Heizspirale spielt in diesem Fall keine entscheidende Rolle, weil die Kammer bereits vorgeheizt wurde und sehr kurze Zeit zur Stabilisierung braucht. Für die Einklemmung des Probestreifens in die untere Klammer muss nicht die Kammertür wieder geöffnet werden. Der Streifen wird mithilfe eines langen Momentschlüssels vom außen eingeklemmt. Für die Einklemmung dient die funktionelle Öffnung in der Kammertür, die nur für die Einklemmzeit geöffnet bleibt. Dementsprechend entfällt die zweite Wartezeit, die der notwendigen Temperaturnachregelung nach der eventuellen Kammereröffnung entsprechen würde. Im nächsten Schritt wird in der Speichersoftware die eingeklemmte Klammerentfernung  $l_0$  bestätigt und der Dateiname mit dem Dateipfad definiert. Aus dem Verhältnis der gemessenen Probenverschiebung  $u$  zur ursprünglichen Klammerentfernung  $l_0$  wird die Ingenieurdehnung  $\epsilon$



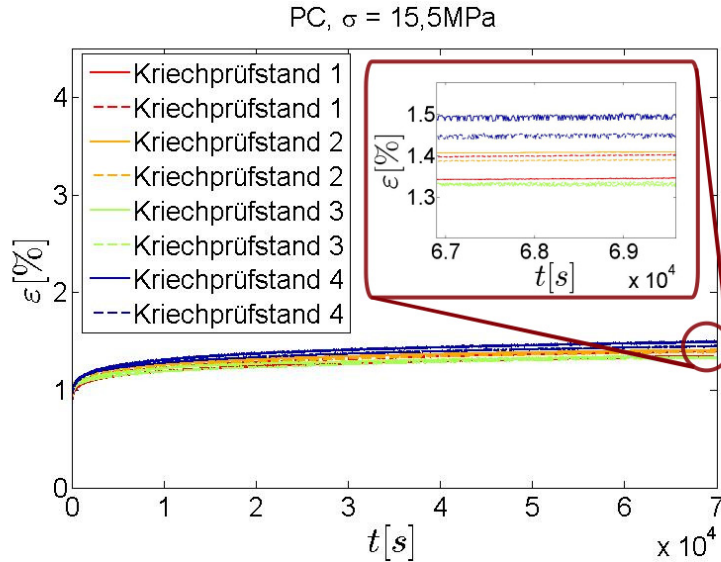
berechnet. Der untere Klammerteil mit den Belastungsgewichten wurde bisher in der kalibrierten Position mithilfe der selbsthemmenden Spindel des Spindelhubgetriebes gehalten. Der Start der Messung erfolgt mit der gedrückten Datenaufnahmetaste und mit der anschließenden Auslösung die Probenbelastung. Die manuelle Drehung der Kurbel des Spindelhubgetriebes repräsentiert den Entlastungsmechanismus des Getriebes und die gleichzeitige Belastung des Probestreifens. Das Eigengewicht der unteren Klammer zusammen mit der eingestellten Anzahl von Zusatzgewichten verursacht die Dehnung in der Längsrichtung des eingeklemmten thermoplastischen Streifens. Wie bei der Beschreibung des mechanischen Systems erwähnt wurde, dient die neue Position der entlasteten Spindel im weiteren Verlauf der Messung als Schutzelement. Im Falle eines Versagens des Probestreifens fällt die beladene untere Klammer auf die Getriebespindel und schützt den Messsensor vor Überlastung.

### 3.3 Validierung des Langzeit-Kriechprüfstands

Gegenüber universellen Zugprüfmaschinen sollen die selbstkonstruierten Prüfmaschinen verbesserte Eigenschaften bei statischen Langzeitmessungen von Polymermaterialien aufweisen. Lange Messzeiten sowie eine starke Abhängigkeit des Materialverhaltens von Umgebungsbedingungen sind wesentliche Gründe für die Untersuchung möglicher Messfehler. Die Validierungsstrategie entwickelt sich grundsätzlich anhand der Anforderungen an die Messgenauigkeit und die Langzeitstabilität der Messergebnisse, die unter den gleichen Messbedingungen auf jeder Maschine reproduzierbar sein müssen. Hierbei ist die notwendige Bedingung, dass sich jede Maschine durch eine gute Wiederholbarkeit der Messungen auszeichnen muss. Das für den Validierungsprozess verwendete Material wurde anhand zweier entscheidender Kriterien ausgewählt. Es soll duktile Deformationsverhalten und eine amorphe Materialstruktur besitzen. Diesbezüglich wurde Polycarbonat (PC) ausgewählt. Polycarbonat ermöglicht es, die Validierung der Maschineneigenschaften im infinitesimalen sowie auch im amplitudenabhängigen Deformationsbereich durchzuführen. Der duktile Materialcharakter schließt die Möglichkeit des spröden Bruchs während der Messung mit großer Wahrscheinlichkeit aus. Dadurch wird das Risiko von falsch zugeordneten Bruchursachen durch Maschineneinflüsse ausgeschlossen. Die aus teilkristallinen Materialien gefertigten Proben stellen im Vergleich zu den amorphen Materialien ein komplexeres System dar. Aus dieser Tatsache ergeben sich erhöhte Risiken für den thermischen Probenvorbereitungsprozess. Außerdem ändert sich teilweise der Anteil der kristallinen Phase in Abhängigkeit von der Materialcharge, was auch Einfluss auf die Materialeigenschaften haben kann. Die Messwiederholbarkeit wurde auf vier Maschinen überprüft. Um die Wiederholbarkeit der Messergebnisse zwischen den Maschinen vergleichen zu können, wurden dieselben Messungen unter identischen Messbedingungen durchgeführt. Aufgrund der hohen Prozessempfindlichkeit des Prüfmaterials wurden bei den Vergleichbarkeitsmessungen immer neue Proben in dem-

### 3 Entwicklung des Kriechprüfstandes

selben thermomechanischen Zustand verwendet. Die Darstellung der resultierenden Kriechkurven findet sich in Abbildung 3.8. Die Kriechexperimente wurden auf den ausgewählten Maschinen unter einer konstanten Temperatur von  $T = 80 \text{ }^\circ\text{C}$  und mit der eingestellten Spannung  $\sigma = 15,5 \text{ MPa}$  durchgeführt, wobei die Kriechdauer aus Zeitgründen auf einen Tag beschränkt wurde.



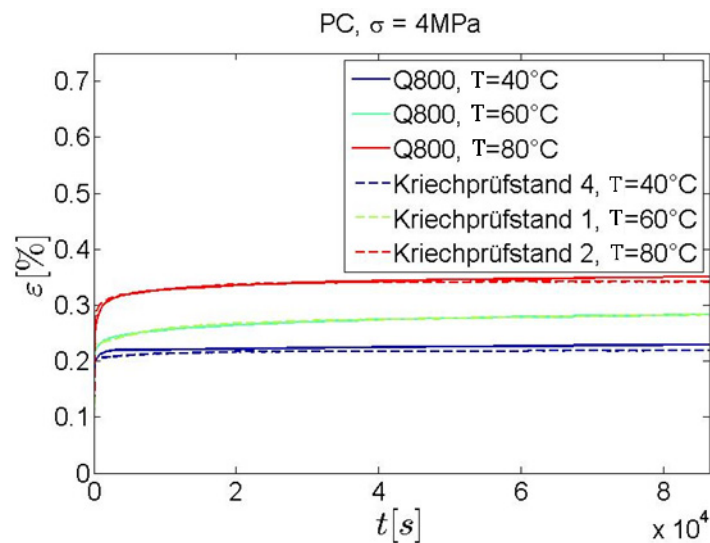
**Abbildung 3.8** Voruntersuchung von PC bei  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $\sigma = 15,5 \text{ MPa}$ , mit vergrößerter Ansicht des finalen Dehnungsbereichs.

Die Fähigkeit der Maschinen, gleiche oder ähnliche Kriechverläufe zu liefern, wurde durch den Abgleich der einzelnen Messungen aus der obigen Abbildung bestätigt. Allerdings waren bei tieferem Einblick in den finalen Deformationsbereich aller Kriechkurven gewisse Diskrepanzen zu beobachten. Dieser Bereich ist in der vergrößerten Ansicht der Abbildung 3.8 hervorgehoben. Unter Berücksichtigung der Materialvorbereitung und des nachfolgenden Messablaufs selbst können nach den vorliegenden Erfahrungen die Unterschiede hauptsächlich auf folgende Gründen zurückgeführt werden: Einerseits handelt es sich um Variationen der Probensteifigkeit, auf der anderen Seite ist für die entstandenen Unterschiede teilweise die manuelle Bedienung des Spindelgetriebes verantwortlich. Die Begründung für die kleinen Steifigkeitsunterschiede lassen sich im Probenvorbereitungsprozess finden. Aufgrund des notwendigen Gedächtnislöschens wurde jede Probe bis oberhalb der Glasübergangstemperatur aufgeheizt und nachfolgend an Luft abgekühlt. Diese Methode ermöglicht es, bei jeder Probe den gleichen Alterungszustand einzustellen. In diesem Zusammenhang muss aber die Abkühlrate in dem Abkühlprozess nicht für alle Proben identisch gewesen sein. Die zweite Ursache besteht aus der manuellen Bedienung der Kurbel. Aufgrund der leicht unterschiedlichen Drehgeschwindigkeit der Bedienerkurbel entsteht bei jeder Messung eine geringe Differenz in der Belastungsrate. Trotz der kleinen Diskrepanzen wurden in der Abbildung 3.8 fast identische Dehngeschwindigkeiten des primären Kriechens durch offen-



sichtlich parallele Kriechverläufe nachgewiesen. Gleichzeitig sind in der Grafik keine unerwarteten Instabilitäten oder Oszillationen erkennbar.

Die nächste Untersuchungsmethode dient der Überprüfung der Messgenauigkeit und der Gesamtsystemstabilität. Zu diesem Zweck wurden verschiedene Messgeräte verglichen. Die an den Anlagen gemessenen experimentellen Kurven wurden mit Messungen verglichen, die mit einer kommerziellen Maschine von TA Instruments, Q800, durchgeführt wurden. Die Kriechkurven wurden mit beiden Maschinen auf drei Temperaturniveaus gemessen, wobei die aufgebrachte Last immer der Spannung von  $\sigma = 4 \text{ MPa}$  entsprach. Die resultierenden Kriechkurven sind anhand der Abbildung 3.9 zu vergleichen.



**Abbildung 3.9** Vergleich der Kriechkurven gemessen mit eigenem Versuchsaufbau und der kommerziellen Maschine Q800.

Die Temperatur- und Spannungsregelung der beiden Maschinen sind deutlich unterschiedlich, was auch die Relevanz der Validierungsmethode bedingt. Bei der Q800 handelt es sich um ein motorgetriebenes Prüfgerät mit dem Schwerpunkt auf DMA-Messungen. Diese Prüfmaschine ermöglicht es, Experimente im linearen Deformationsbereich mit einer Auflösung von 1 nm, einer maximalen Belastungskraft von 18 N und einer Temperaturstabilität von  $\pm 0,125 \text{ °C}$  durchzuführen. Die Idee zu dieser Untersuchung basiert auf der Durchführung von Kriechmessungen unter unterschiedlichen konstanten Temperaturen im linear-viskoelastischen Bereich, in dem eine sehr langsame Kriechgeschwindigkeit erwartet wird. Die Leistungsfähigkeit der gebauten Maschinen in diesem Bereich garantiert genaue Messungen im spannungspegelabhängigen Deformationsbereich. Bei der Auswertung der einzelnen Kriechkurven aus Abbildung 3.9 ist eine ausreichende Überlappung der entsprechenden Kurven offensichtlich. Die Unterschiede in der Kriechgeschwindigkeit zwischen den auf der Q800 gemessenen Ergebnissen und denjenigen der eigenen Maschinen sind vernachlässigbar. Aufgrund der starken Temperaturabhängigkeit des Polycarbonats im linear-viskoelastischen Deformationsbereich verursacht jede

deutlichere Temperaturabweichung vom eingestellten Sollwert eine deutliche Änderung der Kriechgeschwindigkeit. Die Abbildung 3.9 bestätigt jedoch, dass diese Situation nicht vorgekommen ist. Um die Regelungsgenauigkeit quantifizieren zu können, wurde anschließend die Standardabweichung ausgewertet. Hierbei wurden für die Rechnung die stabilisierten Kammertemperaturwerte aus drei durchgeführten Kriechexperimente verwendet, wobei die Nominaltemperatur jeder ausgewählten Kammer auf 80 °C eingestellt wurde. Die ausgewerteten Standardabweichungen in Bezug auf die vorherigen Überlegungen sind in der Tabelle 3.1 dargestellt.

**Tabelle 3.1** Genauigkeit der gewählten Temperierkammern.

<b>Getestete Temperierkammer</b>				
	1.	2.	4.	5.
T [°C]	79.996±0.125	80.001±0.063	80.001±0.116	80.002±0.141

Anhand der ausgewerteten Daten gehören alle Maschinen in die Genauigkeitsklasse der kommerziellen Maschine Q800. Außer der validierten hohen Regelungsgenauigkeit und Stabilität bieten die gebauten Temperierkammern eine bedienerfreundliche und sichere Arbeitsumgebung. Zudem stellt die kostengünstige Ausführung eine leistungsstarke Variante zu den kommerziell verwendeten Temperierkammern dar.

# 4 Thermoviskoelastische Materialmodellierung des Kriechens thermoplastischer Werkstoffe

## 4.1 Einführung in die Kinematik

Bauteile werden in der Kontinuumsmechanik als materielle Körper bezeichnet. Jeder materielle Körper besteht aus materiellen Punkten, die auch Träger der physikalischen Eigenschaften genannt werden. Die Basisannahme in der Kontinuumsmechanik beruht auf der kontinuierlich verteilten Materie im Körpervolumen. Die Kinematik beschäftigt sich mit der gesamten Bewegung der untersuchten Körper. Unter Berücksichtigung der Grundprinzipien der Mechanik wird der instationäre Bewegungszustand des materiellen Körpers durch die greifenden Kräfte erreicht. Hierbei besteht die Bewegung des deformierbaren Körpers aus der starren und der Deformationsbewegung der materiellen Punkte. Der geometrisch nichtlineare Verformungszustand repräsentiert den verallgemeinerten Fall, in dem sich der Körper in zwei definierten Konfigurationen befindet. Die folgenden Grundlagen beziehen sich auf die Werke von Haupt [51], Holzapfel [81]. Die Abbildung 4.1 gibt Einblick in die kinematische Situation.

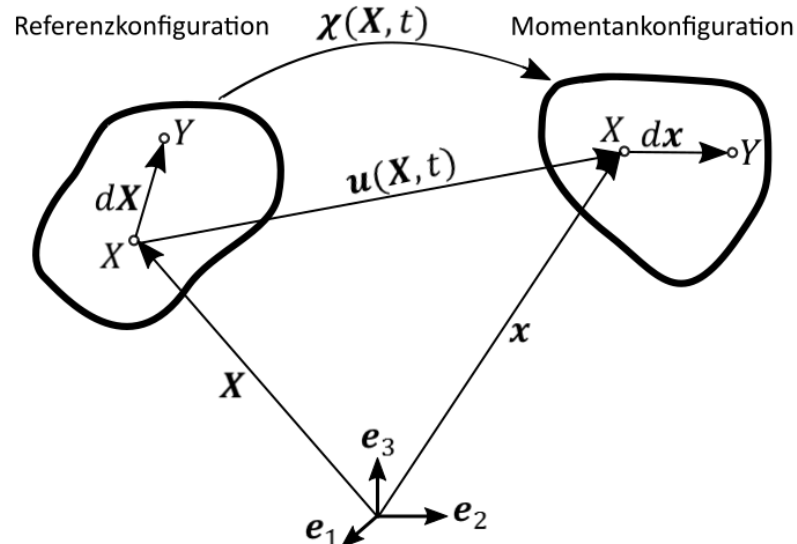


Abbildung 4.1 Materielle Körper in der Referenz- und der Momentankonfiguration.

Der Abstand in der Referenzkonfiguration wird in der Abbildung 4.1 durch den Vektor  $d\mathbf{X}$  der benachbarten materiellen Punkte  $X$  und  $Y$  zu dem Zeitpunkt  $t = t_0$  definiert. Die Position des materiellen Punktes  $X$  wird mithilfe des Ortsvektors  $\mathbf{X}$  und eines festen Koordinatensystems bestimmt. Der Ursprung des Ortsvektors befindet sich in dem mit den Einheitsvektoren  $\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3$  definierten kartesischen Koordinatensystem. Für  $t > t_0$  ändert sich das Linienelement  $d\mathbf{X}$  zu  $d\mathbf{x}$ . Diese Änderung ist mit der Einwirkung von äußeren Kräften verknüpft und signalisiert die Änderung der Konfiguration. Mit der resultierenden Änderung der Position von materiellen Punkten wird die Momentankonfiguration des materiellen Körpers bezeichnet. Diesbezüglich wird auch die Lage des materiellen Punktes  $X$  von dem festen Koordinatensystem mit dem Ortsvektor  $\mathbf{x}$  definiert. Um die Position des Punktes  $X$  zum Zeitpunkt  $t$  mithilfe der gegebenen Ortsvektoren darstellen zu können, wird die bijektive Bewegungsfunktion  $\chi(\mathbf{X}, t)$  eingeführt. Diese Funktion stellt eine ein-eindeutige Verknüpfung zwischen der Ausgangsposition und der aktuellen Position des untersuchten Punktes  $X$  her. Die Vorschrift ist gegeben durch:

$$\mathbf{x} = \chi(\mathbf{X}, t). \quad (4.1)$$

Die Ein-eindeutigkeit basiert auf der Tatsache, dass ein Raumpunkt nur durch einen materiellen Punkt  $X$  besetzt werden kann. Zusammen mit der eindeutig definierten Ausgangsposition des materiellen Punktes kann dementsprechend eine inverse Bewegungsfunktion

$$\mathbf{X} = \chi^{-1}(\mathbf{x}, t) \quad (4.2)$$

gebildet werden. Diese inverse Beziehung ermöglicht es, die Ausgangsposition des materiellen Punktes  $X$ , der sich zu der Zeit  $t$  an der Position  $\mathbf{x}$  befunden hat, zu berechnen. Die gleichen Überlegungen gelten für alle weiteren materiellen Punkte sowie für den zweiten Punkt  $Y$ . Der Zusammenhang zwischen der Position des materiellen Punktes  $\mathbf{X}$  in der Momentankonfiguration und in der Referenzkonfiguration wird häufig auch mithilfe des Verschiebungsvektors dargestellt. In Bezug auf Abbildung 4.1 lässt sich schreiben:

$$\mathbf{u}(\mathbf{X}, t) = \mathbf{x}(\mathbf{X}, t) - \mathbf{X}. \quad (4.3)$$

Die weiteren kinematischen Größen werden durch die Ableitungen der Bewegungsfunktion beschrieben. Die Ableitungen der Bewegungsfunktion nach der Zeit  $t$  liefern in der materiellen Darstellung die Geschwindigkeit und die Beschleunigung des materiellen Punktes. Beide Größen werden mithilfe der folgenden Beziehungen definiert:

$$\hat{\mathbf{v}}(\mathbf{X}, t) = \frac{\partial \chi(\mathbf{X}, t)}{\partial t} \quad \text{und} \quad \hat{\mathbf{a}}(\mathbf{X}, t) = \frac{\partial^2 \chi(\mathbf{X}, t)}{\partial t^2} \quad (4.4)$$

Die kinematischen Größen in der räumlichen Darstellung werden nach dem Ersetzen des Ortsvektors  $\mathbf{X}$  aus der Beziehung (4.4) durch die inverse Bewegungsfunktion aus (4.2) ermittelt, das heißt

$$\mathbf{v}(\mathbf{x}, t) = \widehat{\mathbf{v}}(\boldsymbol{\chi}^{-1}(\mathbf{x}, t), t) \quad \text{und} \quad \mathbf{a}(\mathbf{x}, t) = \widehat{\mathbf{a}}(\boldsymbol{\chi}^{-1}(\mathbf{x}, t), t). \quad (4.5)$$

Durch Bildung der totalen Zeitableitung der Geschwindigkeit  $\mathbf{v}$  in (4.5) zerfällt die Beschleunigung in einen lokalen und einen konvektiven Anteil

$$\mathbf{a}(\mathbf{x}, t) = \frac{\partial \mathbf{v}(\mathbf{x}, t)}{\partial t} + \text{grad} \mathbf{v}(\mathbf{x}, t) \cdot \mathbf{v}(\mathbf{x}, t). \quad (4.6)$$

Der Gradient stellt die Ableitung nach dem Ortsvektor  $\mathbf{x}$  dar und wird mithilfe der mathematischen Definition

$$\text{grad}(\ast) = \frac{\partial(\ast)}{\partial \mathbf{x}} \quad (4.7)$$

ausgedrückt. Unter Berücksichtigung des Ortsvektors  $\mathbf{X}$  wird die Ableitung mit

$$\text{Grad}(\ast) = \frac{\partial(\ast)}{\partial \mathbf{X}} \quad (4.8)$$

bezeichnet. Die Verknüpfung der Linienelemente zwischen den beiden eingeführten Konfigurationen erfolgt über den sogenannten Deformationsgradienten. Diesbezüglich liefert die Ableitung der Bewegungsfunktion nach dem Ortsvektor  $\mathbf{X}$  der Referenzkonfiguration den Deformationsgradienten

$$\mathbf{F} = \frac{\partial \boldsymbol{\chi}(\mathbf{X}, t)}{\partial \mathbf{X}} = \frac{\partial \mathbf{x}}{\partial \mathbf{X}} = \text{Grad}(\mathbf{x}) = \mathbf{I} + \text{Grad}(\mathbf{u}), \quad (4.9)$$

der die Linienelemente  $d\mathbf{X}$  der Referenzkonfiguration zu dem Zeitpunkt  $t$  auf die Momentankonfiguration abbildet. Dieser zweistufige Tensor ist also ein Maß für die lokale Deformation. Der eingeführte zweistufige Tensor  $\mathbf{I}$  wird als Identitätstensor bezeichnet. Für die obengenannte Abbildung gilt:

$$d\mathbf{x} = \mathbf{F} \cdot d\mathbf{X}. \quad (4.10)$$

Der Vollständigkeit halber sei noch die Transportvorschrift für die Flächen und Volumenelemente erwähnt. Die Transformation des infinitesimalen Flächenelements von der Referenzkonfiguration  $d\mathbf{A}$  in die Momentankonfiguration wird mit der folgenden Beziehung berechnet:

$$d\mathbf{a} = \mathbf{J} \mathbf{F}^{-T} \cdot d\mathbf{A}. \quad (4.11)$$

Analog dazu kann auch die Transportvorschrift für Volumenelemente

$$d\mathbf{v} = \mathbf{J} d\mathbf{V} \quad (4.12)$$

definiert werden. Die Jacobi-Determinante  $\mathbf{J}$  ist die Determinante des Deformationsgradienten und wird auch als  $\det \mathbf{F}$  bezeichnet. Für die detaillierte Herleitung der einzelnen Transportregeln wird auf oben genannte Fachliteratur beziehungsweise auf [52,69] verwiesen. Der Deformationsgradient berücksichtigt die Längenänderung des Linienelements  $d\mathbf{X}$  sowie seine Starrkörperbewegung. Für die

Beschreibung des Materialverhaltens ist die in lokale Starrkörperbewegung unerwünscht. Dies führt zu der polaren Zerlegung des Deformationsgradienten

$$\mathbf{F} = \mathbf{R} \cdot \mathbf{U} = \mathbf{V} \cdot \mathbf{R} \quad (4.13)$$

in einen orthogonalen Rotationstensor  $\mathbf{R}$  und den rechten Strecktensor  $\mathbf{U}$  beziehungsweise den linken Strecktensor  $\mathbf{V}$ . Die symmetrischen und positiv definiten Strecktensoren lassen sich durch die Vorwärts- beziehungsweise die Rückwärtsrotation ineinander überführen. Mithilfe der Bildung von Quadraten der Linienelemente in jeweiligen Konfigurationen lassen sich aufgrund der Orthogonalität des Rotationstensors die Hilfstensoren einführen, die keine Rotationsteile mehr besitzen. Nach der Durchführung der einzelnen Schritte

$$d\mathbf{s}^2 = d\mathbf{x} \cdot d\mathbf{x} = d\mathbf{X} \cdot \mathbf{F}^T \cdot \mathbf{F} \cdot d\mathbf{X} := d\mathbf{X} \cdot \mathbf{C} \cdot d\mathbf{X} \quad (4.14)$$

$$d\mathbf{S}^2 = d\mathbf{X} \cdot d\mathbf{X} = d\mathbf{x} \cdot \mathbf{F}^{-T} \cdot \mathbf{F}^{-1} \cdot d\mathbf{x} := d\mathbf{x} \cdot \mathbf{B}^{-1} \cdot d\mathbf{x} \quad (4.15)$$

ergeben sich die Deformationsmaße  $\mathbf{C}$  und  $\mathbf{B}$ . Der rechte Cauchy-Green-Deformationstensor

$$\mathbf{C} = \mathbf{F}^T \cdot \mathbf{F} = \mathbf{U}^2 \quad (4.16)$$

wird als Maß der Referenzkonfiguration bezeichnet, wobei der linke Cauchy-Green-Deformationstensor

$$\mathbf{B} = \mathbf{F} \cdot \mathbf{F}^T = \mathbf{V}^2 \quad (4.17)$$

auf der Momentankonfiguration operiert. Wie erwähnt, beinhalten diese Deformationsmaße nur die lokale Deformation und entsprechen im undeformierten Zustand dem Einheitstensor  $\mathbf{I}$ . Um diese Eigenschaft zu beseitigen, wurden aus der Differenz der Quadrate von Linienelementen mit Bezug auf die jeweiligen Konfigurationen

$$ds^2 - d\mathbf{S}^2 = d\mathbf{X} \cdot (\mathbf{C} - \mathbf{I}) \cdot d\mathbf{X} \quad (4.18)$$

$$ds^2 - d\mathbf{S}^2 = d\mathbf{x} \cdot (\mathbf{I} - \mathbf{B}^{-1}) \cdot d\mathbf{x} \quad (4.19)$$

die folgenden Verzerrungsmaße hergeleitet. In Bezug auf die Referenzkonfiguration lässt sich anhand (4.18) der Green-Lagrangische-Verzerrungstensor

$$\mathbf{E} = \frac{1}{2} (\mathbf{C} - \mathbf{I}) \quad (4.20)$$

definieren. Die Definition des Euler-Almansischen Verzerrungstensors

$$\mathbf{A} = \frac{1}{2} (\mathbf{I} - \mathbf{B}^{-1}) \quad (4.21)$$

aus (4.19) ist auf die Momentankonfiguration bezogen. Die beiden Verzerrungstensoren lassen sich mithilfe der Push-forward- und der Pull-back-Operationen

$$\mathbf{A} = \mathbf{F}^{-T} \cdot \mathbf{E} \cdot \mathbf{F}^{-1}, \quad \mathbf{E} = \mathbf{F}^T \cdot \mathbf{A} \cdot \mathbf{F} \quad (4.22)$$

ineinander überführen. Um das vollständige Materialverhalten darstellen zu können, müssen die Deformationsgeschwindigkeiten ermittelt werden. Als Basis dafür dient der materielle Geschwindigkeitsgradient

$$\dot{\mathbf{F}} = \text{Grad}\mathbf{v}(\mathbf{X}, t) = \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial \mathbf{X}} \quad (4.23)$$

sowie der räumliche Geschwindigkeitsgradient

$$\mathbf{L} = \text{grad}\mathbf{v}(\mathbf{x}, t) = \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}}. \quad (4.24)$$

Wird der räumliche Geschwindigkeitsgradient in einen symmetrischen und schief-symmetrischen Anteil zerlegt:

$$\mathbf{L} = \mathbf{D} + \mathbf{W}, \quad (4.25)$$

so ergeben sich der Deformationsgeschwindigkeitstensor  $\mathbf{D}$  und der Wirbeltensor  $\mathbf{W}$ . Beide Tensoren werden definiert als:

$$\mathbf{D} = \frac{1}{2} (\mathbf{L} + \mathbf{L}^T), \quad \mathbf{W} = \frac{1}{2} (\mathbf{L} - \mathbf{L}^T). \quad (4.26)$$

Mithilfe der materiellen Zeitableitung des Green-Lagrangeschen Verzerrungstensors

$$\dot{\mathbf{E}} = \frac{1}{2} \frac{d}{dt} (\mathbf{F}^T \cdot \mathbf{F}) = \frac{1}{2} (\dot{\mathbf{F}}^T \cdot \mathbf{F} + \mathbf{F}^T \cdot \dot{\mathbf{F}}) \quad (4.27)$$

aus (4.20) wird die Verzerrungsrate  $\dot{\mathbf{E}}$  berechnet, die durch die Identitäten

$$\dot{\mathbf{F}} = \mathbf{L} \cdot \mathbf{F}, \quad \dot{\mathbf{F}}^T = \mathbf{F}^T \cdot \mathbf{L}^T \quad (4.28)$$

in die resultierende Form

$$\dot{\mathbf{E}} = \frac{1}{2} (\mathbf{F}^T \cdot \mathbf{L}^T \cdot \mathbf{F} + \mathbf{F}^T \cdot \mathbf{L} \cdot \mathbf{F}) = \mathbf{F}^T \cdot \frac{1}{2} (\mathbf{L} + \mathbf{L}^T) \cdot \mathbf{F} \quad (4.29)$$

umgerechnet wird. Zwischen der Deformationsgeschwindigkeit  $\mathbf{D}$  und der Verzerrungsrate  $\dot{\mathbf{E}}$  gelten die Umrechnungsregeln ‚Push forward‘ und ‚Pull back‘:

$$\mathbf{D} = \mathbf{F}^{-T} \cdot \dot{\mathbf{E}} \cdot \mathbf{F}^{-1}, \quad \dot{\mathbf{E}} = \mathbf{F}^T \cdot \mathbf{D} \cdot \mathbf{F}. \quad (4.30)$$

Die vorgestellten kontinuumsmechanischen Grundlagen dienen zur Behandlung von geometrisch nichtlinearen Problemen des dreidimensionalen Kontinuums. Wenn die Verschiebungen gegenüber der charakteristischen Abmessung  $L_0$  des untersuchten Körpers klein sind und somit  $|\mathbf{u}/L_0| \ll 1$  gilt, kann die Kinematik linearisiert werden. Da in dieser Arbeit die Vereinfachung vorgenommen wurde, das Materialverhalten mit der geometrisch linearen Theorie abzubilden, erfolgt im

Anschluss die Linearisierung der Verzerrungsmaße. Nach dem Einsetzen von (4.16) und (4.17) in die Definition der Verzerrungsmaße aus (4.20), (4.21) und unter Berücksichtigung des hergeleiteten Deformationsgradienten aus (4.9) ergeben sich die Verzerrungsmaße in der Form:

$$\mathbf{E} = \frac{1}{2} \left( \text{Grad}(\mathbf{u}) + \text{Grad}^T(\mathbf{u}) + \text{Grad}^T(\mathbf{u}) \cdot \text{Grad}(\mathbf{u}) \right), \quad (4.31)$$

$$\mathbf{A} = \frac{1}{2} \left( \text{grad}(\mathbf{u}) + \text{grad}^T(\mathbf{u}) + \text{grad}^T(\mathbf{u}) \cdot \text{grad}(\mathbf{u}) \right). \quad (4.32)$$

Für  $|\text{Grad}(\mathbf{u})| \ll 1$  erfolgt die Linearisierung des Green-Lagrangeschen Verzerrungstensors anhand der Vernachlässigung des quadratischen Terms, so dass gilt:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2} \left( \text{Grad}(\mathbf{u}) + \text{Grad}^T(\mathbf{u}) \right). \quad (4.33)$$

In der Fachliteratur zum Bereich der kleinen Verformungen hat sich diese vereinfachte Form des Verzerrungstensors unter dem Begriff Ingenieurdehnung

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \varepsilon_{ij} \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_j, \quad \varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} (u_{i,j} + u_{j,i}) \quad (4.34)$$

etabliert. Wird die Verzerrungsgeschwindigkeit benötigt, wird die zeitliche Ableitung des linearisierten Verzerrungstensors durchgeführt:

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = \frac{d}{dt} \frac{1}{2} \left( \text{Grad}(\mathbf{u}) + \text{Grad}^T(\mathbf{u}) \right) = \frac{1}{2} \left( \text{Grad}(\mathbf{v}) + \text{Grad}^T(\mathbf{v}) \right). \quad (4.35)$$

Im Vergleich zur geometrisch-nichtlinearen Kinematik wird in der linearen Theorie nicht zwischen den beiden Konfigurationen unterschieden. In den folgenden Kapiteln wird das vereinfachte Konzept der geometrisch linearen Materialmodellierung um physikalisch nichtlineare Materialmodelle erweitert.

## 4.2 Bilanzgleichungen

Zur Beschreibung physikalischer Sachverhalte werden die sog. Bilanzgleichungen universell und axiomatisch eingeführt. Die Bilanzgleichungen bilden die Grundlagen für die weiteren theoretischen Betrachtungen. Im Allgemeinen beschreiben die Bilanzgleichungen die Änderung der physikalischen Größen unter Einwirkung der Außenwelt. Die im Anschluss behandelten Bilanzgleichungen stellen mathematische Formulierungen physikalischer Aussagen dar. Die bilanzierten Größen sind die Masse, der lineare Impuls, der Drehimpuls, die Energie und die Entropie. Auf die detaillierte Herleitung der entsprechenden Erhaltungsgesetze wird in dieser Arbeit nicht eingegangen. Dazu wird auf die Fachliteratur von Haupt [51], Altenbach [68] und Wriggers [82] verwiesen.



### 4.2.1 Massenbilanz

Die globale Massenbilanz liefert eine Aussage über den ganzen Körper. Diesbezüglich bleibt eine Masse eines materiellen Körpers in einem geschlossenen System über die gesamte Zeit konstant. Finden auch keine chemischen Reaktionen statt, kann dieser Gedanke mithilfe der Integralform formuliert werden:

$$m = \int_{\mathcal{V}} \rho \, dv = \int_{\mathcal{V}} \rho_0 \, dV = \text{Konst.} \quad (4.36)$$

Wie es die Formulierung andeutet, bleibt die Masse unabhängig von der Zeit und der Deformation konstant.

### 4.2.2 Impulsbilanz

Zur mathematischen Beschreibung von Körpern ist die lokale Definition der Erhaltungsgesetze von wesentlicher Bedeutung. Die lokale Formulierung ermöglicht es, die entsprechenden Gesetze von dem Gesamtkörper auf Volumenelemente zu übertragen. In der klassischen Mechanik wird die Impulsbilanz häufig auch als das zweite Newtonsche Axiom angegeben. Gemäß dieser Betrachtung wird die zeitliche Änderung des Impulses durch Kräfte hervorgerufen. Dabei wird zwischen den Volumenkräften und den Flächenkräften, die auf die Oberfläche der Elemente wirken, unterscheiden. Die allgemeine Form der lokalen Impulsbilanz ist durch

$$\rho \dot{\mathbf{v}} = \rho \mathbf{b} + \text{div}(\boldsymbol{\sigma}) \quad (4.37)$$

definiert. Die Volumenkräfte werden auf der rechten Seite der Gleichung durch den Vektor  $\mathbf{b}$  beschrieben. Der Vektor der Flächenkräfte wird mithilfe des Differentialoperators der Divergenz des Spannungstensors  $\text{div}(\boldsymbol{\sigma})$  dargestellt. Wird der Beschleunigungsvektor  $\dot{\mathbf{v}}$  gleich null gesetzt, reduziert sich die Anwendbarkeit des Impulssatzes für den Spezialfall der statischen Probleme.

### 4.2.3 Drehimpulsbilanz

In der Drallbilanz ist die Dralländerung mit der Wirkung von Momenten verknüpft. Unter der Annahme, dass sich der Drehimpuls auf den Ursprung des Koordinatensystems bezieht, wird die zeitliche Änderung des Drehimpulses gleich der Summe aller Momente sein. Wird die Drehimpulsbilanz nach [68] global formuliert

$$\int_V \mathbf{x} \times \rho \dot{\mathbf{v}} \, dV = - \int_A \mathbf{n} \cdot \boldsymbol{\sigma} \times \mathbf{x} \, dA + \int_V \mathbf{x} \times \rho \mathbf{b} \, dV, \quad (4.38)$$

lässt sich mittels des Gaußschen Integralsatzes der Oberflächenintegral des Cauchyschen Spannungstensors in ein Volumenintegral überführen. Das ergibt nach mehreren Umformungen die Form:

$$\int_V (\mathbf{x} \times (\rho \dot{\mathbf{v}} - \operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}) - \rho \mathbf{b}) + \sigma_{rk} \mathbf{e}_r \times \mathbf{e}_k) \, dV = \mathbf{0}. \quad (4.39)$$

Wird in (4.38) die Impulsbilanz aus der Beziehung (4.37) eingesetzt, wird das linke Vektorprodukt verschwinden. Damit reduziert sich die Drehimpulsbilanz auf folgende Forderung:

$$\int_V (\sigma_{rk} \mathbf{e}_r \times \mathbf{e}_k) \, dV = \mathbf{0}. \quad (4.40)$$

Da Gleichung (4.39) für beliebiges Volumen gelten muss, folgt die lokale Formulierung des Drehimpulssatzes und damit die Symmetrie des Spannungstensors

$$\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\sigma}^T. \quad (4.41)$$

## 4.2.4 Energiebilanz

In allgemeiner Form entspricht die Energiebilanz dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik und besagt, dass die zeitliche Änderung der totalen Energie  $E_G$  gleich der Summe aus der mechanischen Leistung  $P$  aller äußeren Kräfte und der Wärmezufuhr  $Q$  ist, es gilt also:

$$\dot{E}_G = P + Q. \quad (4.42)$$

Davon ist die mechanische Leistung infolge der Volumen- und Oberflächenkräfte in der Integralform durch

$$P = \int_A \mathbf{t} \cdot \mathbf{v} \, dA + \int_V \rho \mathbf{b} \cdot \mathbf{v} \, dV \quad (4.43)$$

gegeben. Der zweite Term setzt sich aus dem über die Oberfläche des Gesamtkörpers fließenden Wärmefluss  $\mathbf{q}$  und einer volumenbezogenen spezifischen Wärmezufuhr  $r$  zusammen, so dass geschrieben werden kann:

$$Q = - \int_A \mathbf{q} \cdot \mathbf{n} \, dA + \int_V \rho r \, dV. \quad (4.44)$$

Werden in der gesamten Energie des Körpers der Anteil der kinetischen Energie  $\frac{1}{2} \mathbf{v} \cdot \mathbf{v}$  und der inneren Energie  $e$  berücksichtigt, ergibt sich die globale Formulierung der Energiebilanz

$$\begin{aligned} \frac{d}{dt} \int_V \left( e + \frac{1}{2} \mathbf{v} \cdot \mathbf{v} \right) \rho \, dV = \int_A (\mathbf{t} \cdot \mathbf{v} - \mathbf{q} \cdot \mathbf{n}) \, dA + \\ + \int_V (\mathbf{b} \cdot \mathbf{v} + r) \rho \, dV. \end{aligned} \quad (4.45)$$

Unter Verwendung des Reynoldschen Transporttheorems aus [68,83] und mithilfe des Cauchy-Theorems sowie des Gaußschen Integralsatzes entspricht (4.45) der Form:

$$\int_V (\dot{e} + \mathbf{v} \cdot \dot{\mathbf{v}}) \dot{\rho} \, dV = \int_V (\text{div}(\boldsymbol{\sigma}^T \mathbf{v} - \mathbf{q}) + (\mathbf{b} \cdot \mathbf{v} + r) \rho) \, dV. \quad (4.46)$$

Um (4.46) weiter umformen zu können, wird die Divergenz nach der folgenden Regel ausgewertet:

$$\text{div}(\boldsymbol{\sigma}^T \mathbf{v}) = \boldsymbol{\sigma} : \text{grad}(\mathbf{v}) + \mathbf{v} \cdot \text{div}(\boldsymbol{\sigma}). \quad (4.47)$$

Der Tensor  $\text{grad}(\mathbf{v})$ , der gleich dem räumlichen Geschwindigkeitsgradienten  $\mathbf{L}$  ist, kann für den Fall der linearen Theorie als Verzerrungstensor  $\dot{\boldsymbol{\epsilon}}$  angenommen werden. Wird die Divergenz aus (4.46) nach der Gleichung (4.47) umgeschrieben, lässt sich die Energiebilanz in der Form

$$\int_V (\rho \dot{e} + \mathbf{v} (\rho \dot{\mathbf{v}} - \text{div}(\boldsymbol{\sigma}) - \rho \mathbf{b})) \, dV = \int_V (\boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}} - \text{div}(\mathbf{q}) + \rho r) \, dV \quad (4.48)$$

zusammenfassen. Die finale Version der Energiebilanz für beliebige Teilvolumen des materiellen Körpers ergibt sich nach der Berücksichtigung der Impulsbilanz aus (4.37). Die dichtebezogene Änderung der inneren Energie

$$\rho \dot{e} = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}} - \text{div}(\mathbf{q}) + \rho r \quad (4.49)$$

besteht daher aus der Spannungsleistung  $\boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}}$ , der thermischen Leistung in Form der Divergenz des Wärmestroms  $\text{div}(\mathbf{q})$  und der Strahlungswärme  $r$ . Die Energiebilanz, kombiniert mit dem zweiten Hauptsatz der Thermodynamik, hat große Bedeutung bei der Formulierung konstitutiver Beziehungen. Daher wird folgende Umformulierung

$$- \rho r + \text{div}(\mathbf{q}) = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}} - \rho \dot{e} \quad (4.50)$$

getätigt.

### 4.2.5 Entropiebilanz

Aus dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik ist offensichtlich, dass die Gesamtenergie eines nach Außen abgeschlossenen materiellen Systems nicht vergrößert oder vermindert werden kann, sondern nur eine Transformation aus einer in eine andere Energieform möglich ist. Trotz dieser Aussage enthält dieses Erhaltungsgesetz keine genaueren Angaben über die Richtung und Art solcher Transformationen. Die Reversibilität des Prozesses wird hier ebenfalls nicht behandelt. Mit diesen Fragestellungen beschäftigt sich auf der Grundlage des Entropiekonzepts der zweite Hauptsatz der Thermodynamik. Dabei kann die Entropie als ein Maß angesehen werden, das die irreversible Transformation der nutzbaren in nichtnutzbare Energie ausdrückt. Diese Umwandlung eines geordneten Anfangszustandes in einen weniger geordneten Zustand wird durch den Entropiezuwachs repräsentiert. Die Entropie ist im Allgemeinen eine additive Funktion

$$\frac{d}{dt} s = H + \Gamma. \quad (4.51)$$

der vom außen zugeführten Entropie  $H$  und der nicht negativen inneren Entropieproduktion  $\Gamma$ . Werden für die einzelnen Terme der Gleichung (4.51) die Oberflächen- und Volumenintegrale aus [82] eingesetzt, lässt sich die Entropieproduktion formulieren als:

$$\Gamma = \int_V \gamma \rho \, dV = \frac{d}{dt} \int_V \rho s \, dV - \int_V \rho \frac{r}{\vartheta} \, dV + \int_A \frac{1}{\vartheta} \mathbf{q} \cdot \mathbf{n} \, dA. \quad (4.52)$$

Hierin bezeichnet  $s$  die spezifische Entropie,  $r$  die volumenverteilte Wärmezufuhr und  $\mathbf{q}$  den Wärmestromvektor.  $\vartheta$  repräsentiert die absolute Temperatur. Die Anwendung des Gaußschen Integralsatzes ermöglicht die Überführung des Oberflächenintegrals in ein Volumenintegral. Damit lässt sich schreiben:

$$\Gamma = \int_V \gamma \rho \, dV = \int_V \left( \rho \dot{s} - \rho \frac{r}{\vartheta} + \operatorname{div} \left( \frac{\mathbf{q}}{\vartheta} \right) \right) dV. \quad (4.53)$$

Das Integral über die Divergenz in (4.53) kann wie folgt umgeformt werden:

$$\int_V \operatorname{div} \left( \frac{\mathbf{q}}{\vartheta} \right) dV = \int_V \left( \frac{1}{\vartheta} \operatorname{div}(\mathbf{q}) - \frac{1}{\vartheta^2} \mathbf{q} \cdot \operatorname{grad}(\vartheta) \right) dV. \quad (4.54)$$

Die Forderung, dass die globale Entropiebilanz für beliebige materielle Teilvolumen gilt, führt auf die folgende lokale Formulierung. Wird die Formulierung (4.53) aufgrund der Irreversibilität der realen Vorgänge um das Postulat  $\Gamma \geq 0$  erweitert, gilt für den zweiten Hauptsatz folgender Ausdruck:

$$\rho \dot{s} - \left( \rho \frac{r}{\vartheta} - \frac{1}{\vartheta} \operatorname{div}(\mathbf{q}) \right) - \frac{1}{\vartheta^2} \mathbf{q} \cdot \operatorname{grad}(\vartheta) \geq 0. \quad (4.55)$$

Die Ungleichheit bezeichnet die Irreversibilität der realen Prozesse, wobei das Gleichheitszeichen seine Bedeutung nur für idealisierte Prozesse hat. Wird die Energiebilanz aus (4.50) für den Klammerausdruck in (4.55) eingesetzt, folgt die sog. reduzierte Form des zweiten Hauptsatzes

$$\rho (\vartheta \dot{s} - \dot{e}) + \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}} - \frac{1}{\vartheta} \mathbf{q} \cdot \text{grad}(\vartheta) \geq 0 . \quad (4.56)$$

Aus thermodynamischen Gründen wird neben der spezifischen inneren Energie  $e$  ein weiteres Maß für die Beschreibung der in Materie gespeicherten Energie benötigt. Diese gesuchte Größe wird als Helmholtzsche freie Energiedichte bezeichnet  $\Psi$ . Die freie Helmholtzsche Energiedichte lautet

$$\Psi = e - \vartheta s. \quad (4.57)$$

Wird mithilfe der Produktregel die freie Energiedichte  $e$  nach der Zeit  $t$  abgeleitet und nach der Änderung der inneren Energie umgeformt

$$\dot{e} = \dot{\Psi} + \vartheta \dot{s} + s \dot{\vartheta}, \quad (4.58)$$

lässt sich mit diesem Ausdruck  $\dot{e}$  in der Beziehung (4.56) ersetzen. Damit folgt die finale Form der Clausius-Duhem-Ungleichung:

$$-\rho \dot{\Psi} - \rho s \dot{\vartheta} + \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}} - \frac{1}{\vartheta} \mathbf{q} \cdot \text{grad}(\vartheta) \geq 0. \quad (4.59)$$

Um das Verhalten des untersuchten Materials beschreiben zu können, wird zuerst die freie Helmholtzsche Energiedichte des Materialmodells definiert. Sie wird in den Prozessvariablen des betrachteten Systems formuliert und nach der Bildung der totalen zeitlichen Ableitung in die Clausius-Duhem-Ungleichung eingesetzt. Bei der Auswertung der Ungleichung muss sichergestellt sein, dass das ausgewählte Modell für beliebige Prozesse thermomechanisch konsistent ist. Dazu muss die Ungleichung größer oder gleich null sein, so wie es die Beziehung (4.59) darstellt. Diesbezüglich kann die Clausius-Duhem-Ungleichung auch als notwendige Anforderung an die konstitutiven Beziehungen gesehen werden. Für isotherme Prozesse, d. h. bei zeitlich und räumlich konstanter Temperatur, folgt aus der Clausius-Duhem-Ungleichung die Clausius-Planck-Ungleichung:

$$-\rho \dot{\Psi} + \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}} \geq 0. \quad (4.60)$$

Da in dieser Arbeit das Langzeitkriechverhalten unter konstanten Temperaturbedingungen untersucht wurde, wird bei der Formulierung der Konstitutivgleichungen von der Clausius-Planck-Ungleichung ausgegangen.

### 4.3 Phänomenologische Beschreibung des zeitabhängigen Materialverhaltens

Im Gegensatz zu elastischen Materialien weisen viskoelastische Materialien ein zeit- und frequenzabhängiges Verhalten auf. Abhängig von der Belastungsgeschichte kommt für viskoelastische Stoffe das sogenannte nachlassende Gedächtnis hinzu. Phänomenologisch kann die Viskoelastizität an verschiedenen Effekten, wie Kriechen, Relaxation oder Phasenverschiebungseffekten beobachtet werden. Zur analytischen Beschreibung werden im Wesentlichen Differentialgleichungsmodelle und integrale Formulierungen verwendet. Die Einschränkungen der linearen Viskoelastizität bestehen hauptsächlich in der Amplitudenunabhängigkeit des Materialverhaltens, wobei das viskoelastische Werkstoffverhalten dem Boltzmannschen Superpositionsprinzip entsprechen muss. In diesem Abschnitt wird das Kriechverhalten mithilfe der Kriechfunktion betrachtet. Bei der Auswertung des Kriechexperiments wird die Dehnung als abhängige Variable gewählt. Unter Annahme der sprunghaften Spannungsvorgabe

$$\sigma(t) = 0 \quad \text{für } t \leq 0 \quad (4.61)$$

$$\sigma(t) = \sigma_0 \quad \text{für } t > 0 \quad (4.62)$$

wird die linear viskoelastische Antwort mithilfe des eindimensionalen Stoffgesetzes

$$\varepsilon(t) = \int_0^t J(t-\tau) \frac{d\sigma}{d\tau} d\tau \quad (4.63)$$

beschrieben. Die Materialfunktion  $J(t)$  wird auch als Kriechnachgiebigkeit bezeichnet und dient häufig nach der Umrechnung der Gleichung (4.63) zur Auswertung von Kriechkurven im linear viskoelastischen Bereich. Werden die Rollen von Dehnung und Spannung vertauscht, führt die Gleichung zur Beschreibung der Spannungsrelaxation

$$\sigma(t) = \int_0^t G(t-\tau) \frac{d\varepsilon}{d\tau} d\tau. \quad (4.64)$$

Die Relaxationsfunktion  $G(t)$  und die Kriechnachgiebigkeit  $J(t)$  sind miteinander durch die Beziehung

$$t = \int_0^t G(t-\tau) J(\tau) d\tau = \int_0^t J(t-\tau) G(\tau) d\tau \quad (4.65)$$

verknüpft. In Bezug auf das viskoelastische Werkstoffverhalten ist anhand der Gleichung (4.65) festzustellen, dass die Relaxationsfunktion  $G(t)$  und die Kriechfunktion  $J(t)$  nicht reziprok sind. Mithilfe der Laplace-Transformation kann die

Reziprozität des komplexen Moduls mit der komplexen Nachgiebigkeit nachgewiesen werden [43].

## 4.4 Konzept der rheologischen Materialmodelle

In der linearen Viskoelastizität wird das Verhalten Materialien gerne mithilfe der rheologischen Elemente beschrieben. Die Grundkörper der linearen Viskoelastizität, die in der Lage sind, das zeit- und ratenabhängige Verhalten darzustellen, bestehen aus Kombinationen von Feder- und Dämpferelementen und werden auch Maxwell- und Kelvinkörper genannt. Das Verhalten der einzeln angeordneten Elemente spiegelt bei Verformung die Materialantwort der Polymerstruktur wider. Als erstes Grundelement der Rheologie wird häufig das Hookesche Federelement bezeichnet, durch das das Verhalten der linearen Elastizität berücksichtigt wird. Nach dem eindimensionalen Hookeschen Gesetz

$$\sigma = E \varepsilon \quad (4.66)$$

wird die Spannung  $\sigma$  mit der Dehnung  $\varepsilon$  durch die Federsteifigkeit  $E$  verknüpft. Um das ratenabhängige Werkstoffverhalten darstellen zu können, wird das Newtonsche Dämpfungselement eingeführt. Gleichzeitig ist dieses Element zur Beschreibung der dissipativen Effekte geeignet. Die Antwort eines linearen Dämpfungselements auf eine aufgebrachte Last wird mittels des eindimensionalen Konstitutivgesetzes

$$\sigma = \eta \dot{\varepsilon} \quad (4.67)$$

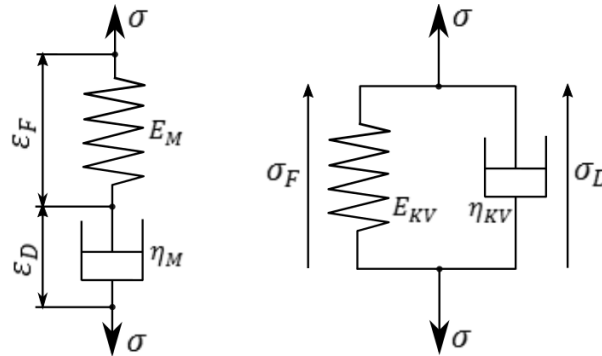
gegeben. Auf die spontan aufgebrachte Last reagiert dieses Element quasi starr. Unter Annahme einer bereits aufgebrachten, konstanten Spannung nimmt die Dehnung mit konstanter Geschwindigkeit  $\dot{\varepsilon}$  zu. In der Entwicklung der Dehngeschwindigkeit spielt die Viskositätskonstante  $\eta$  eine bedeutende Rolle. Ist der Bereich der plastischen Verformungen zu beschreiben, wird das sogenannte Reibelement mit dem Verhalten:

$$\dot{\varepsilon} = \begin{cases} 0 & \text{für } \sigma < \sigma_y \\ \dot{\varepsilon}(t) & \text{für } \sigma \geq \sigma_y \end{cases} \quad (4.68)$$

berücksichtigt. Falls die anliegende Spannung kleiner als die Fließgrenze  $\sigma_y$  ist, lässt dieser Körper keine Bewegung zu. Wird die Fließgrenze  $\sigma_y$  erreicht, wird das plastische Fließen vom Material durch die steigende Dehnung definiert. In der Regel kann bei jedem Element die abgebildete Deformation auch als Stauchung sowie als einfache oder reine Scherung erfolgen.

Um reale viskoelastische Eigenschaften reproduzieren zu können, werden die Grundmodelle in geeigneter Weise kombiniert. Die komplexeren Kelvin-Voigt-

und Maxwell-Körper sind insbesondere in der Lage, das Werkstoffverhalten quantitativ zu beschreiben. Der Modellkörper von Maxwell besteht aus der Reihenschaltung von Feder und Dämpfer. Werden diese in Serie geschaltet, wird der sogenannte Kelvin-Voigt-Körper gebildet. Beide Modellkörper.



**Abbildung 4.2** Modellkörper vom Maxwell (links) und Kelvin-Voigt (rechts).

Aufgrund der Reihenschaltung ist die Spannung des Maxwell-Elements an beiden Grundelementen gleich. Nach der Verformung des Elements kann die Gesamtdehnung

$$\varepsilon = \varepsilon_F + \varepsilon_D \quad (4.69)$$

in zwei Anteile aufgespalten werden. Die elastische Dehnung wird durch die Dehnung der linearen Feder  $\varepsilon_F$  und die viskose Dehnung durch die Dehnung des Dämpfers  $\varepsilon_D$  repräsentiert. Nach der Bildung der zeitlichen Ableitung von (4.69) und unter Verwendung der Stoffgesetze aus (4.66) und (4.67) lässt sich die Differentialgleichung des Maxwell-Elements ableiten:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E_M} + \frac{\sigma}{\eta_M} . \quad (4.70)$$

Wird das Maxwell-Element sprunghaft mit der konstanten Spannung belastet, wird die zeitliche Entwicklung der Dehnungsantwort ermittelt. Auf die sprunghafte Belastung reagiert der Körper mit einer spontanen Anfangsdehnung der linearen Feder. Anschließend liefert das lineare Dämpferelement für die Zeit  $t \rightarrow \infty$  eine monoton zunehmende Dehnung. Diese wichtigen Eigenschaften können mit dem stationären Bereich des Langzeitkriechens assoziiert werden. Aus diesem Grund werden der Maxwell-Körper und seine Erweiterungen im weiteren Verlauf ausführlich diskutiert. Außergewöhnlich relevant ist dieser Körper bei der Darstellung der Spannungsrelaxation. Der rechte Modellkörper aus Abbildung 4.2 stellt die Parallelschaltung eines Newtonschen Dämpfers und einer Hookeschen Feder dar. Diese Parallelschaltung weist eine Übereinstimmung der Verzerrungen  $\varepsilon = \varepsilon_F = \varepsilon_D$  auf. Die Gesamtspannung



$$\sigma = \sigma_F + \sigma_D \quad (4.71)$$

ist eine Summe der Federspannung  $\sigma_F$  und der Dämpferspannung  $\sigma_D$ . Nach dem Einsetzen der Beziehungen (4.66) und (4.67) in die Gleichung (4.71) wird die Differentialgleichung erster Ordnung erhalten, woraus folgt:

$$\sigma = E_{KV} \varepsilon + \eta_{KV} \dot{\varepsilon}. \quad (4.72)$$

Wird der Kelvin-Voigt-Körper einer sprungartigen, konstanten Spannungsanregung ausgesetzt, konvergiert die Kriechdehnung asymptotisch gegen den Grenzwert:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_{KV}}. \quad (4.73)$$

In Bezug auf den typischen Dehnungsverlauf sind Kelvin-Voigt-Elemente in der Lage, das zeitabhängige Kriechverhalten im primären Kriechbereich qualitativ zu beschreiben. Hierbei wird das Kriechverhalten des viskoelastischen Festkörpers häufig mithilfe der Federsteifigkeit  $E_{KV}$  und der Retardationszeit  $\tau_{KV}$  beschrieben. Die Retardationszeit stellt eine charakteristische Zeit für das Materialverhalten dar und wird als

$$\tau_{KV} = \frac{\eta_{KV}}{E_{KV}} \quad (4.74)$$

definiert. Sie wird auch Kriechzeit genannt und gibt die Zeit an, zu der die Kriechdehnung auf den Wert von  $\varepsilon(\tau_{KV}) \approx 0.632 \frac{\sigma}{E_{KV}}$  angewachsen ist [83]. Beim Kelvin-Voigt-Element kann ein Dehnungssprung mit einer endlichen Spannung nicht aufgebracht werden. Außerdem zeigt dieses Element keine Spannungsrelaxation bei festgehaltener Dehnung.

Bei der Beschreibung des Langzeitkriechverhaltens von thermoplastischen Werkstoffen hat die Darstellung des primären Kriechbereichs eine wesentliche Bedeutung. Um diesen Bereich über mehrere Zeitdekaden genau darstellen zu können, werden mehrere Kelvin-Voigt-Körper in einer Reihe geschaltet. Diese sogenannte Kelvin-Voigt-Kette ermöglicht also eine qualitative und quantitative Vorhersage des Langzeitverhaltens im primären Kriechbereich. Die thermomechanische Konsistenz des Materialmodells wird in der Kapitel 4.7 mithilfe der Auswertung der Clausius-Duhem-Ungleichung bewiesen. Eine schematische Darstellung der Kelvin-Voigt-Kette befindet sich in Abbildung 4.3.

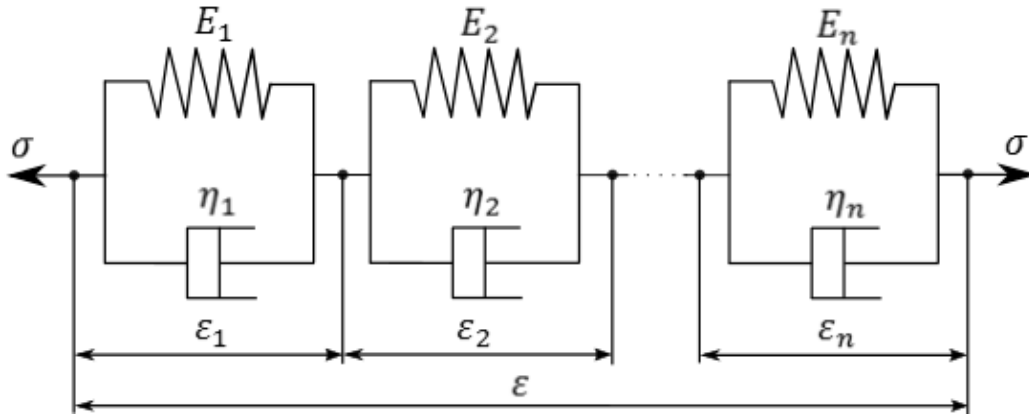


Abbildung 4.3 Verallgemeinertes Kelvin-Voigt-Modell.

Wie in der Abbildung dargestellt, besteht die Gesamtdehnung der Kelvin-Voigt-Kette aus der Summe der Dehnungen der einzelnen Kelvin-Voigt-Körper, so dass gilt:

$$\varepsilon = \sum_{k=1}^n \varepsilon_k \quad (4.75)$$

Die Spannung  $\sigma$  spaltet sich in jedem Kelvin-Voigt-Körper abhängig von den Körperparametern  $E_k$  und  $\eta_k$  in zwei additive Anteile auf. Folgende allgemeine Vorschrift gilt für jeden Körper in der Kette:

$$\sigma = E_k \varepsilon_k + \eta_k \dot{\varepsilon}_k \quad (4.76)$$

Wird nach der Umformung der Gleichung (4.76) die Retardationszeit aus (4.74) eingesetzt, folgt das Konstitutivgesetz in der Differentialform:

$$\dot{\varepsilon}_k + \frac{1}{\tau_k} \varepsilon_k = \frac{1}{E_k \tau_k} \sigma \quad (4.77)$$

Da die Beschreibung des Kriechverhaltens hier auf den linear-viskoelastischen Deformationsbereich beschränkt werden soll, wird für die Konstitutivgleichung aus (4.77) für jeden in der Reihe geschalteten Kelvin-Voigt-Körper eine analytische Form hergeleitet. Die Kombination der analytischen bzw. der numerischen Lösung von (4.77) mit der Gleichung (4.75) ermöglicht die Parameteridentifikation der Kelvin-Voigt-Kette für die Simulation des primären Kriechbereichs. Zur Herleitung der analytischen Lösung wird das Konstitutivgesetz mit einer Exponentialfunktion erweitert, damit folgt:

$$\left( \dot{\varepsilon}_k + \frac{1}{\tau_k} \varepsilon_k \right) e^{\frac{t}{\tau_k}} = \frac{1}{E_k \tau_k} \sigma(t) e^{\frac{t}{\tau_k}}. \quad (4.78)$$

Unter Berücksichtigung der Produktregel entsteht der Ausdruck

$$\left(\varepsilon_k e^{\frac{t}{\tau_k}}\right)' = \frac{1}{E_k} \left(\sigma(t) e^{\frac{t}{\tau_k}}\right)' - \frac{\dot{\sigma}(t)}{E_k} e^{\frac{t}{\tau_k}}. \quad (4.79)$$

Nach partieller Integration von (4.79) ergibt sich

$$\varepsilon_k(t) e^{\frac{t}{\tau_k}} - \varepsilon_k(0) = \frac{1}{E_k} \sigma(t) e^{\frac{t}{\tau_k}} - \frac{\sigma(0)}{E_n} - \int_0^t \frac{\dot{\sigma}(s)}{E_n} e^{\frac{s}{\tau_k}} ds, \quad (4.80)$$

wo sich nach der Umformung und unter Berücksichtigung der Anfangsbedingungen  $\sigma(0) = 0$  und  $\varepsilon_k(0) = 0$  gemäß (4.75) die analytische Lösung in der finalen Form ergibt:

$$\varepsilon(t) = \int_0^t \sum_{k=1}^n \frac{1}{E_k} \left(1 - e^{-\frac{t-s}{\tau_k}}\right) \dot{\sigma}(s) ds. \quad (4.81)$$

Die Summe aller Retardationsfunktionen

$$J(t) = \sum_{k=1}^n \frac{1}{E_k} \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_k}}\right) \quad (4.82)$$

mit den Parametern  $E_k$ ,  $\tau_k$  definiert ein diskretes Kriechspektrum [44]. Die Temperaturabhängigkeit der einzelnen Kelvin-Elemente kann mithilfe der temperaturabhängigen Viskositäten  $\eta_k(\vartheta)$  beschrieben werden. Da die Viskositätswerte mit steigender Temperatur  $\vartheta$  sinken, kann für die Darstellung der Temperaturabhängigkeit eine modifizierte Arrhenius-Gleichung:

$$\eta_k(\vartheta) = \eta_{0k} e^{\left(\frac{\Delta H_k}{R \vartheta}\right)} \quad (4.83)$$

mit positiven Exponenten vorgeschlagen werden, wo  $\eta_{0k}$  der Vorfaktor des  $k$ -ten Kelvin-Dämpfers ist. Die zugehörigen Konstanten werden in der Kapitel 4.5 ausführlich diskutiert. Wird eine Reihenschaltung von überabzählbar unendlich vielen Kelvin-Elementen betrachtet, verallgemeinert sich die Beziehung (4.82) mit  $f(\tau) = 1/E$  auf ein kontinuierliches Spektrum

$$J(t) = \int_0^\infty f(\tau) \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) d\tau. \quad (4.84)$$

Die nächste Simulationsmöglichkeit des Langzeitkriechverhaltens mithilfe rheologisch konsistenter Modelle besteht in der Verwendung des generalisierten Maxwell-Modells, das auch in Abbildung 4.4 zu sehen ist.

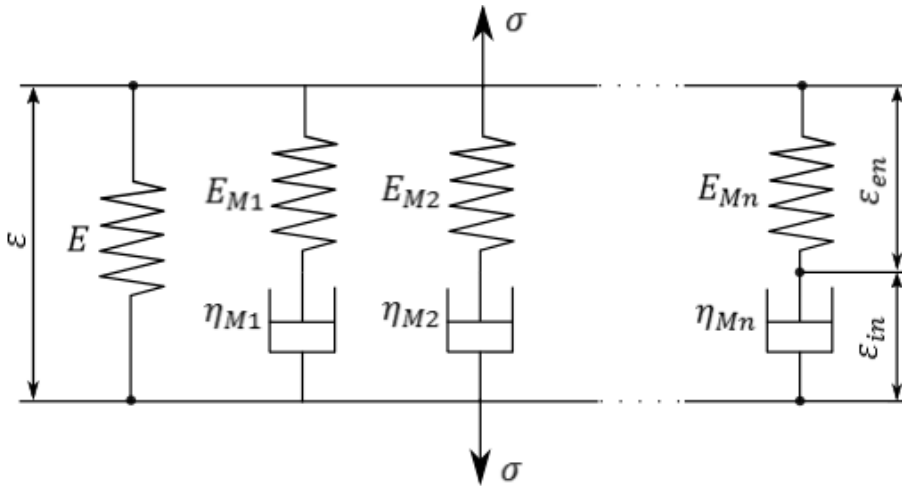


Abbildung 4.4 Verallgemeinertes Maxwell-Modell.

Allerdings wird dieses Modell in der Praxis aufgrund der Parallelschaltung der Maxwell-Elemente mit dem linearen Feder-element eher zur Beschreibung der Spannungsrelaxation verwendet. Bei der Herleitung des Konstitutivgesetzes in der Form einer Differentialgleichung ist die Spannungsaufteilung

$$\sigma = \sigma_{\text{eq}} + \sigma_{\text{neq}} \quad (4.85)$$

zu berücksichtigen, wo  $\sigma_{\text{eq}}$  der Gleichgewichtsspannung und  $\sigma_{\text{neq}}$  der Nichtgleichgewichtsspannung entspricht.  $\sigma_{\text{eq}}$  bezieht sich auf den Zusammenhang aus (4.66), wobei die Nichtgleichgewichtsspannung sich als Summe der Teilspannungen der  $n$  Maxwell-Elemente

$$\sigma_{\text{neq}} = \sum_{k=1}^n \sigma_{\text{neq}k} \quad (4.86)$$

ergibt. Dabei gilt für die Teilgleichgewichtsspannung in jedem Maxwell-Element:

$$\sigma_{\text{neq}k} = E_{Mk} \varepsilon_{ek} = \eta_{Mk} \dot{\varepsilon}_{ik} \quad (4.87)$$

Die Gesamtdéhnung

$$\varepsilon = \varepsilon_{ek} + \varepsilon_{ik} \quad (4.88)$$

besteht aus der elastischen Déhnung  $\varepsilon_{ek}$  der linearen Feder und der inelastischen Déhnung  $\varepsilon_{ik}$  des Dämpfers in jedem Maxwell-Element. Wird  $\sigma_{\text{neq}k}$  nach der Zeit abgeleitet und werden die inelastischen Déhnungen der Dämpfungselemente eliminiert, ergibt sich die Evolutionsgleichung:

$$\dot{\sigma}_{\text{neq}k} = E_{Mk} \left( \dot{\varepsilon} - \frac{1}{\eta_{Mk}} \right) \sigma_{\text{neq}k} \quad (4.89)$$

Mithilfe der Spannung der Maxwell-Feder aus der Beziehung (4.87) wird die Differentialgleichung (DGL) (4.89) nach einer Reihe von Rechenschritten in die Evolutionsgleichung für die inelastischen Dehnungen

$$\dot{\varepsilon}_{ik} = \frac{1}{\eta_{Mk}} (\varepsilon - \varepsilon_{ik}) \quad (4.90)$$

überführt. Unter Berücksichtigung einer konstanten Spannung  $\sigma$  dient diese DGL (4.90) zusammen mit (4.85) in der Form:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} - \frac{1}{E} \sum_{k=1}^n E_{Mk} (\varepsilon - \varepsilon_{ik}) \quad (4.91)$$

zur Beschreibung des Kriechverhaltens im primären Kriechbereich. Unmittelbar nach der aufgetragenen sprunghaftigen Spannungsbelastung werden alle Federn des verallgemeinerten Maxwell-Modells gedehnt. Die Dämpfer reagieren auf die sprunghaftige Belastung zeitlich verzögert. Mit zunehmender Kriechzeit ziehen sich die Maxwell-Federn zusammen, was auch durch die Evolution der steigenden inelastischen Dehnungen aus (4.90) ausgedrückt werden kann. Wird der Grenzfall einer unendlich langen Kriechzeit ( $t \rightarrow \infty$ ) angenommen, entfällt der Summand als Folge der schrumpfenden Maxwell-Feder aus der Beziehung (4.91). Dies heißt, dass die Gesamtdehnung gegen den Wert  $\varepsilon(t \rightarrow \infty) = \sigma/E$  konvergiert. Auch hier charakterisieren die Materialparameter das diskrete Retardationsspektrum. Wie erwähnt, wird bei der Materialmodellierung durch Kriechversuche häufig das generalisierte Kelvin-Voigt-Modell gegenüber dem Maxwell Modell bevorzugt. Die Hauptursache dafür besteht in der einfachen additiven Zusammensetzung der Gesamtdehnung des verallgemeinerten Kelvin-Voigt-Modells.

## 4.5 Aktivierungsprozesse der amorphen Thermoplaste

Die Materialstruktur amorpher Thermoplaste besteht hauptsächlich aus der amorphen Phase, die um freies Volumen und einen sehr geringen Anteil an kristalliner Phase ergänzt wird. Da der sehr geringe Anteil an Kristallen keinen Einfluss auf die Materialeigenschaften hat, wird er in weiteren Überlegungen wie auch in der Fachliteratur vernachlässigt. Vereinfacht kann die amorphe Grundstruktur als eine Vielzahl von beliebig verwickelten, hakenförmigen langkettigen oder auch kurzkettigen Molekülhaufen gesehen werden. Die makroskopischen viskoelastischen Materialeigenschaften beziehen sich auf die Bewegungsfähigkeit der intrinsischen Strukturen. Die kohäsive Energiedichte, die Kettenlänge und die Verwicklungs-dichte hängen eng mit den schwachen Van-der-Waals-Kräften zusammen, die die Wechselwirkungen auf der molekularen Ebene bestimmen. Wird der Materialkör-

per mit einer Kraft beaufschlagt, ist eine viskoelastische Antwort des Materials zu erwarten. In Bezug auf die Mikroskala besteht diese Antwort aus Molekülbewegungen und Verformungen. Mit zunehmender Spannung entwickeln sich anschließend innerhalb des Materials Bereiche mit erhöhten Spannungskonzentrationen, die zur Überwindung der intermolekularen Kräfte bzw. der Energiebarriere dienen. Dabei können die Moleküle oder die Molekülsegmente irreversibel in eine neue Position rutschen. Solche Ereignisse entsprechen in der makroskopischen Deformationsbetrachtung einem nichtlinearen Deformationsverhalten. Hierbei wird dieses Materialverhalten als plastisches Fließen bezeichnet und durch die permanente Materialdeformation gekennzeichnet. Im Allgemeinen ist dieses Verhalten in einem spannungsgesteuerten oder dehnungsgesteuerten Versuch im Bereich größerer Spannungen oder Deformationen zu beobachten. Unter Annahme eines dehnungsgesteuerten Zugversuchs ist das Materialfließen mit dem Erreichen der Fließgrenze  $\sigma_Y$  verbunden. Ausgehend vom spannungsgesteuerten Zugexperiment wird das spannungsabhängige Materialfließen generell dem sekundären Kriechbereich zugeordnet. Schematisch kann das plastische Fließen mithilfe der Abbildung 4.5 dargestellt werden.

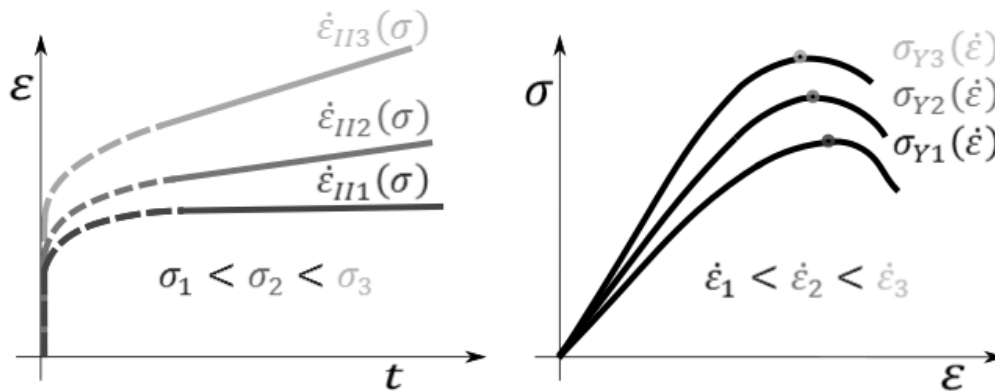


Abbildung 4.5 Betrachtung des Materialfließens.

Die Abbildung 4.5 (rechts) stellt das typische Polymerwerkstoffverhalten in einem dehnungsgesteuerten Zugversuch dar. Im Gegensatz zu Metallen ist hier das Materialverhalten des Polymerglases stark von der eingestellten Dehnrate  $\dot{\epsilon}$  abhängig. In dem linear viskoelastischen Deformationsbereich ist die Ratenabhängigkeit hauptsächlich mit der Spannungsrelaxation auf der mikromechanischen Ebene verbunden. Wie aus Abbildung 4.5 zu erkennen ist, ist vor der Fließgrenze  $\sigma_{Yk}$  eine ausgeprägte Materialverfestigung zu erwarten. Nach der Fließgrenze  $\sigma_{Yk}$  folgt die Dehnungsentfestigung. Diese ist durch den Abfall der Spannung gekennzeichnet.

In Bezug auf die Abbildung 4.5 (links) wird das Fließverhalten in der Form von sekundärem Kriechen angenommen. Hier sind die Verfestigungs- und Entfestigungsmechanismen des Materials im Gleichgewicht. Wie aus den angedeuteten Kriechkurven abzulesen ist, ist die stationäre Kriechgeschwindigkeit der einzelnen

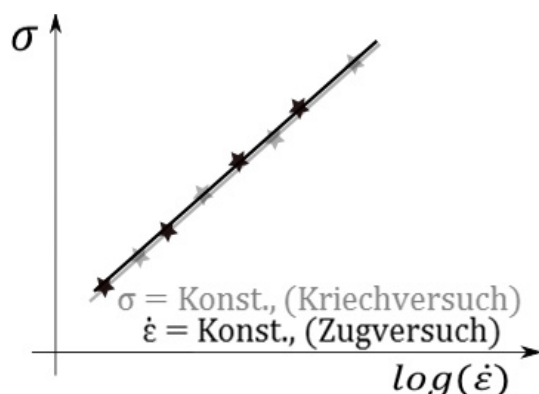
Kriechkurven  $\dot{\epsilon}_{IIk}$  eine Funktion der aufgetragenen Spannung  $\sigma$ . Zur Beschreibung des plastischen Fließens wurden in der Vergangenheit mehrere Ansätze vorgeschlagen. Eine der möglichen und akzeptierten Methoden, die auch für Polymerwerkstoffe geeignet ist, basiert auf der Eyringschen allgemeinen Theorie der aktivierten Prozesse [84]. Diese Theorie wird auch ‚Transition State Theory‘ genannt und beschreibt hauptsächlich die Geschwindigkeit, mit der die Strukturelemente im Material eine Energiebarriere überwinden und somit in die neuen Lagen rutschen. Hierbei wird von der Annahme eines homogenen Prozesses ausgegangen. Als Treibkraft für das aktivierte plastische Fließen wird im Allgemeinen die Scherspannung betrachtet. Allerdings sollen im Folgenden diese Betrachtungen auf den Zugspannungszustand bezogen werden, da hier auch die Energie für die Änderung des Gestaltzustandes beinhaltet ist. Wird die Abhängigkeit vom Logarithmus der Dehnrates  $\dot{\epsilon}_{IIk}$  des sekundären Kriechens von der aufgetragenen Spannung  $\sigma$  ausgewertet, bildet sich ein linearer Zusammenhang. Diese Entwicklung entspricht für Polymerwerkstoffe häufig der Theorie des aktivierten Fließens und kann mithilfe der kinematischen Ree-Eyring-Gleichung

$$\dot{\epsilon}_{II}(\sigma) = \dot{\epsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma V}{k \vartheta}\right) \quad (4.92)$$

dargestellt werden [85]. Die gesuchten Koeffizienten sind  $\dot{\epsilon}_0$  und  $V$ . Die aufgetragene Spannung  $\sigma$  führt zur erhöhten Mobilität des aktivierten Volumens  $V$ . Mithilfe des Ratenfaktors  $\dot{\epsilon}_0$ , kann die Abhängigkeit von dem thermodynamischen Zustand und der Temperatur berücksichtigt werden. Die Konstante  $k$  repräsentiert die Boltzmannsche Konstante und  $\vartheta$  die absolute Temperatur. Bei dem Dehnungsgesteuerten Zugversuch ergibt sich der stabile Deformationszustand an der Fließgrenze. Die Spannung an der Fließgrenze  $\sigma_Y$  von PC repräsentiert einen Inflexions-Punkt, der einen konstanten Wert, abhängig von der eingestellten Dehnrates, vorstellt. In der Umkehrung der Situation spiegelt sich die eingestellte konstante Spannung in einer konstanten Dehnrates ab. Wird die Gleichung (4.92) nach der Spannung umgeformt

$$\sigma_Y(\dot{\epsilon}) = \frac{k \vartheta}{V} \sinh^{-1}\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right), \quad (4.93)$$

kann die Ree-Eyring-Beziehung zur Beschreibung der Kinematik des dehnungsgesteuerten Zugversuchs ( $\dot{\epsilon} = \text{Konst}$ ) ausgenutzt werden. Bauwens-Crowet haben mithilfe der obigen Theorie die unter der Zugbelastung gemessenen stationären Zustände vom Polycarbonat untersucht. Die Auswertung der spannungsabhängigen stationären Dehnrates und der ratenabhängigen Fließgrenzen bestätigte anhand identischer Aktivierungsvolumen die Annahme der gleichen Deformationsmechanismen [40]. Dies führt zu der Schlussfolgerung, dass die Dehnrates an der Fließgrenze der spannungsinduzierten plastischen Fließgeschwindigkeit aus dem Kriechversuch entspricht. Werden beide Versuche im stationären Zustand ausgewertet und miteinander in einem  $\log(\dot{\epsilon}) - \sigma$ , oder  $\sigma - \log(\dot{\epsilon})$  Diagramm kombiniert, entsteht eine Überlappung der ausgewerteten Messpunkte [42], so wie es die Abbildung 4.6 darstellt.



**Abbildung 4.6** Auswertung der Zug- und Kriechversuchen im stationären Zustand.

Diesbezüglich kann das Langzeitkriechverhalten des sekundären Kriechens von thermorheologisch-einfachen Polymeren mithilfe der dehnratengesteuerten Kurzzeitzugversuche bestimmt werden. Hierbei wird von gleichem Materialzustand ausgegangen. Würden die dehnungsgesteuerten Zugversuche mit gealtertem Probenmaterial durchgeführt, wäre ein steiferes Materialverhalten zu erwarten. Hierbei ist bei dem fortgeschrittenen Alterungszustand des Polycarbonats eine Erhöhung der Fließspannungen zu erwarten. In unserem Fall ist anzumerken, dass die verwendeten Polycarbonat-Zugproben durch den identischen Prozess der Probenvorbehandlung den gleichen Alterungszustand aufweisen. Allerdings weicht der Alterungszustand jeder Zugprobe in jedem Langzeitkriechversuch beim Erreichen des stationären Bereichs vom gleichen Niveau ab. Diese Tatsache ist auf die unterschiedliche Dauer des primären Kriechens zurückzuführen und kann zu leichten Steigungsdifferenzen zwischen den Kurven aus der Abbildung 4.6 führen. Da die Voralterung der geprüften Proben die einzelnen Materialprüfzeiten deutlich überschritten hatte, wird dieser Effekt reduziert und kann vernachlässigt werden. Dementsprechend wurden für die Anpassungszwecke nach dem Methodenvergleich die spannungsabhängigen Dehnrates aus Kriechexperimenten ausgenutzt. Soll das Langzeitkriechverhalten mit extrem langen Kriechzeiten mithilfe der Kurzzeitversuche, wo der Unterschied nicht mehr vernachlässigbar ist, dargestellt werden, ist der aus den Kurzzeitversuchen bestimmte Ratenfaktor  $\dot{\epsilon}_0$  um die Alterungsabhängigkeit zu erweitern. Dieser Faktor kann anhand von ratengesteuerten Zugversuchen mit unterschiedlichem Alterungszustand bestimmt werden. Da aber in dieser Arbeit der Schwerpunkt nicht auf der Untersuchung physikalischer Alterung liegt und der erwähnte Unterschied sehr klein ist, wurde die zweite Option nicht verwendet.

Bei Berücksichtigung der Temperatureinflüsse auf das plastische Fließen kann die Temperaturunabhängigkeit der einzeln angepassten  $\dot{\epsilon} - \sigma$  Kurven ausgenutzt werden. Daher entsteht die Möglichkeit, die Temperaturabhängigkeit des Fließens mithilfe des temperaturabhängigen Ratenfaktors  $\dot{\epsilon}_0(\vartheta)$  erfassen zu können. Auf empirische Weise kann die Temperaturabhängigkeit des Ratenfaktors mithilfe des temperatur-aktivierten Fließprozesses nach Arrhenius



$$\dot{\epsilon}_0(\vartheta) = A e^{\left(\frac{\Delta H_{II}}{R \vartheta}\right)} \quad (4.94)$$

ausgedrückt werden [86,87]. Der gegebene Ansatz beschreibt die Rate des Polymerflusses aus der energetisch günstigeren Position in die Position des energetisch höheren Zustands durch die Überwindung der Energiebarriere  $\Delta H_{II}$ .  $\Delta H_{II}$  wird als Aktivierungsenergie bezeichnet und stellt bei der Auswertung des logarithmierten, temperaturabhängigen Koeffizienten die Steigung der Kurve dar. Mit  $R$  wird die universelle Gas-Konstante bezeichnet. Im Weiteren beinhaltet dieser Ansatz die absolute Temperatur  $\vartheta$  und den pre-exponentiellen Faktor  $A$ . Wird die Beziehung (4.92) mit der Gleichung (4.94) zusammengefügt, wird die Rate des sekundären Kriechens mit dem Modell

$$\dot{\epsilon}_{II}(\vartheta, \sigma) = A e^{\left(\frac{\Delta H_{II}}{R \vartheta}\right)} \sinh\left(\frac{\sigma V}{k \vartheta}\right) \quad (4.95)$$

erfasst [85]. Im Allgemeinen führt eine Erhöhung der Umgebungstemperatur des mechanisch belasteten amorphen Polymerglases zur Steigerung der Mobilität seiner Moleküle, was sich in einer erhöhten makroskopischen Fließrate widerspiegelt. Wird in der Evolutionsgleichung des linearen Dämpfers aus (4.70) der zweite Term durch die nichtlineare Beziehung (4.95) ersetzt, so lautet die Differentialgleichung

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E_M} + A e^{\left(\frac{\Delta H_{II}}{R \vartheta}\right)} \sinh\left(\frac{\sigma V}{k \vartheta}\right) \quad (4.96)$$

Sie ist die Superposition einer linearen, spontanen Antwort der Feder mit der nichtlinearen, temperaturabhängigen Antwort des Eyringschen Dämpfers.

## 4.6 Konzept der isotropen Schädigung

Unter dem Begriff Schädigung wird der Prozess der Werkstoffdegradation verstanden, der sich als Folge von Belastung, Korrosion, Alterung, Verformung oder einer chemischen Reaktion entwickelt. Die Belastung bewirkt an flächen- oder volumenhaften Diskontinuitäten in Form von strukturellen Schwachstellen, lokale Überhöhungen der Spannung beziehungsweise in Versagen von Molekülbindungen, die zum Abrutschen der Moleküle führen. Der Prozess der materiellen Schädigung gehört zu den irreversiblen Deformationsprozessen. Grundsätzlich kann also die Schädigung als bleibende Änderung der Eigenschaften des Materials beschrieben werden. Anhand dieser Definition wird klar, dass sich die ersten Schädigungskonzepte aus der Plastizitätstheorie der metallischen Werkstoffe entwickelt haben. Wird die Schädigung auf die amorphen Polymergläser bezogen, können aufgrund der viskoelastischen Wesensart des Materials keine konkreten Aussagen über die Art des überwiegenden Schädigungsmechanismus getroffen werden. Im Falle der Metallwerkstoffe kann der konkrete Schädigungsmechanismus mithilfe

der mikroskopisch beobachteten Bruchfläche dem Parametersatz des verwendeten Schädigungsansatzes zugewiesen werden. Die einzelnen Methoden, die zur Beschreibung und Messung der Schädigung in Metallen verwendet werden können, wurden in der Fachliteratur vom Lamaitre [70] ausführlich beschrieben.

Im Rahmen der Schädigungsmechanik wird das Konzept nach Kachanov-Rabotnov [53,67,88–93] eingeführt. In diesem Unterkapitel wird das Verhalten der Polymergläser durch die Abnahme der Steifigkeit aufgrund der Entwicklung einer skalarwertigen Schädigungsvariablen quantitativ beschrieben. Hierbei stellt die Schädigungsvariable  $D$  eine Bildung von inneren Diskontinuitäten dar, die aufgrund der sinkenden Querschnittsfläche für eine Erhöhung der lokalen Spannung verantwortlich sind. Die orthotropen und anisotropen multiaxialen Schädigungsansätze sind in den Publikationen [70,89] ausführlich beschrieben. Da der Schädigungsprozess nach Rabotnov während des Langzeitkriechens mit einer Zunahme der lokalen Spannung

$$\hat{\sigma} = \frac{F}{\hat{S}} = \frac{F}{S - S_D} = \frac{F}{S(1 - D)} = \frac{\sigma}{(1 - D)} \quad (4.97)$$

gekennzeichnet ist, wurde die Degradation mit dem zeitlich integrierten linearen Federelement aus dem Maxwell-Modell (4.96)

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_M(1 - D)} + A e^{\left(\frac{-\Delta H_{II}}{R \vartheta}\right)} \sinh\left(\frac{\sigma V}{k \vartheta}\right) t \quad (4.98)$$

verbunden. In der Literatur [67,91–93] wird die Schädigung oft auf das Kriechgesetz des sekundären Kriechens angewendet. Wird diese Modellierungsart auf das amplitudenabhängige Polymerfließen bezogen, entsprechen die resultierenden Modelleigenschaften einem geschädigten nichtlinearen Dämpfer. Diese Betrachtungsweise ist häufig mit der Schädigungsdarstellung der Metallwerkstoffe verknüpft, wo das Langzeit-Kriechverhalten hauptsächlich mithilfe des sekundären und tertiären Kriechbereichs repräsentiert wird. Die folgende Herleitung der Beziehungen zur Parameteridentifizierung gründet auf die Literatur [67,70]. Für die zeitliche Entwicklung der Materialschädigung wird das ursprüngliche Gesetz nach Kachanov [90] in der Form von:

$$\dot{D} = B \left( \frac{|\sigma|}{\sigma_0(1 - D)} \right)^m \quad (4.99)$$

verwendet. Wird (4.99) auf das Kriechverhalten bezogen, führt diese empirische nichtlineare Differentialgleichung zur Darstellung des tertiären Kriechbereichs. Die Parameter  $m$  und  $B$  können als empirische Konstanten angesehen werden, wobei der Parameter  $\sigma_0 = 1\text{MPa}$  aus Dimensionsgründen eingeführt wurde. Ähnlich wie im Falle des sekundären Kriechens kann die Temperaturabhängigkeit des tertiären Kriechens mithilfe des temperaturabhängigen Koeffizienten

$$B(\vartheta) = B_0 e^{\left(\frac{\Delta H_{III}}{R \vartheta}\right)} \quad (4.100)$$

nach dem Arrhenius-Gesetz in der Analogie zu [67] definiert werden. Hierbei entsteht die Frage, wie der Schädigungsprozess physikalisch mit dem Aktivierungsprozess interagiert. Mit der Zusammenfassung des Konzepts der isotropen Schädigungsvariable gilt:

$$\dot{D} = \dot{D}(\vartheta, \sigma, D) \quad \text{mit} \quad 0 \leq D \leq 1. \quad (4.101)$$

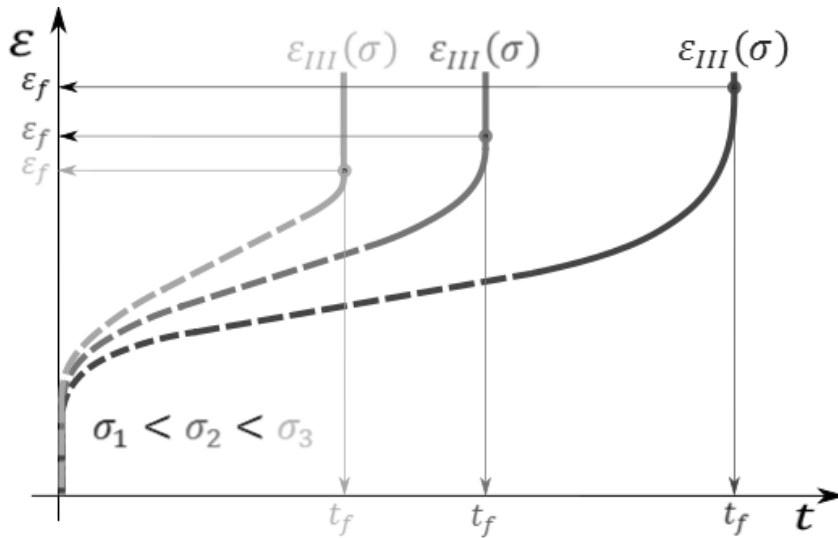
Wird (4.99) für  $\sigma \geq 0$  mithilfe der Substitutionsmethode integriert, ergibt sich die analytische Lösung der Differentialgleichung in der Form:

$$D = 1 - \left( 1 - (m + 1) B \frac{\sigma^m}{\sigma_0^m} t \right)^{\frac{1}{m+1}} \quad (4.102)$$

Der Spezialfall einer vollkommen geschädigten Lastfläche ( $D = 1$ ) kann aus der Beziehung (4.102) ermittelt werden. Die kritische Zeit lautet:

$$t_f = \frac{\sigma_0^m}{(m + 1) B \sigma^m}. \quad (4.103)$$

Die kritische Zeit, vereinfacht auch Schädigungszeit  $t_f$ , wird bei der Auswertung von Kriechversuchen als die Zeit der Einschnürung des Probenkörpers angenommen. Dadurch wird dieser Ansatz mit einem duktilen Materialverhalten verbunden. Da in dieser Arbeit Polycarbonat hauptsächlich unter erhöhten Temperaturen untersucht wurde und kein duktil-spröder Übergang festgestellt wurde, ist die obige Annahme relevant. Ist das Spröbruchverhalten des Materials zu berücksichtigen, tritt der Bruch meist im sekundären Kriechbereich auf. Dieses Bruchverhalten wird nicht von einer ausgeprägten Beschleunigungsphase begleitet. Diesbezüglich wird das Materialverhalten mit der ursprünglichen Beziehung (4.99) qualitativ ungenügend abgebildet. Die Einschnürung definiert die Schädigungszeit, da der Lastquerschnitt keine weitere Tragfähigkeit besitzt und die Mikrorisse in der Einschnürung unmittelbar zum Versagen führen. Schematisch ist die kritische Schädigungszeit  $t_f$  in der Abbildung 4.7 dargestellt.



**Abbildung 4.7** Betrachtung der Schädigungszeit  $t_f$  aus dem spannungsabhängigen tertiären Kriechbereich.

Bei der Beschreibung des tertiären Kriechens schließt die Verwendung nur einer einzigen Schädigungsvariable  $D$  komplexe Schädigungsmechanismen aus. Diese Annahme wurde hauptsächlich aufgrund der homogenen, amorphen Mikrostruktur getroffen. Werden die Logarithmen der Schädigungszeiten  $t_f$  nach der Abbildung 4.7 in Abhängigkeit vom Logarithmus der aufgebrauchten Spannung  $\sigma$  ausgewertet, ist ein linearer Zusammenhang zu erwarten. Hierbei ist der Parameter  $m$  hauptsächlich für die Steigung der angepassten Linie verantwortlich.

## 4.7 Thermomechanisch konsistente Formulierung der 3D-Konstitutivgleichungen des verallgemeinerten, erweiterten Kelvin-Modells

In den vorherigen Kapiteln wurden eindimensionale Kriechmodelle vorgestellt, die zur Beschreibung der einzelnen Kriechbereiche geeignet sind und die in der vorliegenden Arbeit verwendet wurden. In der Fachliteratur wird häufig das Kriechverhalten mittels des plastischen Maxwell-Modells [67] oder des nichtlinearen Burgers-Modell [57,58,94] dargestellt. Trotz der Komplexität dieser Modelle bieten sie keine ausreichende Genauigkeit der Vorhersage für alle Kriechgebiete. Prinzipiell besteht das Langzeitkriechen von Polycarbonat aus drei ausgeprägten Deformationsbereichen. Jeder dieser drei Bereiche ist durch eine Deformationskinetik repräsentiert, die sich in der starken Spannungs- und Temperaturabhängig-

keit über die Lebensdauer des Materials widerspiegelt. Um die Kinetik des charakterisierten Langzeitkriechverhaltens von Polycarbonat darstellen zu können, wird das modifizierte verallgemeinerte Kelvin-Modell aus der Abbildung 4.8 eingeführt.

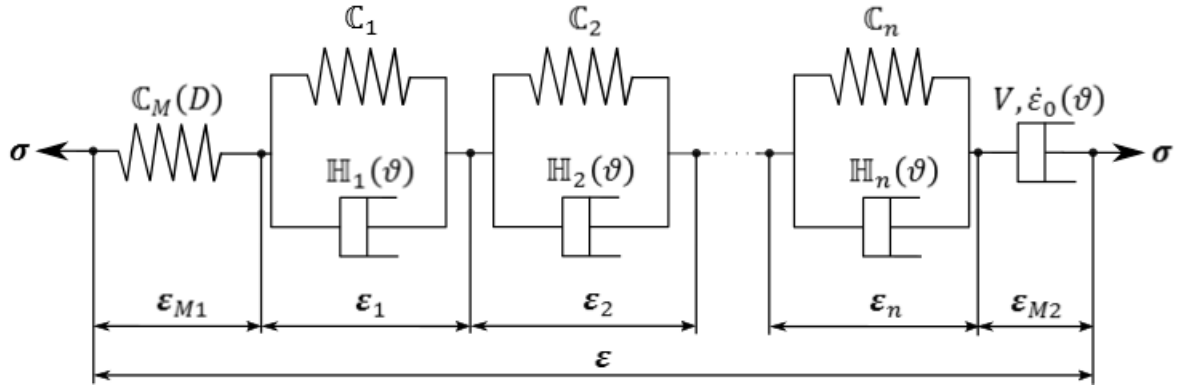


Abbildung 4.8 Verallgemeinertes erweitertes Kelvin-Modell.

Ausgehend von der Verknüpfung des im vorherigen Kapitel modifizierten Maxwell-Modells mit der Kelvin-Kette ist das Modell aus der obigen Abbildung in der Lage, das Materialverhalten aller Deformationsbereiche darzustellen. Die einzelnen Kelvin-Elemente ermöglichen zusammen mit der linearen Maxwell-Feder die Modellierung des primären Kriechens. Der sekundäre Kriechbereich wird mithilfe des nichtlinearen Eyring-Dämpfers dargestellt. In Bezug auf das Materialmodell entspricht dem Materialverhalten im tertiären Kriechbereich die zeitliche Entwicklung der Deformation der geschädigten linearen Maxwell-Feder. Dies wird durch die isotrope Schädigungsvariable  $D$  modelliert. Da in den experimentalen Untersuchungen die Last mit der gleichen Belastungsrate auf die Prüfkörper aufgebracht wurde, wurde die Ratenabhängigkeit der spontanen Antwort nicht berücksichtigt. Weiterhin wurde aus den klar definierten Gründen in den vorherigen Kapiteln der mögliche Einfluss der physikalischen Alterung auf die Modelleigenschaften nicht betrachtet. Für das Modell aus Abbildung 4.8 gilt aufgrund der Reihenschaltung der einzelnen Kelvin-Elemente mit dem rheologischen Körper des Maxwell-Elements die Spannungsgleichheit  $\sigma = \sigma_k = \sigma_{M1} = \sigma_{M2}$ .  $\sigma_{M1}$  und  $\sigma_{M2}$  bezeichnen die Spannungstensoren der linearen Feder und des nichtlinearen Dämpfers. Jeder Spannungstensor des zugehörigen Kelvin-Elements  $\sigma_k$  besteht aus einem elastischen und einem inelastischen Anteil, so wie es in der eindimensionalen Beziehung (4.76) zu sehen ist. Allgemein setzt sich der Tensor der Gesamtdehnung  $\epsilon$  des erweiterten Kelvin-Modells aus der Superposition von Verzerrungen der einzelnen, in der Reihe geschalteten Körper zusammen, so dass folgt:

$$\epsilon = \sum_{k=1}^n \epsilon_k + \epsilon_{M1} + \epsilon_{M2}. \quad (4.104)$$

Die thermomechanische Konsistenz des Modells wird anhand der Auswertung der Clausius-Planck-Ungleichung bewiesen. Die gesamte mechanische, freie Energiefunktion wird als ein additiver Split formuliert, so dass gilt:

$$\rho \Psi(\boldsymbol{\varepsilon}_k, \dots, \boldsymbol{\varepsilon}_n, \boldsymbol{\varepsilon}_{M1}, D) = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^n \rho \Psi_k + \frac{1}{2} \rho \Psi_{M1}. \quad (4.105)$$

Die in der erweiterten Kelvin-Voigt-Kette gespeicherte Energie ist aus der Summe der einzelnen Teilenergien in jeder Kelvin-Feder  $\frac{1}{2} \rho \Psi_k$  und der Energie der Maxwell-Feder  $\frac{1}{2} \rho \Psi_{M1}$  zusammengesetzt. Unter der Annahme isotropen Materialverhaltens gilt für die spezifische Helmholtzsche freie Energie der Ausdruck in der Tensor-Notation:

$$\rho \Psi(\boldsymbol{\varepsilon}_k, \dots, \boldsymbol{\varepsilon}_n, \boldsymbol{\varepsilon}_{M1}, D) = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^n \boldsymbol{\varepsilon}_k : \mathbb{C}_k : \boldsymbol{\varepsilon}_k + \frac{1}{2} \boldsymbol{\varepsilon}_{M1} : \mathbb{C}_M(D) : \boldsymbol{\varepsilon}_{M1}, \quad (4.106)$$

wobei  $\mathbb{C}_k$  den Materialtensor der  $k$ -ten Kelvin-Voigt-Feder darstellt.  $\mathbb{C}_M(D)$  repräsentiert den geschädigten Materialtensor der Maxwell-Feder. Ausgehend von der Theorie der kleinen Verzerrungen können die Materialtensoren mithilfe der Lamé-Parameter nach [95] definiert werden, so dass gilt:

$$\mathbb{C} = \frac{1}{2} \lambda \mathbf{1} \otimes \mathbf{1} + 2 \mu \mathbf{I}. \quad (4.107)$$

Diesbezüglich wird die  $\mathbf{1}$  als Identitätstensor der zweiten Stufe bezeichnet, wobei  $\mathbf{I}$  den symmetrischen Anteil des vierstufigen Identitätstensors repräsentiert. Hierbei ist anzumerken, dass die Parameter der Maxwell-Feder  $\lambda_M, \mu_M$  und der  $k$ -ten Kelvin-Feder  $\lambda_k, \mu_k$  unterschiedlich sind. Wird die totale Zeitableitung von Beziehung (4.105) gebildet, ergibt sich folgender Ausdruck:

$$\rho \frac{d\Psi}{dt} = \sum_{k=1}^n \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_k} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_k + \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_{M1}} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{M1} + \rho \frac{\partial \Psi}{\partial D} \dot{D}. \quad (4.108)$$

Nach dem Einsetzen der zeitlichen Differentiation aus (4.108) in die Beziehung (4.60) folgt unter Berücksichtigung der Modelleigenschaft aus (4.104) die Clausius-Planck-Ungleichung in der Form

$$\left( \boldsymbol{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_{M1}} \right) : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{M1} + \sum_{k=1}^n \left( \boldsymbol{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_k} \right) : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_k - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial D} \dot{D} \geq 0. \quad (4.109)$$

Die thermomechanische Konsistenz des vorgeschlagenen Materialmodells hängt von der Gültigkeit des zweiten Hauptsatzes der Thermodynamik in der Form der Clausius-Planck-Ungleichung ab. Diesbezüglich ergibt eine Auswertung des ersten

Terms nach der Argumentation von Coleman und Noll [96,97] die Konstitutivbeziehung der Maxwell-Feder

$$\boldsymbol{\sigma} = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_{M1}}, \quad (4.110)$$

was nach dem Einsetzen der Ableitung die finale Form

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C}_M(D) : \boldsymbol{\varepsilon}_{M1} \quad (4.111)$$

liefert [55]. Um die Ungleichung für die gesamte Kelvin-Voigt-Kette

$$\sum_{k=1}^n \left( \boldsymbol{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_k} \right) : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_k \geq 0 \quad (4.112)$$

erfüllen zu können, wird die Vorschrift für jedes Element aus der reinen Kelvin-Kette gemäß dem Ansatz nach [54] um

$$\rho \frac{\partial \Phi}{\partial \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_k} \quad \text{mit} \quad \rho \Phi = \frac{1}{2} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_k : \mathbb{H}_k : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_k \quad (4.113)$$

erweitert. Unter Berücksichtigung von (4.113) kann für das  $k$ -te Kelvin-Voigt-Element geschrieben werden:

$$\boldsymbol{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}_k} = \rho \frac{\partial \Phi}{\partial \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_k}. \quad (4.114)$$

Der Ausdruck  $\rho \Phi$  wird als Dissipationspotenzial genannt und repräsentiert die Rate der dissipierten mechanischen Energie [98]. Da das linear-viskoelastische Materialverhalten mit den Elementen der Kelvin-Kette verbunden ist, besteht der Materialtensor der vierten Stufe  $\mathbb{H}_{1,\dots,n}$  aus den konstanten Koeffizienten, die die Viskositäten  $\eta_{1,\dots,n}$  des entsprechenden Kelvin-Dämpfers repräsentieren. Nach dem Einsetzen der entsprechenden Ableitungen in die Beziehung (4.114) folgt für den gewählten  $k$ -ten Kelvin-Voigt-Körper der Ausdruck

$$\boldsymbol{\sigma} - \mathbb{C}_k : \boldsymbol{\varepsilon}_k = \mathbb{H}_k : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_k \quad (4.115)$$

der unter der Annahme von positiven Materialkonstanten für alle Kelvin-Körper die Gültigkeit der Clausius-Planck-Ungleichung für die ganze Kelvin-Kette aus (4.112) garantiert. Soll die Darstellung der Temperatureffekte mithilfe der Beziehung (4.115) erzielt werden, sind die nicht negativen Koeffizienten von  $\mathbb{H}_{1,\dots,n}$  mit der Beziehung (4.83) zu definieren. Anschließend kann nach der Integration des Evolutionsgesetzes aus (4.115) das dreidimensionale Dehnungsverhalten des ausgewählten Kelvin-Elements dargestellt werden. Letztendlich muss noch die Dissipationsrestungleichung

$$- \rho \frac{\partial \Psi}{\partial D} \dot{D} \geq 0 \quad (4.116)$$

ausgewertet werden, die sich aufgrund der geschädigten Maxwell-Feder ergeben hat. In dem Konstitutivgesetz wird diese Schädigung mithilfe des schädigungsabhängigen Materialtensors  $\mathbb{C}_M(D)$  dargestellt. In Bezug auf die Gültigkeit der Restungleichung aus (4.116) werden die folgenden Bedingungen für die Schädigungsvariable  $D$  gefordert:

$$\dot{D} \geq 0, 0 \leq D \leq 1, \boldsymbol{\varepsilon}_{M1} : \frac{\partial \mathbb{C}_M(D)}{\partial D} : \boldsymbol{\varepsilon}_{M1} \leq 0. \quad (4.117)$$

Um die letzte Anforderung erfüllen zu können, wird der Ansatz

$$\mathbb{C}_M(D) = \mathbb{C}_{M0}(1 - D) \quad (4.118)$$

eingeführt. Die positive zeitliche Entwicklung der Schädigungsvariable  $\dot{D}$  basiert auf dem Konzept von Kachanov aus (4.99). Wird die Spannung  $\boldsymbol{\sigma}$  aus (4.99) durch die Vergleichsspannung nach Von-Mises ersetzt:

$$\sigma_{VM} = \sqrt{\frac{3}{2}} \|\boldsymbol{\sigma}^D\|, \quad (4.119)$$

wobei  $\|\boldsymbol{\sigma}^D\|$  die Norm des Spannungsdeviators durch die Beziehung

$$\boldsymbol{\sigma}^D = \boldsymbol{\sigma} - \frac{1}{3} (\text{tr}(\boldsymbol{\sigma})) \mathbf{1} \quad (4.120)$$

gegeben ist, wird der dreidimensionale Spannungszustand in komplexen Strukturen sowie jeder Lastwechsel zur Schädigungsakkumulation beitragen. Werden die obigen Annahmen in der Schädigungsdifferentialgleichung berücksichtigt, wird die zugehörige Evolutionsgleichung wie folgt formuliert:

$$\dot{D}(t) = B \left( \frac{\sigma_{VM}}{\sigma_0 (1 - D)} \right)^m. \quad (4.121)$$

Diese spannungsabhängige Evolutionsgleichung mit den Materialparametern  $B$ ,  $m$  und dem Normierungsfaktor  $\sigma_0 = 1 \text{MPa}$  repräsentiert die isotrope, duktile Schädigungsentwicklung. Wird der Koeffizient  $B$  aus den Messdaten bei unterschiedlichen isothermen Temperaturen identifiziert, kann die Temperaturabhängigkeit  $B(\vartheta)$  nach der Definition (4.100) erfasst werden.

Um das dreidimensionale erweiterte Kelvin-Modell aus der Abbildung 4.8 vollständig beschreiben zu können, wird die Vorschrift des letzten rheologischen Elements, des sogenannten Eyringschen Dämpferelements aus der Gleichung (4.92), in die tensorielle Form überführt. Die Verallgemeinerung des plastischen Fließens nach Ree-Eyring ist unter Anwendung der Von-Mises-Spannung (4.119) realisiert worden. Da sich die Parameteridentifikation des sekundären Fließens auf das eindimensionale Gesetz bezieht, lässt sich das verallgemeinerte Gesetz in der erweiterten 3D-Form



$$\dot{\epsilon}_{M2}(t) = \frac{3}{2} \dot{\epsilon}_0 \sinh\left(\frac{\sigma_{VM} V}{k \vartheta}\right) \frac{\sigma^D}{\sigma_{VM}} \quad (4.122)$$

zusammenfassen. Für die vollständige Herleitung dieser Beziehung unter Verwendung von diversen möglichen Spannungspotenzialen wird auf das Werk von Nuamenko und Altenbach [67] verwiesen. Der zugehörige Spannungsdeviator entspricht der Beziehung (4.120), wobei der Geschwindigkeitsvorfaktor  $\dot{\epsilon}_0$  die Temperaturabhängigkeit des Polymerfließens unter Verwendung des Arrhenius-Gesetzes aus (4.94) beschreibt. Bei niedrigen Spannungswerten liefert die obige Beziehung eine lineare Abhängigkeit von der Spannung.

Aus Übersichtsgründen wurden zur Herleitung des Konstitutivgesetzes der Maxwell-Feder und der Evolutionsgleichungen der einzelnen Kelvin-Voigt-Elemente die Materialtensoren der vierten Stufe  $\mathbb{C}_M(D)$ ,  $\mathbb{C}_{1,\dots,n}$  eingeführt. Da richtungsunabhängiges Materialverhalten angenommen wurde, können die Lamé-Parameter  $\lambda, \mu$  der Komponenten des Materialtensors  $\mathbb{C}$  mithilfe der Beziehungen

$$\lambda = \frac{E \nu}{(1 + \nu)(1 + 2 \nu)}, \mu = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (4.123)$$

aus [95] umgerechnet werden. Die Koeffizienten  $E$  und  $\nu$  repräsentieren den Elastizitätsmodul und die Querkontraktionszahl, die aus dem Zugversuch bestimmt werden können. Diesbezüglich bestehen die Materialtensoren  $\mathbb{C}_M(D)$ ,  $\mathbb{C}_{1,\dots,n}$  je aus zwei unabhängigen Materialkonstanten. Dadurch wird bei der Parameteridentifikation zwischen den Parametern der Maxwell-Feder  $E_M, \nu_M$  und denen der  $k$ -ten Kelvin-Feder  $E_k, \nu_k$  unterschieden. Aufgrund der Komplexität des Materialmodells und der erforderlichen Reduktion des Rechenaufwandes wird das Materialverhalten in der Querrichtung durch die Vereinfachung  $\nu_{1,\dots,n} = \nu_M$  gekennzeichnet. Die Querkontraktionszahl wurde mithilfe der DIC-Methode aus einem dehnungsgesteuerten Zugversuch unter der Fließgrenze bestimmt. Im Anschluss wird diese für die FEM-Simulation als eine konstante Zahl  $\nu_M = 0.4$  angenommen. Soll die zeitabhängige Poissonsahl in dem Modell berücksichtigt werden, ist eine lokale optische Messung der Querdehnung in einem Langzeitkriechversuch erforderlich. Da hier aber das Material unter erhöhten Umgebungstemperaturen in der geschlossenen Temperierkammer geprüft wird, ist diese Messmethode nicht realisierbar.

# 5 Charakterisierung und Beschreibung des mechanischen Materialverhaltens von PC

## 5.1 Analyse der Kriechmessungen

Die grundlegenden Erkenntnisse über das Langzeitmaterialverhalten wurden in dieser Arbeit mithilfe der spannungsgesteuerten Zugversuche, den sogenannten Langzeitkriechversuchen, erworben. Da das Material unter erhöhten Lastniveaus und einer entsprechenden Umgebungstemperatur untersucht wurde, sind Materialnichtlinearitäten zu erwarten. Das zeitabhängige Materialfließen stellt einen komplexen Prozess dar, dessen Eigenschaften durch drei charakteristische Bereiche gegeben sind. Um das nichtlineare Materialverhalten genau beschreiben zu können, wurden zur Materialcharakterisierung die neuentwickelten Maschinen mit dem optimierten Messprozess aus der Abbildung 3.1 genutzt, wobei jede Messung mit einer neu ausgestanzten Probe durchgeführt wurde. Die Reduktion des inhomogenen Spannungszustands im Radius des S2-Probenkörpers wurde durch die Einklemmung direkt hinter dem Proberadius erzielt. Die Einklemmlänge  $l_0$ , sowie die gängigen Probenparameter sind in der Abbildung 5.1 dargestellt.

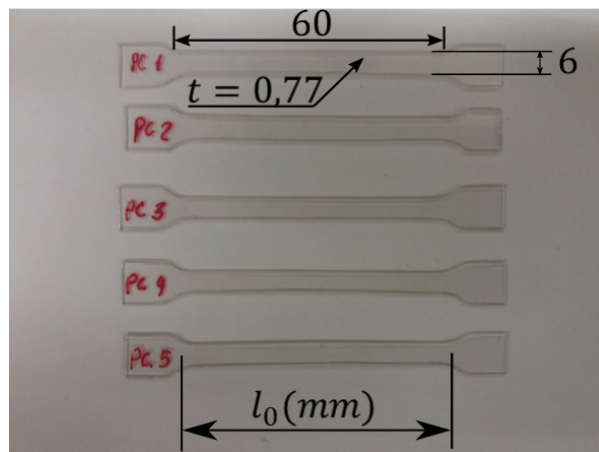
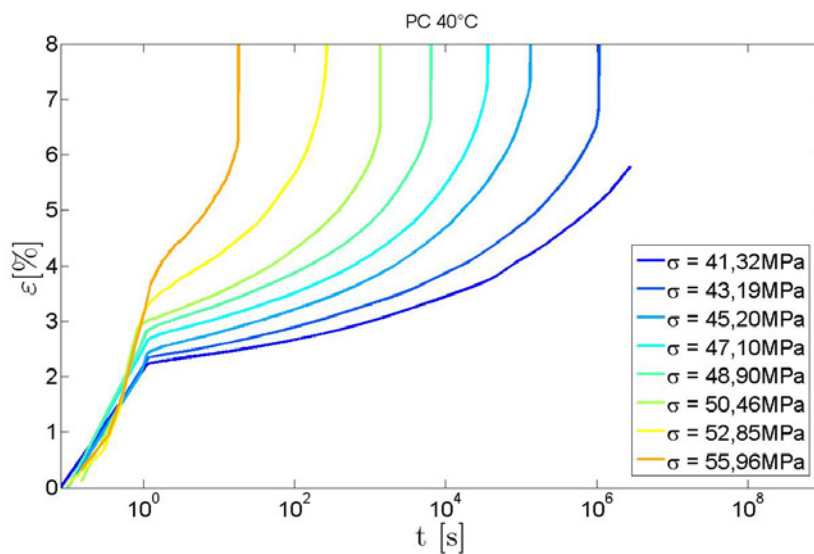


Abbildung 5.1 Polycarbonat Zugprüfkörper.

Aus der obigen Abbildung geht hervor, dass das optimale Seitenverhältnis 10 : 1 bei der Probenfertigung eingehalten wurde. Alle Proben sind durch denselben Alterungszustand gekennzeichnet. Da das Materialverhalten auch von der Belas-

tungshistorie abhängt und die Kriechexperimente bis zum Materialversagen durchgeführt wurden, wird in jedem Experiment immer eine neue Probe geprüft. Um die Spannungsabhängigkeit der einzelnen Kriechbereiche ermitteln zu können, wurde jede Zugprobe mit einer unterschiedlichen Spannung belastet. Hierbei ist anzumerken, dass auf die niedrigen Spannungsniveaus verzichtet wurde. Wird die Betrachtung auf das linear-viskoelastische Kriechen beschränkt, lässt sich die Materialcharakterisierung mittels der Verschiebungsprinzipien durchzuführen. Allerdings ist das charakterisierte Materialverhalten nur auf einen lastunabhängigen Spezialfall bezogen, der keine Untersuchung des Schädigungsmechanismus im tertiären Kriechbereich ermöglicht. Die Charakterisierung des Prüfmaterials auf unterschiedlichen konstanten Temperaturniveaus erweitert die Möglichkeiten der Materialbeschreibung und beschleunigt dank der starken Temperaturabhängigkeit des Prüfmaterials den Charakterisierungsprozess. Vor jeder Messung mit neu eingestellter Temperatur wurden die betroffenen Temperierkammern mindestens drei Stunden lang vorgeheizt. Ebenso wurde jeder geprüfte S2-Streifen vor der Messung 30 Minuten auf der verlangten Messtemperatur lastfrei gehalten. Die Kriechmessungen wurden unterhalb der Glasübergangstemperatur bei 23 °C, 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C realisiert, wobei die Messungen auf 23 °C mit einer anderen Materialcharge durchgeführt wurden. Diesbezüglich wurden für die Parameteridentifikation aufgrund einer möglichst kleineren Parameterstreuung hauptsächlich die Daten aus den Experimenten mit erhöhten Temperaturen genutzt. Ausgehend vom Messprinzip der optimierten Kriechprüfstände wird die gemessene globale Verschiebung auf die Ingenieurdehnung  $\epsilon$  nach [95] umgerechnet. Das Materialkriechen wird grundsätzlich mithilfe der zeitlichen Dehnungsentwicklung dargestellt. Analog dazu kann für die Auswertung von Kriechprozessen auch die Entwicklung der Dehnrates im Zeitbereich verwendet werden. Da bei der Auswertung im vorliegenden Fall auch die Bruchdehnungen von Interesse sind, wurde die Dehnung über die Kriechzeit aufgetragen. Die konkreten Kriechverläufe sind in der Abbildung 5.2 dargestellt.



5 Charakterisierung und Beschreibung des mechanischen Materialverhaltens von PC

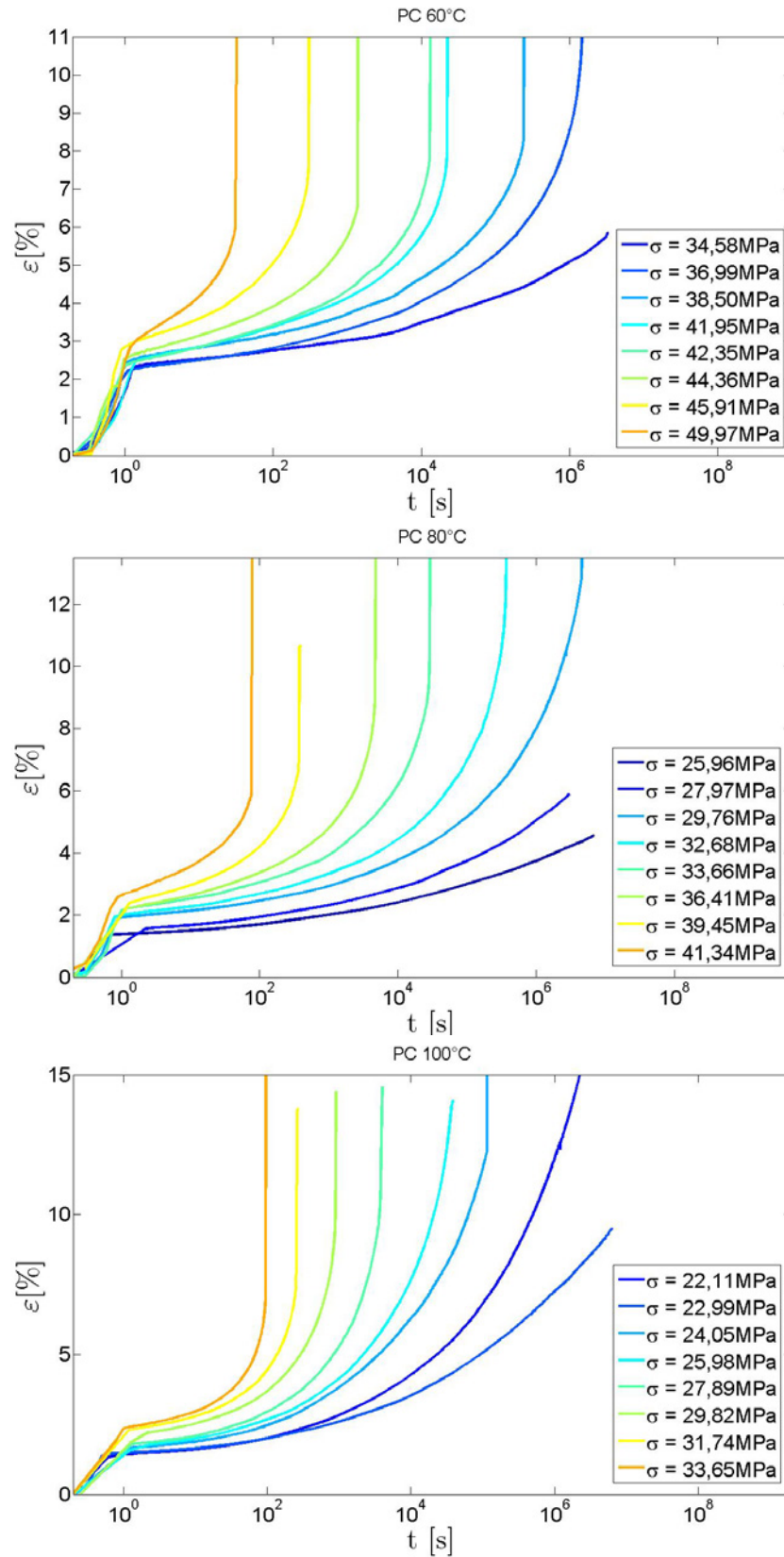
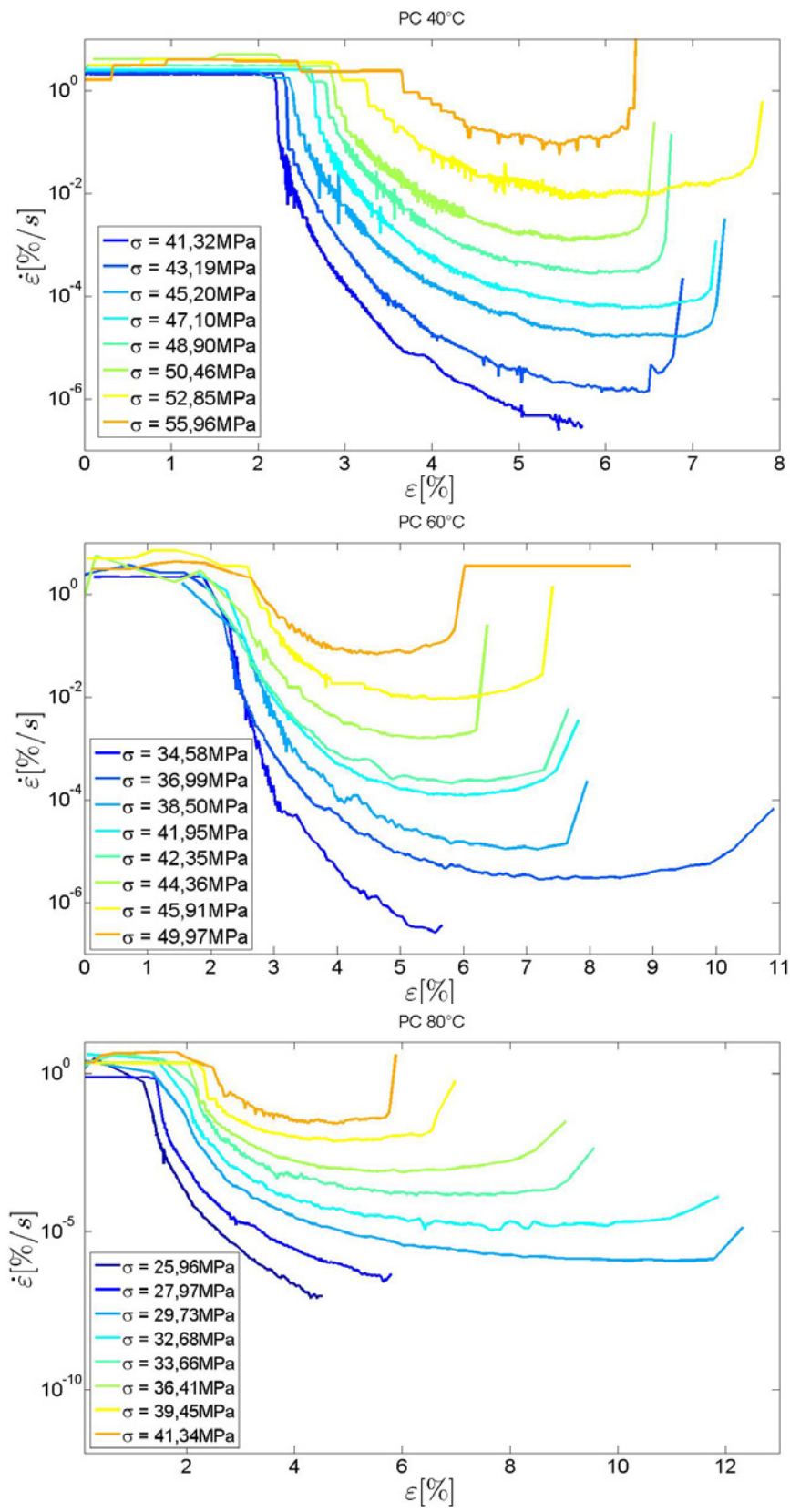


Abbildung 5.2 Kriechverhalten von PC bei 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C.

Die makroskopische Kriechverformung von Festkörpern steht auf der Molekularebene in einem engen Zusammenhang mit den intrinsischen Strukturbewegungen. Diesbezüglich gehören die kohäsive Energiedichte, die Kettenlänge und die Verwicklungsichte zu den wichtigsten festigkeitsbestimmenden Merkmalen, die auch eng mit dem Kriechwiderstand verbunden sind. Gleichzeitig wird die Kriechfestigkeit durch den Produktionsprozess beeinflusst. Trotz der präzisen Fertigungstechnik kann Polycarbonat nicht als ideal homogener Feststoff angesehen werden. Diese Tatsache wird auch durch die Theorie des freien Volumens unterstützt. Die weiteren Materialinhomogenitäten, die die Materialeigenschaften, z. B. die Bruch- und Verformungsmechanismen, beeinflussen können, werden allgemein auch Materialschwachstellen genannt und werden außer durch das freie Volumen durch die freien Kettenendstücke oder kleine Fremdpartikel im Material repräsentiert. Unter Bezugnahme auf die vorherigen Überlegungen kann der thermoplastische Feststoff unter der Spannungsbelastung als eine Serie von strukturellen Elementen mit unterschiedlichen lokalen Steifigkeiten und Bewegungsmöglichkeiten gesehen werden. Abbildung 5.2 bietet anhand von vier Grafiken die Darstellung der spannungsabhängigen Kriechverläufe von PC. Davon besteht jede Grafik aus einem Satz von Kriechmessungen, die bei unterschiedlichen Temperaturen gemessen wurden. Werden die einzelnen Kriechverläufe verglichen, ist bei einer geringen Laständerung eine deutliche Krümmungsänderung zu beobachten. Die Dauer der einzelnen Kriechmessungen reicht von 20 Sekunden bis zu 80 Tagen, wobei die längsten Experimente aus Zeitgründen vorläufig ausgewertet wurden. Da das Materialversagen anhand der duktilen Einschnürung registriert wurde, war kein duktil-spröder Übergang festzustellen. Das weitere spezifische Zeichen der Kriechverläufe besteht bei sinkender Probenbelastung in dem allmählichen Aufstieg der kritischen Schädigungsdehnungen  $\epsilon_f$ . Die Schädigungsdehnungen  $\epsilon_f$  sind mit dem Materialversagen verbunden und wurden auch in der Abbildung 4.7 im vorherigen Kapitel illustriert. Außer der Verschiebung von  $\epsilon_f$  verschiebt sich in Bezug auf die Höhe der Belastung auch der Übergang zwischen dem primären und dem sekundären Kriechbereich, womit die Länge des primären Kriechens ebenfalls beeinflusst wird. Dieses Phänomen ist jedoch aufgrund der halblogarithmischen Darstellung der einzelnen Diagramme in Abbildung 5.2 auf den einzelnen Bildern nicht klar ersichtlich. Um dieses Phänomen deutlicher beschreiben zu können, wird die logarithmische Dehnrates  $\dot{\epsilon}$  über die Kriechdehnung  $\epsilon$  nach Sherby und Dorn [38,87] ausgewertet. Zum ersten Mal wurde dieses Materialverhalten an Polycarbonat von Mindel und Brown [38] beobachtet. Da sich die Dehnungsgrenze des sekundären Kriechens abhängig von der aufgetragenen Zuglast verschiebt, beschreiben die Autoren das Verhalten als Spannungsabhängigkeit der Kriechdehnung bei der minimalen Dehnrates. Aus der Auswertung der Abbildung 5.2 nach Sherby-Dorn ergibt sich, dass der gleiche Effekt der Spannung auf die Kriechdehnung der minimalen Dehnrates wirkt, siehe Abbildung 5.3.

5 Charakterisierung und Beschreibung des mechanischen Materialverhaltens von PC



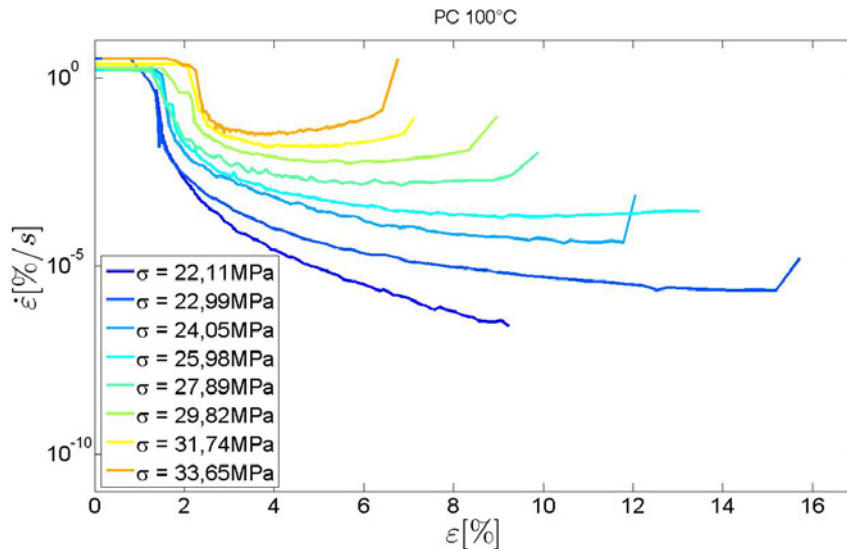
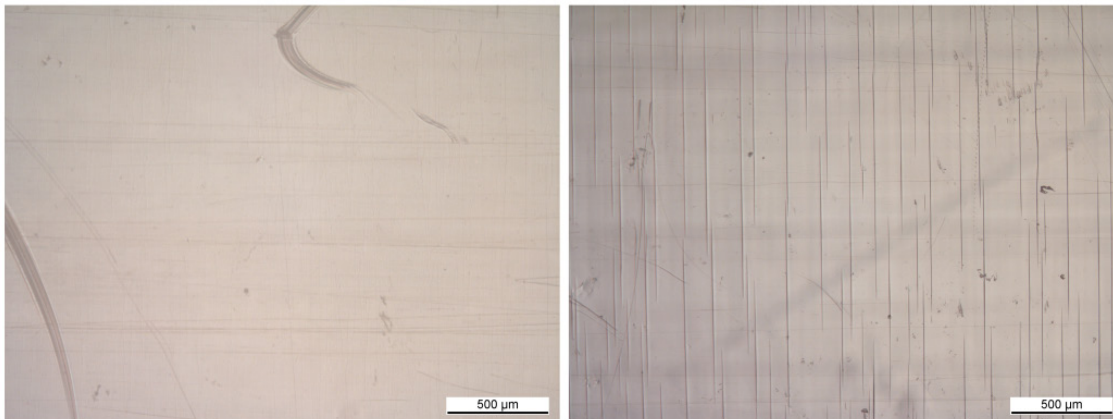


Abbildung 5.3 Sherby-Dorn-Diagramm für 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C.

Mindel und Brown befassen sich anschließend in der Publikation [38] mit der Auswertung der Druckkriechversuche nach Sherby und Dorn. Da hier die einzelnen Verläufe zueinander parallel sind, kann nach der vertikalen Verschiebung der einzelnen Kurven eine perfekte Überlappung erreicht werden, wobei diese Eigenschaft nur für die ausgewerteten Druckversuche gültig ist. Die Begründung des Verschiebungsprozesses aus der Abbildung 5.3 kann anhand der Bildung der Strukturänderungen während des Zugkriechversuchs auf der Oberfläche von einzelnen Zugproben gegeben werden. Abhängig vom Lastniveau waren die einzelnen ursprünglich transparenten Probenoberflächen durch einen gewissen Anteil von untransparenten Oberflächenrissen gekennzeichnet. Dieses Phänomen wird in der Fachliteratur häufig als ‚Crazing‘ bezeichnet. Die Initialisierungsposition der einzelnen Risse ist mit den Materialinhomogenitäten auf der Mikroskala verbunden. Oberflächendefekte sowie Materialleerstellen oder Fremdpartikel repräsentieren für den belasteten Querschnitt die Spannungskonzentratoren, die die Akkumulation der kritischen Energiemenge ermöglichen. Diese Energie ermöglicht den umgebenden Molekülketten ein rapides Rutschen in eine neue Position mit energetisch günstigerem Zustand, der auch als Anfang des Crazing-Prozesses bezeichnet werden kann. Dieser Prozess wird im Allgemeinen als Bildung von hochorientiertem Polymermaterial beschrieben, dessen Fasern sich in Spannungsrichtung ausdehnen [32]. Die Ausbreitung des Crazings erfolgt senkrecht zur Zugspannung, wobei die Fasern-, oder Fibrillenproduktion durch die unterhalb wachsenden Mikrorisse bedingt ist. Hierbei breiten sich die Mikrorisse in der radialen Richtung durch die am Rand akkumulierte Spitzenspannung aus. Für einen detaillierten Einblick in die Kinetik von Crazing und Rissausbreitung unterschiedlicher Polymerwerkstoffe werden die Publikationen [31–34,99,100] vorgeschlagen. Unter Berücksichtigung des makroskopischen Druckkriechverhaltens wird die Bildung von Crazing-Strukturen aufgrund der Leerstellenschließung ausgeschlossen. Diese Annahme basiert auf der Druckkriechkurvenauswertung nach Sherby-Dorn [38], die keine



Spannungsabhängigkeit der Kriechdehnung bei der minimalen Dehnrate nachweist. Diese Argumentation wird nachfolgend durch die Beobachtung der gekrochenen Druckprobengeometrie erweitert, wo keine Crazing-Strukturen festgestellt wurden. Werden Zugkriechversuche betrachtet, so muss das Crazing berücksichtigt werden. Dank der Verlängerung des primären Kriechbereichs sowie der Erhöhung der kritischen Dehnungsgrenze hat die Bildung und Ausbreitung von Crazing-Strukturen im PC einen wesentlichen Versteifungseffekt. Physikalisch kann diese Aussage anhand der wachsenden Anzahl von hochorientierten Fibrillen begründet werden. Die Fibrillen repräsentieren dank ihrer Größe und dem hohen Anordnungsgrad lokale Oberflächenversteifungen, die zur globalen Verbesserung der Kriecheigenschaften von PC führen. Über ähnlich versteifende Eigenschaften verfügen auch die Kristalle in den teilkristallinen Thermoplasten, die sich aber nicht über die Materialprüfzeit entwickeln. Die visuelle Untersuchung der Versuchsproben hat deutliche Unterschiede in der Dichte von Crazing-Strukturen nachgewiesen. Auf den ersten Blick war anhand der Beobachtungen die zeitliche Entwicklung der Dichte und Größe der Oberflächenstrukturen auf den unterschiedlichen Probenoberflächen festzustellen. Da aber die Experimente mit höheren Lasten deutlich kürzer gedauert haben, kann die Zeitabhängigkeit von der Spannungsabhängigkeit nicht unterschieden werden. Bemerkenswert ist, dass Proben, die hohen Belastungen ausgesetzt sind, unabhängig von der Temperatur nur eine geringe Menge an Crazing-Strukturen enthalten, was auch nur unter einer hohen Vergrößerung des Zeiss-Axiophot-Mikroskops sichtbar ist. Im Gegensatz dazu enthalten die unter niedrigen Spannungen verformten Proben eine große Menge an gut definierten Crazing-Strukturen. Diese Beobachtung dokumentiert die Abbildung 5.4, die zwei PC-Proben darstellt, die unter unterschiedlichen Spannungen gemessen wurden.



**Abbildung 5.4** Probenvergleich mit unterschiedlichem Belastungsniveau, links ist die Messung auf  $\sigma = 58,2$  MPa dargestellt, während das rechte Bild die gekrochene Probe unter  $\sigma = 43,9$  MPa beinhaltet. Auf dem linken Bild sind die Bedienungsdefekte ebenfalls zu sehen.



Die physikalischen Hintergründe der genannten Phänomene werden von Kausch und Michler in [31] ausführlich erläutert. Gemäß Kausch und Michler lässt sich die Abnahme der Crazing-Dichte mit steigender Last durch die Erhöhung der notwendigen Fibrillationsenergie erklären. Hierbei repräsentiert die Fibrillationsenergie die kritische Energie, die überschritten werden muss, um Crazing entstehen zu lassen. In [31] wurde diese Energie anhand der Röntgenaufnahmen von Crazing-Strukturen gekrochener Polycarbonat- und SAN-Proben ausgewertet. Die Auswertung stimmt mit den vorliegenden Beobachtungen überein und ermöglicht eine ausführliche Begründung für die Bildung und Ausbreitung von Crazing-Strukturen. Die Fibrill-Strukturen auf jeder Probe stammen aus amplitudenabhängigen Zugkriechversuchen, die bei 3,5 % Probendehnung unterbrochen wurden. Die geprüften Materialien verfügten über eine deutlich unterschiedliche Fibrilldichte, was aber nicht zu unterschiedlichen Endergebnissen geführt hat. In Kriechexperimenten unter hoher Belastung und bei niedrigen Temperaturen wird eine hohe Fibrillationsenergie benötigt. Die Überschreitung einer derart hohen Energie führt infolge von der geringen intrinsischen Spannungsrelaxation und molekularer Mobilität zu einer Crazing-Nukleation durch die Kettenspaltung. Mit zunehmender Temperatur gewinnen die Scherspannungen immer mehr an Bedeutung, was zu einer Reduktion von Fibrillationsenergie führt. Bei Kriechversuchen unter geringer Belastung ist die Fibrillationsenergie der Ausbreitung von Crazing-Strukturen für PC nahezu temperaturunabhängig und nähert sich dem Wert der Oberflächenenergie an [31]. Der Einfluss der Fibrill-Strukturen auf den Schädigungsmechanismus scheint dank dem duktilen Materialversagen nicht dominierend zu sein. Die geschädigten Proben weisen über die gesamte Länge eine große Anzahl von Scherbändern auf, die sich von beiden Seitenkanten in den Mittelbereich ausbreiten. Aufgrund des sinkenden effektiven Probenquerschnitts steigt die effektive Zugspannung in den lasttragenden Bereichen und orientiert die Polymerketten in die Richtung der wirkenden Spannung. Dieses Phänomen ist mit dem tertiären Kriechbereich verknüpft und resultiert in einer stabilen Einschnürung, die ein duktilen Materialversagen repräsentiert. Würde die geschädigte PC-Probe oberhalb des Glasüberganges aufgeheizt werden, würde sich die Polymerprobe teilweise zusammenziehen. Die ursprünglichen Polymereigenschaften wären aber in einem wiederholten Kriechversuch aufgrund der Schädigung nicht reproduzierbar. Der Beweis dafür sowie die Beschreibung der einzelnen Kriechbereiche werden in weiterem Unterkapiteln vorgestellt und ausführlich diskutiert.

## **5.2 Experimentelle Charakterisierung und Beschreibung des Materialkriechens**

Das geprüfte Material reagiert unmittelbar nach dem Aufbringen der äußeren Last mit der spontanen Dehnungsantwort. Da die Lastaufbringung im Versuch ein manuell gesteuerter Prozess ist, wird die spontane Dehnungsantwort durch

eventuelle Unterschiede in der Belastungsgeschwindigkeit beeinflusst. Dadurch kann die Auswertung der Spannungsabhängigkeit der spontanen Dehnungsantwort nur sehr schwer beurteilt werden. Die einfachste und gleichzeitig genaueste Darstellung der spontanen Dehnungsantwort wurde durch den einfachen Spannungs-Dehnungs-Zusammenhang der linearen Maxwell-Feder aus (4.96) erzielt. Dabei wurde die Ratenabhängigkeit der Materialverformung vernachlässigt. Diese Feder wurde im weiteren Verlauf um das Schädigungskonzept erweitert. Hier ist das primäre Kriechen dann durch stark nichtlineares Materialverhalten gekennzeichnet. Das zeitlich nichtlineare Materialverhalten steht in direktem Zusammenhang mit der intrinsischen Materialstruktur und deren Eigenschaften, die in diesem Kapitel ausführlich diskutiert werden. Die last- oder temperaturaktivierten Strukturelemente, wie Molekülketten oder Volumensegmente, versuchen die entsprechende Potenzialbarriere zu überschreiten. Dies führt im primären Kriechbereich zu einer Neuordnung diskreter Strukturelemente von günstigeren zu weniger günstigen Positionen, wobei diese Strukturbewegung von einer allmählichen Erhöhung der Energiebarrieren begleitet ist. Hierbei unterliegt der geprüfte viskoelastische Werkstoff einem Zeitverfestigungsprozess, der sich in einer Abnahme der Kriechgeschwindigkeit widerspiegelt. Die Abhängigkeit des primären Kriechbereichs von der Spannung ist durch die unterschiedlichen Kriechgeschwindigkeiten in Abbildung 5.2 gekennzeichnet. Zu der Darstellung des nichtlinearen Materialverhaltens im primären Kriechbereich wird das Materialmodell aus Abbildung 4.8 angewandt. Die in dem Modell beinhaltete Kelvin-Kette ist für die Darstellung des amplitudenabhängigen Materialverhaltens allerdings nicht geeignet. Um diesen Nachteil zu minimieren, wird in der Praxis häufig der Anpassungsfehler aller spannungsabhängigen Kriechkurven gleichzeitig optimiert. Ein auf diese Weise gefundener Parametersatz beinhaltet die Informationen über die Kriechkurvenkrümmungsänderungen, die auch durch die spannungsaktivierten Prozesse beeinflusst wurden. Da aber im vorliegenden Fall die Belastung mehrere Deformationsmechanismen, wie die aktivierten Segmentbewegungen, Crazing, Molekülaufspaltung, gleichzeitig in unterschiedlichen Verhältnissen aktiviert, sind die Genauigkeitsmöglichkeiten dieser Methode begrenzt. Weiterhin muss noch die ausgeprägte Temperaturabhängigkeit bestimmt werden. Der Einfluss der Spannung auf den vorherigen, universell gefundenen Parametersatz verursacht bei der Bestimmung der temperaturabhängigen Viskositäten aus (4.83) eine zusätzliche Abweichung vom realen Materialverhalten unter erhöhten Temperaturen. Diese Aussage ist durch die ungenügende Spannungsabhängigkeit des vorgeschlagenen Materialmodells im primären Kriechbereich bedingt. Um die Temperaturabhängigkeit darstellen zu können, wird die Anpassungsstrategie umgekehrt betrachtet: Zuerst werden die Temperatureinflüsse auf den primären Kriechbereich mittels der Auswertung der temperaturabhängigen Kriechkurven mit dem gleichen Spannungsniveau beurteilt. Zu diesen Zwecken könnten drei Kriechkurven aus Abbildung 5.2 genutzt werden, wobei nur der primäre Kriechbereich betrachtet wird. Für die Beschreibung des primären Kriechverhaltens wird die 1D-Vereinfachung des Materialmodells aus der Abbildung 4.8 in der folgenden Form benutzt:

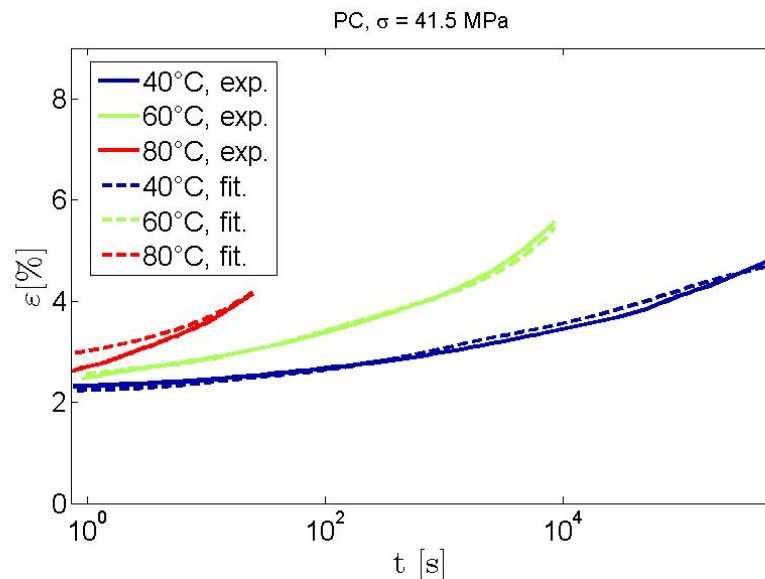
$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_M (1 - D)} + \dot{\varepsilon}_0(\vartheta) \sinh\left(\frac{\sigma V}{k \vartheta}\right) t + \sum_{k=1}^{10} \frac{\sigma}{E_k} \left(1 - e^{-\frac{t E_k}{\tau_k(\vartheta)}}\right) \quad \text{mit}$$

$$\dot{D} = B(\vartheta) \left(\frac{\sigma}{\sigma_0 (1 - D)}\right)^m \quad (5.1)$$

$$B(\vartheta) = B_0 e^{\left(-\frac{\Delta H_{III}}{R \vartheta}\right)}$$

$$\dot{\varepsilon}_0(\vartheta) = A e^{\left(-\frac{\Delta H_{II}}{R \vartheta}\right)}.$$

Da aber das Modell aus (5.1) auf einem additivem Split der Deformation basiert, ist bei der Parameteridentifikation der Kelvin-Kette ein bekannter Deformationsverlauf des nichtlinearen Maxwell-Modells notwendig. Die Modellparameter des nichtlinearen Maxwell-Elements, die die Darstellung der Verformung im sekundären und im tertiären Kriechbereich ermöglichen, sind vor den Parametern, die das primäre Kriechen beschreiben, identifiziert worden. Um die Reihenfolge der einzelnen Kriechbereiche in der Beschreibung zu beachten, werden die Schädigungsparameter sowie die Parameter des Eyringschen-Dämpfers im späteren Teil des Kapitels vorgestellt und ausführlich diskutiert. Anschließend werden die zu fittenden Kriechkurven auf der Abbildung 5.5 dargestellt.



**Abbildung 5.5** Vergleich des experimentell bestimmten temperaturabhängigen primären Kriechbereichs mit der zugehörigen Anpassung.

Jede der drei temperaturabhängigen Kriechkurven im primären Kriechbereich wurde zuerst einzeln mittels der Beziehung (5.1) angepasst. Hierbei ist anzumerken, dass die Spannungsabhängigkeit der Gesamtdeformation nur aus dem additiven Dehnungsbeitrag der geschädigten Feder und dem spannungsabhängigen Dämpfer besteht. Jedes angepasste Kelvin-Element kriecht asymptotisch bis zum

Dehnungswert  $\sigma/E_k$ . Da für die Beschreibung des primären Kriechbereichs 10 Kelvin-Elemente verwendet wurden, wurde aufgrund der hohen Parameterzahl eine Parameterreduktion vorgeschlagen. Aus den angepassten Parametersätzen wurden aufgrund der ähnlichen Länge des primären Kriechbereichs vernachlässigbare Unterschiede in den Steifigkeitswerten der Kelvin-Federn festgestellt. Dadurch wurde im zweiten Schritt die Parameteridentifikation aller drei Kriechkurven aus der Abbildung 5.5 mit fixierten Federsteifigkeiten  $E_{1,\dots,10} = E_1$  durchgeführt. Das Resultat dieser separaten Anpassung ist mit den gestrichelten Linien in der Abbildung 5.5 gezeigt. Nach der Beurteilung der Anpassungen mit den Kriechexperimenten wird sichtbar, dass das vereinfachte Materialmodell in der Lage ist, das Materialverhalten qualitativ und auch quantitativ darzustellen. Letztendlich wurde der Einfluss der Temperaturabhängigkeit auf das mechanische Materialverhalten mithilfe der Beurteilung von temperaturabhängigen Viskositäten  $\eta_{1,\dots,10}(\vartheta)$  nach der Beziehung aus (4.83) ausgewertet. Diesbezüglich wurden die aus allen drei Kriechkurven identifizierten Viskositäten  $\eta_{1,\dots,10}(\vartheta)$  in der Abbildung 5.6 zusammengefasst.

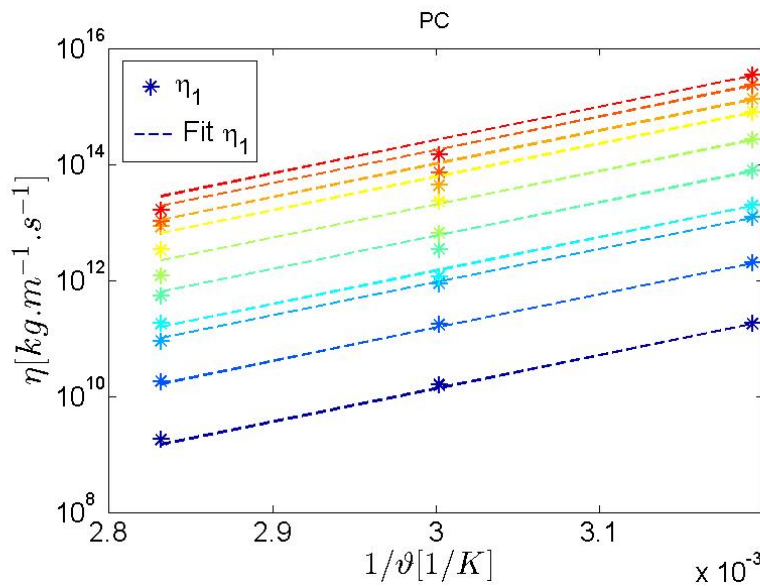


Abbildung 5.6 Temperaturabhängigkeit der Viskositäten  $\eta_{1,\dots,10}(\vartheta)$

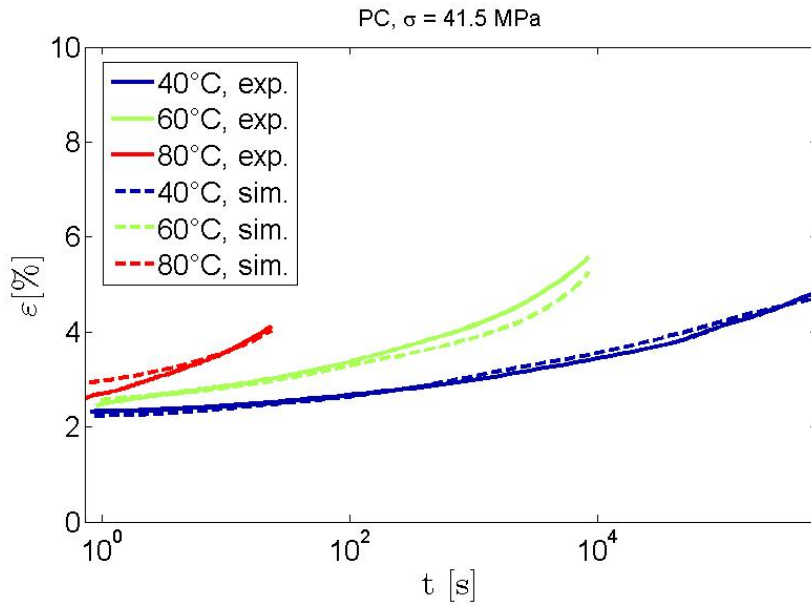
In der halblogarithmischen Darstellung der Viskositäten über der reziproken Temperatur ist erkennbar, dass alle identifizierten Viskositätskoeffizienten die gleiche Steigung aufweisen. Diese Eigenschaft ist anhand der Beziehung (4.83) mit dem einheitlichen Wert der Aktivierungsenergie von  $\Delta H_I = 110$  kJ/mol für alle Kelvin-Dämpfer gegeben. Die vertikale Verschiebung der Viskositäten der einzelnen Kelvin-Elemente aus Abbildung 5.6 wird durch die Vorfaktoren  $\eta_{0_k}$  beschrieben. Da Viskositäten von zehn Kelvin-Dämpfern bei drei unterschiedlichen Temperaturen untersucht wurden, liefert die Anpassung für alle Kelvin-Dämpfer elf Materialparameter. Werden die angepassten gestrichelten Linien mit den entsprechenden

Viskositätspunkten in der Abbildung 5.6 abgeglichen, ist eine gute Übereinstimmung zu sehen, wobei Unterschiede nur im Bereich der hohen Viskositätswerte auftreten. Die komplette Anzahl der Modellparameter, die zur Beschreibung des primären Kriechens notwendig sind, ist in der Tabelle 5.1 dargestellt.

**Tabelle 5.1** Identifizierte Parameter für die temperaturabhängigen Viskositäten der Kelvin-Kette und der Maxwell-Feder.

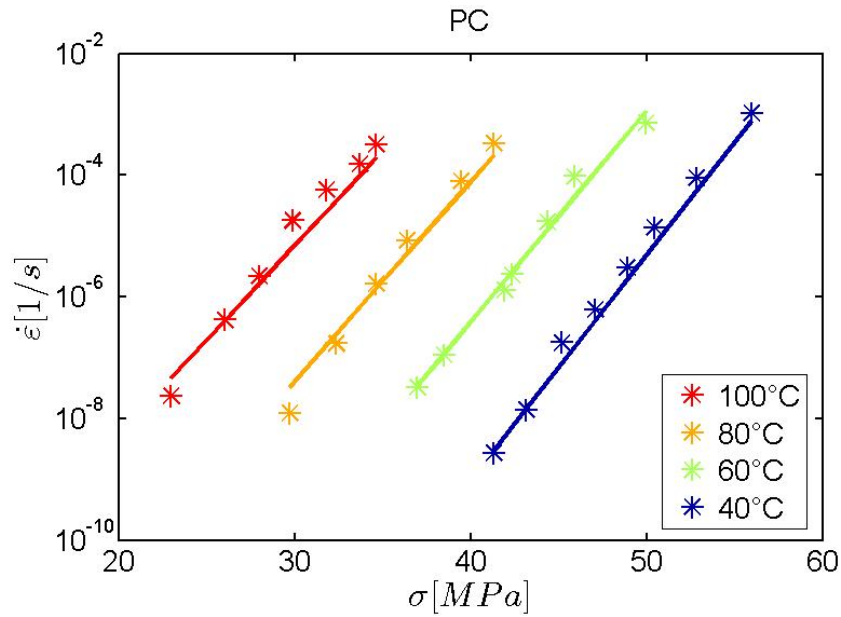
Parameter	Wert	Einheit
$E_M$	$1.75 \cdot 10^9$	[ Pa ]
$E_{1,\dots,10}$	$1.81 \cdot 10^{10}$	[ Pa ]
$\eta_{01}$	$8.063 \cdot 10^{-8}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{02}$	$8.983 \cdot 10^{-7}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{03}$	$5.466 \cdot 10^{-6}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{04}$	$8.662 \cdot 10^{-6}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{05}$	$3.462 \cdot 10^{-5}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{06}$	$1.203 \cdot 10^{-4}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{07}$	$3.577 \cdot 10^{-4}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{08}$	$6.020 \cdot 10^{-4}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{09}$	$1.046 \cdot 10^{-3}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]
$\eta_{010}$	$1.545 \cdot 10^{-3}$	[ kg · m <sup>-1</sup> · s <sup>-1</sup> ]

Werden die Viskositäten  $\eta_{1,\dots,10}(\vartheta)$  in dem eindimensionalen Materialmodell aus (5.1) durch den Zusammenhang (4.83) ausgetauscht, kann das viskoelastische und temperaturabhängige Kriechverhalten numerisch reproduziert werden. Diesbezüglich werden die identifizierten Modellparameter aus der Tabelle 5.1 und  $\Delta H_I$  sowie  $B_0$ ,  $m$ ,  $A$ ,  $V$ ,  $\Delta H_{II}$ ,  $\Delta H_{III}$  aus der folgenden Sektion, wo sekundäres und tertiäres Kriechen beschrieben ist, für die Validierung der Simulationsergebnisse verwendet. Der Vergleich der Simulationen des primären Kriechens mit ausgewählten temperaturabhängigen Kriechkurven ist in Abbildung 5.7 realisiert. Die simulierten Verläufe des primären Kriechens, die mit den gestrichelten Linien dargestellt wurden, beweisen die ausreichende Genauigkeit der identifizierten Parameter. Aufgrund der außergewöhnlichen Übereinstimmung der simulierten und der gemessenen Kurven kann die Eignung des modifizierten Gesetzes vom Arrhenius für die Darstellung des temperaturabhängigen primären Kriechens grundsätzlich bestätigt werden.



**Abbildung 5.7** Validierung des Materialmodells (5.1), kombiniert mit der Beziehung (4.83) in primären Kriechbereich bei 40 °C, 60 °C und 80 °C.

Die allmähliche Abnahme der Kriechgeschwindigkeit erfolgt aufgrund der zeitlichen Verfestigungsprozesse in der Materialstruktur. Diese Prozesse werden gleichzeitig mit der Kettenspaltung, Hohlraumbildung oder Kettenentflechtung begleitet. Mit wachsenden Segmententfernungen steigen die Bewegungsmöglichkeiten der betrachteten Strukturen, was auch mit der Senkung der Bindungskräfte verbunden ist. Alle genannten Phänomene tragen zur wachsenden Materialschwächung des belasteten Materialvolumens bei. Gleicht sich die Materialverfestigung mit der Materialschwächung aus, wird aus den gemessenen Kriechkurven eine stabile Kriechgeschwindigkeit ersichtlich. Diese Materialeigenschaft wird als sekundäres Kriechen bezeichnet. Der sekundäre Kriechbereich repräsentiert dank der sehr hohen Kriechzeiten den dominierenden Verformungsbereich, der häufig aufgrund der einfachen Beschreibungsmöglichkeiten für die Bauteildimensionierung genutzt wird. Da die Kriechgeschwindigkeit des untersuchten, sekundären Kriechbereichs von PC durch die aufgebrachte Last beeinflusst wurde, kann das Materialverhalten als spannungsaktivierter Prozess betrachtet werden. Der Materialfluss wird daher mithilfe der Eyringschen Beziehung (4.92) beschrieben. Um die spannungsabhängige Entwicklung des sekundären Kriechens darstellen zu können, werden die stationären Dehnraten aus der Abbildung 5.2 in der logarithmischen Darstellung über die entsprechenden Spannungen eingetragen. Diese Auswertung wird für alle Kriechkurven durchgeführt und ist in der Abbildung 5.8 zu sehen. Nach Bauwens und Krowet [40] kann diese Auswertung um das Materialfließen aus den dehnungsgesteuerten Zugversuchen erweitert werden. Dieser Gedanke basiert auf den vergleichbaren Verformungsmechanismen des plastischen Fließens, die durch denselben Wert des Aktivierungsvolumens gegeben sind.



**Abbildung 5.8** Auswertung der Spannungsabhängigkeit des sekundären Kriechbereichs von PC bei 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C. Die Linien repräsentieren die Simulationsergebnisse.

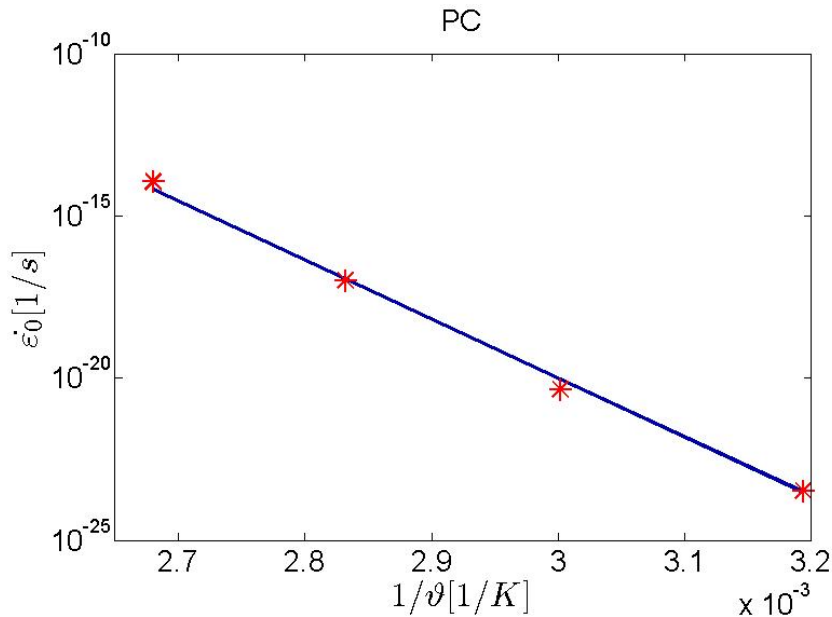
Abbildung 5.8 stellt den Vergleich zwischen den ausgewerteten spannungsabhängigen Dehnraten auf vier unterschiedlichen Temperaturen und den zugehörigen Simulationen nach (4.95) dar. Werden die Ergebnisse der separaten Anpassung aller vier Datensätze nach der Beziehung (4.92) abgeglichen, kann derselbe Wert des Aktivierungsvolumens  $V = 3.681 \text{ nm}^3$  festgestellt werden. Die Materialeigenschaft, dass die aufgebrachte Spannung das selbe Volumen bei jeder Temperatur aktiviert, ist auch aus der nahezu gleichen Neigung der ausgewerteten Dehngeschwindigkeiten  $\dot{\epsilon}$  in Abbildung 5.8 ersichtlich. Die Temperaturabhängigkeit des beschriebenen sekundären Kriechbereichs wird mithilfe des temperaturabhängigen Ratenfaktors  $\dot{\epsilon}_0(\vartheta)$  modelliert. In Bezug auf die untersuchten Punkte aus der Abbildung 5.8 sind die Werte von  $\dot{\epsilon}_0(\vartheta)$  für die Verschiebung der angepassten Linien verantwortlich. Die identifizierten Koeffizienten  $\dot{\epsilon}_0(\vartheta)$  sind in der Tabelle 5.2 angedeutet, wobei die zugehörigen Temperaturen in °C angegeben wurden.

**Tabelle 5.2** Temperaturabhängige Ratenfaktoren  $\dot{\epsilon}_0(\vartheta)$ .

	Temperatur [°C]			
	40	60	80	100
$\dot{\epsilon}_0$ [1/s]	$3.36 \cdot 10^{-24}$	$4.44 \cdot 10^{-21}$	$9.99 \cdot 10^{-18}$	$1.13 \cdot 10^{-14}$

Da das Polymerverhalten unterhalb der Glasübergangstemperatur untersucht wurde, ist für die Beschreibung der Temperaturabhängigkeit das Arrhenius-Gesetz

aus (4.94) geeignet. Der Vergleich des angepassten Modells von Arrhenius mit den Parameterwerten aus der Tabelle 5.2 ist in Abbildung 5.9 dargestellt.



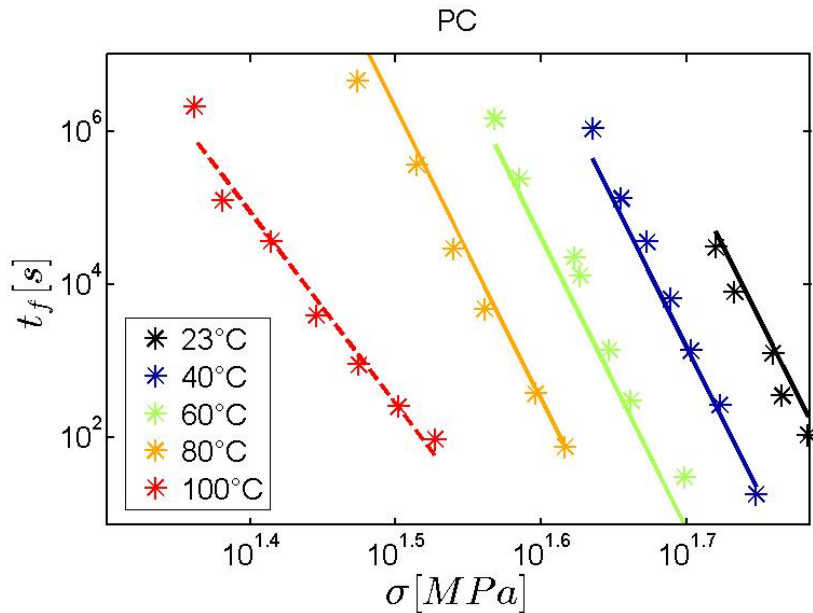
**Abbildung 5.9** Darstellung der Temperaturabhängigkeit des sekundären Kriechbereichs.

Da die Ratenfaktoren in der halblogarithmischen Darstellung eine Linie bilden, konnten sie mit dem Ansatz (4.94) sehr genau angepasst werden. Die Steigung der Geraden entspricht der Aktivierungsenergie mit dem Wert  $\Delta H_{II} = 348.36 \text{ kJ/mol}$ , wobei der Pre-Exponentialfaktor den Wert  $A = 3.936 \cdot 10^{34} \text{ s}^{-1}$  annimmt.

Die im primären und sekundären Kriechprozess akkumulierten Strukturänderungen erhöhen den Einfluss der oben beschriebenen Werkstoffschwächung auf den Kriechwiderstand deutlich. Diesbezüglich führen die im Werkstoff vorherrschenden Schädigungsmechanismen zur Beschleunigung der Kriechgeschwindigkeit. Im Allgemeinen wird dieses Materialverhalten tertiäres Kriechen genannt und endet mit der duktilen Einschnürung. Hierbei ist es notwendig anzumerken, dass die Bildung der Einschnürung die Lebensdauer des Materials bestimmt. In Bezug auf die Dauer des tertiären Kriechbereichs der einzelnen Kriechkurven aus der Abbildung 5.2 ist eine quantitative Untersuchung der Schädigungsakkumulation mit den zugehörigen Schädigungszeiten von wesentlicher Bedeutung. Dabei wird das Konzept der gleichmäßigen Reduktion des belasteten Querschnitts durch die Schädigungsmechanismen auf der mikroskopischen Ebene genutzt. Die Grundgedanken des Schädigungskonzepts sind auf die Materialisotropie bezogen und wurden im Unterkapitel 4.6 vorgestellt. Die Auswertung des tertiären Kriechens erfolgt nach der Abbildung 4.7, wo die Schädigungszeiten  $t_f$  über die Belastungsspannung aufgetragen wurden. Die finale Auswertung in der Abbildung 5.10 beinhaltet fünf Datensätze. Die Schädigungszeiten werden durch unterschiedliche Far-



ben differenziert, die mit den eingestellten Versuchstemperaturen zusammenhängen.



**Abbildung 5.10** Vergleich der Auswertung des tertiären Kriechbereichs von PC bei 23 °C, 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C mit den entsprechenden Simulationskurven.

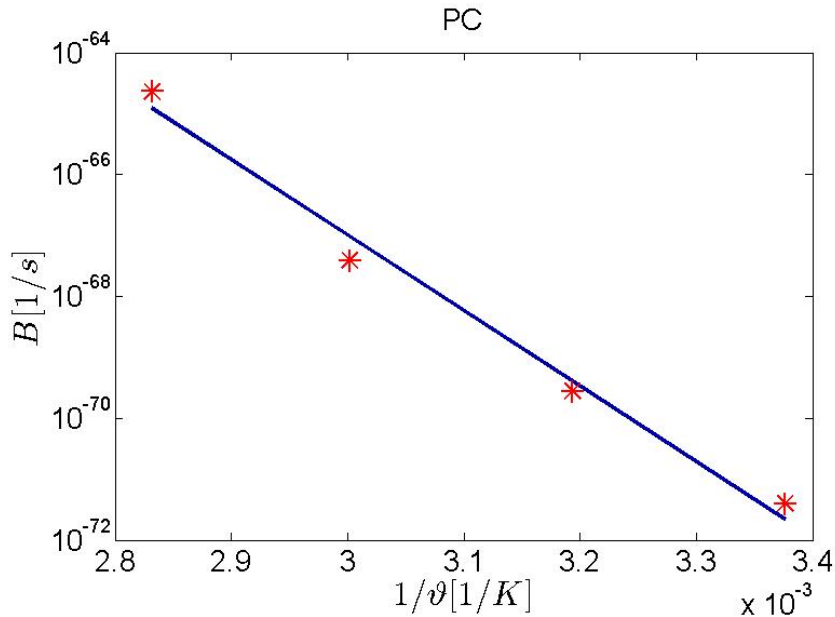
Werden die Parameter der Beziehung (4.103) aus den Daten in Abbildung 5.10 für jede Temperatur getrennt identifiziert, wird eine plötzliche Änderung des Potenzkoeffizienten  $m$  bei der Anpassung der Daten bei 100 °C festgestellt. Für die Daten aus dem Temperaturbereich von 23 °C bis 80 °C wurde aus dem separaten Anpassungsprozess der Wert des Koeffizienten  $m = 38$  identifiziert. Dieser Wert ermöglicht die genaueste Beschreibung des Materialbruchverhaltens in Abhängigkeit der aufgebrachtten Spannung. Die zugehörigen Vorfaktoren  $B(\vartheta)$  werden mit Bezug auf die Versuchstemperaturen in °C in der Tabelle 5.3 präsentiert.

**Tabelle 5.3** Schädigungsvorkoeffizienten für den Temperaturbereich von 23 °C bis 80 °C.

	Temperatur [°C]			
	23	40	60	80
B [1/s]	$3.98 \cdot 10^{-72}$	$2.77 \cdot 10^{-70}$	$3.87 \cdot 10^{-68}$	$2.78 \cdot 10^{-65}$

Da sich die Steigung der Kriechdehnung bei 100 °C deutlich von den anderen Steigungen unterscheidet, ist ein deutlich unterschiedlicher Wert des Potenzkoeffizienten aus der Anpassung zu erwarten. Der neu identifizierte Wert des Koeffizienten  $m$  deutet eine Änderung in den Deformationsmechanismen des tertiären Kriechens

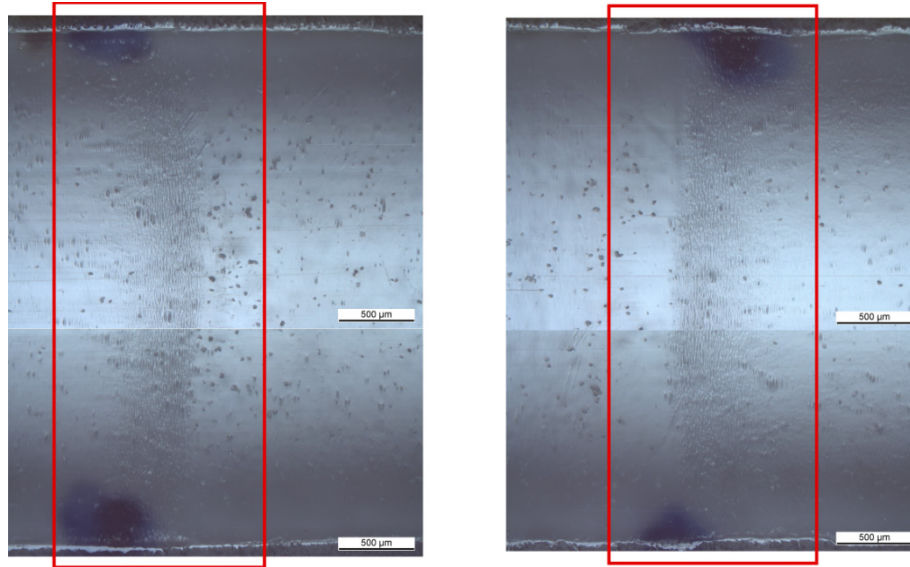
bei 100 °C an und entspricht dem Wert  $m_{100} = 25$ . Wird dieser Wert mit dem zugehörigen Koeffizienten  $B_{100} = 4.423 \cdot 10^{-42} \text{s}^{-1}$  in der Simulation verwendet, wird eine gute Übereinstimmung der Modellkurve mit den Datenpunkten in der Abbildung 5.10 erreicht. Dadurch, dass der Potenzkoeffizient bis 80 °C unabhängig von der Temperatur ist, kann die Temperaturabhängigkeit mithilfe der Entwicklung des Vorfaktors  $B(\vartheta)$  nach der Beziehung (4.100) bestimmt werden. Dies ist in der halblogarithmischen Abbildung 5.11 mithilfe der blauen Modellkurve dargestellt.



**Abbildung 5.11** Darstellung der Temperaturabhängigkeit des tertiären Kriechbereichs.

Die Steigung der Modellkurve aus der Abbildung 5.11 wird durch die Aktivierungsenergie  $\Delta H_{III} = 273.08 \text{ kJ/mol}$  charakterisiert. Der zugehörige Pre-Exponentialfaktor entspricht dem Wert  $B_0 = 1.482 \cdot 10^{-30} \text{s}^{-1}$ . Bei der Betrachtung eines stufenförmigen Belastungsprozesses im linear-viskoelastischen Verformungsbereich erfolgt nach der Entlastung des verformten Probenkörpers eine Kontraktion auf den ursprünglichen Zustand. Dieser Prozess kann durch Erhitzen des Probenkörpers über die Glasübergangstemperatur beschleunigt werden. Wird dieser Vorgang um die Probenkörper, die durch die Bildung einer stabilen Einschnürung im Kriechexperiment gekennzeichnet sind, erweitert, ist dieser Rückkriechprozess auch vorhanden. Die erhöhte Temperatur sorgt aufgrund der Werkstoffverweichung für die Auflösung der akkumulierten Energie in dem stark verformten Einschnürungsgebiet. Diesbezüglich ermöglicht die temperaturbedingte Molekülmobilität das Zusammenziehen des sichtbaren Einschnürungsgebiets, wobei die Materialeigenschaften des erhitzten und anschließend abgekühlten Probenkörpers nicht mehr dem ursprünglichen jungfräulichen Probenkörper entsprechen. Die hohe Temperatur ermöglicht zwar das Zusammenziehen der hochorientierten Makromoleküle,

kann aber nicht die geschädigten Materialstrukturen, z. B. die gespaltenen Kettmoleküle, in den ursprünglichen Zustand zurückversetzen. Diese Annahme wird durch die verbleibenden Schädigungsspuren wie in Abbildung 5.12 unterstützt.



**Abbildung 5.12** Untersuchung des linken und rechten Einschnürungsbereiches des Probenkörpers bei Raumtemperatur.

In dem rotmarkierten Gebiet in Abbildung 5.12 sind die Schädigungsspuren aus dem linken und dem rechten Anfangsbereich der stabilen Einschnürung ersichtlich. Beide Bilder wurden auf einem abgekühlten Probenkörper bei Raumtemperatur aufgenommen. Die ursprüngliche Einschnürung der Polymerprobe wurde durch den dreistündigen Temperierprozess auf 10 °C oberhalb der Glasübergangstemperatur eliminiert. In der oben abgebildeten 50-fachen Vergrößerung des linken und rechten Einschnürungsbereiches sind die verbleibenden Oberflächenrisse deutlich sichtbar. Wird die Probe den ganzen Tag bei 160 °C gehalten, wird kein markanter Unterschied in der beobachteten Rissdichte erkennbar. Die Anwesenheit der vielen Risse nach dem Temperierprozess in dem Einschnürungsgebiet des Probenmaterials bestätigt die Auswahl des Schädigungskonzepts aus dem Unterkapitel 4.6 für die Modellierung des tertiären Kriechens. Diesbezüglich stellt die große Rissmenge den indirekten Beweis für die Akkumulation der Materialschwachstellen während des Kriechexperiments dar, die mit überlastetem Probenmaterial umgeben sind. Hierbei spielt der Polymerfluss aufgrund der Senkung der schwachen Bindungskräfte, zusammen mit den Kettenspaltungen eine wesentliche Rolle. Anschließend bildet im entscheidenden Moment das Material des effektiven Restquerschnitts dank der großen Verformbarkeit die duktile Einschnürung, deren Ausbreitung eine weitere Orientierung und Entwirrung der Makromoleküle aus den betrachteten Volumensegmenten vorstellt. Dieses Verformungsmechanismus führt nach der anschließenden Temperaturprozedur zur obigen Visualisierung der Schädigungsspuren.

## 6 Numerische Umsetzung des Modells in FEM-Software

Um die praktische Anwendbarkeit des vorgeschlagenen Materialmodells zu bewerten und darstellen zu können, wurden die dreidimensionalen Materialgleichungen aus Kapitel 4.7 für Simulationszwecke in die kommerzielle FEM-Software COMSOL Multiphysics<sup>®</sup> implementiert. In diesem Zusammenhang sind die Durchführung von Validierungssimulationen sowie die Simulation des Langzeitkriechverhaltens einer Polycarbonatprobe mit einer komplexen Probengeometrie auf Basis der zuvor identifizierten Materialparameter geplant. Hierbei hängt das Ziel der Simulation mit der qualitativen und quantitativen Reproduktion der Kriechphänomene zusammen. Die Simulation des Langzeitkriechverhaltens über alle drei Kriechbereiche ist mit erhöhten Rechenzeiten verbunden. Diese Problematik wurde in dem Parameteridentifikationsprozess aufgrund der signifikanten Reduktion der Modellparameter gelöst. Die meisten Modellparameter weisen einen physikalischen Hintergrund auf. Die Implementierung der Differentialgleichungen erfolgt in COMSOL Multiphysics<sup>®</sup> über die schwache, globale Form, wobei für die Eingabe der Materialmodelle keine Erstellung von UserMat-Subroutinen erforderlich ist. Im Allgemeinen wird die Formulierung der Materialgesetze in der globalen Form als Fundament der Finite-Elemente-Methode bezeichnet. In den folgenden Abschnitten wird dazu die Theorie der Finite-Elemente-Methode vorgestellt, die den Grundlagenteil dieses Kapitels ausmacht. Die Grundprinzipien dieser Methode gehören nicht zum aktuellen Forschungsgebiet, sind aber mit dem notwendigen Ingenieurwissen verbunden. Für weiterführende Einsichten in die Thematik werden an dieser Stelle die Werke von P. Wriggers [82], B. Klein [101], M. A. Crisfield [102] oder O. C. Zienkiewicz und R. L. Taylor [103] empfohlen. In diesem Zusammenhang sind auch die Publikationen [104–112] zu nennen, in denen praxisnahe Problemstellungen behandelt werden. Im Rahmen dieser Arbeit werden die numerischen Lösungen des Langzeitkriechprozesses vorgestellt. Hierbei besteht der erste Schritt im Vergleich der Simulationen auf dem homogenen Zugstreifen mit den experimentellen Ergebnissen. Im Weiteren wird das Kriechverhalten eines Zugstreifens mit einem komplexen Spannungszustand dargestellt.

### 6.1 Einführung in die Finite-Elemente-Methode (FEM)

Die Finite-Elemente-Methode ist ein mathematisches Verfahren, das zur numerischen Lösung von Randwertproblemen in der Physik dient. Grundsätzlich

wird das Verhalten der untersuchten Gesamtstrukturen durch partielle Differentialgleichungen beschrieben. Diese deuten die Abhängigkeit der Feldgleichungen von mehreren Prozessvariablen an. Hierbei ist anzumerken, dass analytische Lösungen nur sehr selten vorliegen. Die notwendige Voraussetzung für die numerische Näherungslösung der Problemstellung ist die Reduktion der zu berechnenden Körperfreiheitsgrade auf eine endliche Zahl. Diese Zerlegung wird als Diskretisierung bezeichnet. Dazu wird das betrachtete nachgiebige Kontinuum auf eine endliche Anzahl von Elementen aufgeteilt, wobei zusätzliche Eigenschaften wie Ansatzfunktionen, Wandstärke oder Formkriterien berücksichtigt werden müssen. Wird auf jedes Element die Impulsbilanz appliziert, können die interagierenden Elemente als reale Materialstruktur gesehen werden. Handelt es sich um die Lösung von statischen Feldproblemen, wird in jedem Element des untersuchten Körpers durch Anwendung des Variationsprinzips ein Spannungsgleichgewichtszustand gesucht. Den Variationsverfahren liegen die Arbeits- und Energieprinzipien zugrunde, die in diesem Abschnitt kurz beschrieben werden. Den Ausgangspunkt für die Herleitung des Gleichungssystems stellt im Allgemeinen die lokale Impulsbilanz vor:

$$\rho \dot{\mathbf{v}} = \rho \mathbf{b} + \operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}). \quad (6.1)$$

Wird die Impulsbilanz aus (6.1) mit der Testfunktion  $\delta \mathbf{u}$  multipliziert und anschließend über das Volumen  $\Omega$  integriert, kann (6.1) in die schwache, globale Form

$$\int_{\Omega} \rho \dot{\mathbf{v}} \cdot \delta \mathbf{u} \, dV = \int_{\Omega} \rho \mathbf{b} \cdot \delta \mathbf{u} \, dV + \int_{\Omega} \operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}) \cdot \delta \mathbf{u} \, dV \quad (6.2)$$

überführt werden. Unter Berücksichtigung des Gaußschen Integralsatzes

$$\int_{\Omega} \operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma}) \cdot \delta \mathbf{u} \, dV = \int_{\Omega} \operatorname{div}(\boldsymbol{\sigma} \cdot \delta \mathbf{u}) \, dV - \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \operatorname{grad}(\delta \mathbf{u}) \, dV \quad (6.3)$$

und des Satzes von Cauchy ( $\boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{n} = \mathbf{t}$ ), ergibt sich die folgende schwache Form:

$$\int_{\Omega} \rho \dot{\mathbf{v}} \cdot \delta \mathbf{u} \, dV = \int_{\Omega} \rho \mathbf{b} \cdot \delta \mathbf{u} \, dV + \int_{\partial \Omega} \mathbf{t} \cdot \delta \mathbf{u} \, dA - \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \operatorname{grad}(\delta \mathbf{u}) \, dV. \quad (6.4)$$

Wird der Trägheitsterm der linken Seite vernachlässigt, wird die Beziehung (6.4) für die Lösung des Systems im stationären Gleichgewicht verwendet. Da die Testfunktion die virtuellen Verschiebungen vorstellt, wird die Beziehung:

$$\int_{\Omega} \rho \mathbf{b} \cdot \delta \mathbf{u} \, dV + \int_{\partial \Omega} \mathbf{t} \cdot \delta \mathbf{u} \, dA - \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \operatorname{grad}(\delta \mathbf{u}) \, dV = 0 \quad (6.5)$$

auch Prinzip der virtuellen Arbeit genannt [82,113,114]. Durch das Ersetzen des Gradienten der virtuellen Verschiebungen  $\operatorname{grad}(\delta \mathbf{u})$  durch den symmetrischen Anteil, lässt sich das Prinzip der virtuellen Arbeit in der geometrisch linearen Form:

$$\int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \delta \boldsymbol{\varepsilon} \, dV = \int_{\partial\Omega} \mathbf{t} \cdot \delta \mathbf{u} \, dA + \int_{\Omega} \rho \mathbf{b} \cdot \delta \mathbf{u} \, dV \quad (6.6)$$

zusammenfassen. Die linke Seite der Gleichung (6.6) entspricht der virtuellen inneren Arbeit des Systems, wobei die rechte Seite die Arbeit der externen Belastungen ausdrückt. Die innere Arbeit des Systems wird häufig virtuelle Formänderungsarbeit genannt und stellt ein Produkt aus virtuellen Dehnungen und realen Spannungen dar. Die obige Gleichung besagt, dass sich der Körper im Gleichgewicht befindet, wenn die Arbeit der äußeren Belastungen gleich der inneren Formänderungsarbeit ist. Im folgenden Abschnitt wird aufgrund der Symmetrie der Tensor der virtuellen Dehnungen in der Voigt-Notation als  $\delta \boldsymbol{\varepsilon}^v$  betrachtet. Wird die Gleichung (6.6) auf den diskretisierten Modellkörper bezogen, sind die folgenden Nebenbedingungen

$$\delta \mathbf{u} \big|_{\partial\Omega} = 0 \quad \text{und} \quad \delta \boldsymbol{\varepsilon}^v \big|_{\Omega} = \mathbf{D} \cdot \delta \mathbf{u} \quad (6.7)$$

auf dem Rand  $\partial\Omega$  und im Volumen  $\Omega$  einzuhalten. Hierbei sind die partiellen Ableitungen nach den globalen Koordinaten in der Differentiationsmatrix  $\mathbf{D}$  enthalten. Grundsätzlich stellt die schwache Form aus (6.6) einen allgemeinen Ausgangspunkt für das Näherungsverfahren mittels der Finite-Element-Methode dar [115]. Die numerische Lösung des Gleichungssystems wird durch die Minimierung des Residuums der schwachen Form aus (6.6) unter Berücksichtigung der Randbedingungen erzielt. Hierbei wird für die Approximation der Verschiebungen in den Elementen eine Ansatzdefinition benötigt. Somit gilt für die Approximation in Matrixnotation die Beziehung:

$$\mathbf{u} \approx \mathbf{N} \cdot \bar{\mathbf{u}} \quad \text{mit} \quad \delta \mathbf{u}^T \approx \delta \bar{\mathbf{u}}^T \cdot \mathbf{N}^T, \quad (6.8)$$

wobei die Matrix  $\mathbf{N}$  auch als die Matrix der Formfunktionen bezeichnet wird. Mithilfe dieser Beziehung wird die Verbindung zwischen beliebigen Verschiebungen  $\mathbf{u}$  im Kontinuum über die Stützstellen, also Knoten mit Knotenverschiebungen  $\bar{\mathbf{u}}$  gebildet. Bei der Wahl der Formfunktionen muss Rücksicht auf die Stetigkeit und Differenzierbarkeit der Funktion genommen werden. Im vorliegenden Fall werden für die Approximation der Verschiebungen im dreidimensionalen Raum lineare Formfunktionen gewählt. Weiterhin wurden bei der Approximation des Spannungsfeldes quadratische Formfunktionen benutzt. Wird in die schwache Form aus (6.6) das Konstitutivgesetz:

$$\boldsymbol{\sigma}^v = \mathbb{C}^v \cdot \boldsymbol{\varepsilon}^v \quad (6.9)$$

in der Voigt-Notation mit der Materialmatrix  $\mathbb{C}^v(6 \times 6)$  eingesetzt und die virtuelle innere Arbeit in die Matrixnotation umformuliert, kann die Integralgleichung unter Verwendung der Zerlegung des virtuellen Dehnungstensors aus (6.7) mit (6.8) in

$$\int_{\Omega} \delta \bar{\mathbf{u}}^T \cdot (\mathbf{N}^T \cdot \mathbf{D}^T) \cdot \mathbb{C}^v \cdot (\mathbf{D} \cdot \mathbf{N}) \cdot \bar{\mathbf{u}} \, dV = \int_{\partial\Omega} \delta \bar{\mathbf{u}}^T \cdot \mathbf{N}^T \cdot \mathbf{t} \, dA \quad (6.10)$$

$$+ \int_{\Omega} \rho \, \delta \bar{\mathbf{u}}^T \cdot \mathbf{N}^T \cdot \mathbf{b} \, dV$$

überführt werden. Da die Gleichung (6.10) für beliebige virtuelle Knotenverschiebungen  $\delta \bar{\mathbf{u}}$  erfüllt sein muss, kann diese Beziehung in:

$$\int_{\Omega} \mathbf{B}^T \cdot \mathbb{C}^v \cdot \mathbf{B} \cdot \bar{\mathbf{u}} \, dV = \int_{\partial\Omega} \mathbf{N}^T \cdot \mathbf{t} \, dA + \int_{\Omega} \rho \, \mathbf{N}^T \cdot \mathbf{b} \, dV \quad (6.11)$$

umgeformt werden. Aus der Analyse der obigen schwachen Form lässt sich ein lineares Gleichungssystem

$$\mathbf{K} \cdot \bar{\mathbf{u}} = \mathbf{f} \quad (6.12)$$

herleiten [101]. Abhängig von der Wahl der Formfunktion wird die Lösungsgenauigkeit der starken Form der Impulsbilanz im Knoten erfüllt. Die linke Seite der Beziehung (6.12) stellt das Produkt der Steifigkeitsmatrix

$$\mathbf{K} = \int_{\Omega} \mathbf{B}^T \cdot \mathbb{C}^v \cdot \mathbf{B} \, dV \quad (6.13)$$

für das finite Element mit dem entsprechenden Knotenverschiebungsvektor  $\bar{\mathbf{u}}$  dar, das dem Vektor der äußeren Kräfte  $\mathbf{f}$  entspricht. Außer der vereinfachten, symmetrischen Materialmatrix  $\mathbb{C}^v$  besteht die Steifigkeitsmatrix aus der Matrix  $\mathbf{B}$ , die die Ableitungen der Formfunktionen nach den Koordinaten enthält. Das lineare, statische Problem, charakterisiert durch das Gleichungssystem (6.12), ist unter Berücksichtigung der Dirichlet-Randbedingungen invertierbar und kann z. B. mit der direkten Gaußschen Eliminationsmethode gelöst werden. Für die Lösung der nichtlinearen Konstitutivgleichungen, wo die Steifigkeitsmatrix  $\mathbf{K}(\bar{\mathbf{u}})$  eine Funktion von primären Variablen ist, hat sich im Rahmen der FEM das iterative Newton-Raphson-Lösungsverfahren etabliert. Die Schätzung von  $\bar{\mathbf{u}}^{i+1} = \bar{\mathbf{u}}^i + \Delta \bar{\mathbf{u}}^{i+1}$  wird durch die Lösung des linearen Gleichungssystems gesucht und basiert auf den vorher geschätztem Vektor  $\bar{\mathbf{u}}^i$ . Die hierzu notwendige Linearisierung der Gleichung

$$\mathbf{K}(\bar{\mathbf{u}}) \cdot \bar{\mathbf{u}} - \mathbf{f} = \mathbf{0} \quad (6.14)$$

für die Freiheitsgrade kann beispielweise durch eine Taylor-Entwicklung mit dem Abbruch nach dem linearen Glied erfolgen [81,107]. Für den genäherten Lösungsvektor  $\bar{\mathbf{u}}^{i+1}$  besteht aus dem linearisierten Gleichungssystem ein Residuum, das sich bei Konvergenz dem Nullvektor nähert. Zur Berücksichtigung zeitabhängiger Prozesse ist eine entsprechende zeitliche Diskretisierung erforderlich. Die zeitabhängigen Prozesse werden in eine endliche Anzahl von Schritten  $\Delta t = t_{n+1} - t_n$  aufgeteilt. Im Allgemeinen wird bei der Berechnung der zeitabhängigen, viskoelastischen Prozesse die Näherungslösung  $\bar{\mathbf{u}}^{i+1}$  für den aktuellen Zeitpunkt  $t_{n+1}$  ge-

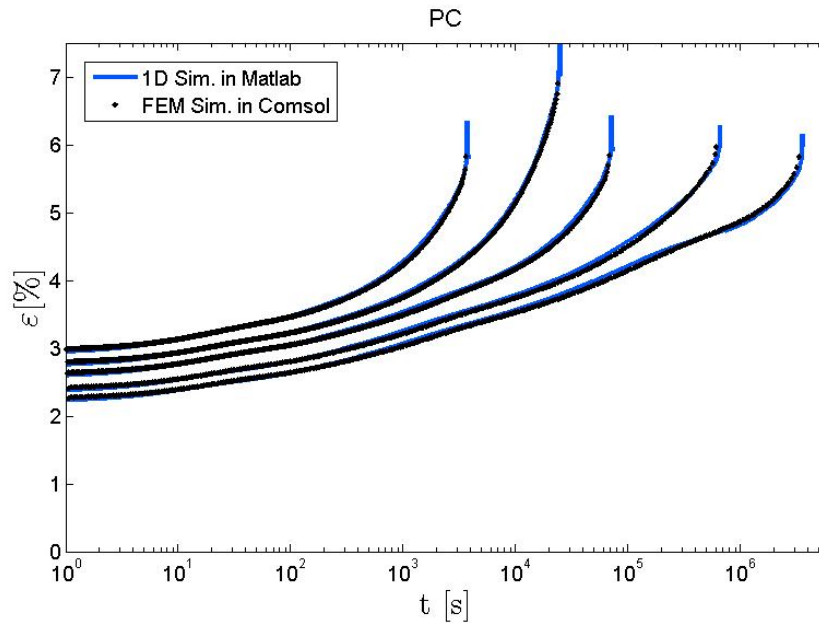
sucht. Dadurch kann zu jedem Zeitpunkt unter Berücksichtigung der Konvergenztoleranzen die Erfüllung des linearisierten Gleichungssystems aus (6.14) beurteilt werden.

## 6.2 Validierung des implementierten Materialmodells

Die Gültigkeit der vorgeschlagenen Modelle für die Darstellung einzelner Kriechbereiche wurde im zugehörigen Kapitel durch die entsprechenden 1-D Simulationsergebnisse überprüft. Dadurch, dass das gesamte Materialmodell im Endeffekt aus einem additiven Dehnungssplit besteht und das Materialverhalten eine sehr hohe Spannungs- und Temperatursensitivität aufweist, ist ein Abgleich der Simulation des Langzeitverhaltens mit den experimentellen Ergebnissen erforderlich. So kann der Entwurf des gesamten Materialmodells beurteilt werden. Werden die vorgeschlagenen Evolutionsgleichungen und Konstitutivgesetze in die kommerzielle FEM-Software implementiert, muss unter Berücksichtigung der vorgeschlagenen Materialisotropie eine Übereinstimmung der FEM-Simulationen in der Längsrichtung mit den eindimensionalen Simulationen in Matlab<sup>®</sup> vorliegen. Hierbei kann auf eine korrekte Implementierung des Materialmodells geschlossen werden. Üblicherweise gehört zu der Validierungsprozedur ein Abgleich der Simulationsergebnisse mit experimentellen Kriechkurven, die bei unterschiedlichen Deformationszuständen gemessen wurden. Eine Validierung anhand der Scher- und Druckversuche wäre empfehlenswert, wurde aber aus Zeitgründen in Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt. Eine weitere experimentelle Untersuchung des Kriechverhaltens unter Druck- und Scherbelastung erfordert eine Modifikation der maschinellen Ausrüstung und ist mit zusätzlichen Messzeiten verbunden.

Die Überprüfung der Implementierung des Materialmodells in die FEM-Software ist in der Abbildung 6.1 dargestellt. Die dreidimensionalen Simulationen wurden an einem einfachen Streifen mit der homogenen Geometrie realisiert. Unter Berücksichtigung des homogenen Spannungszustands wurden die resultierenden Ingenieurdehnungen an einem beliebigen Knoten in der Probenmitte ausgewertet. Aufgrund der Symmetrie in der Breitenrichtung wurde nur eine Hälfte des Streifens mit den Parametern (60 mm x 3 mm x 0.77 mm) modelliert. Im Weiteren wurde für die Fläche (60 mm x 0.77 mm) in Längsrichtung die Symmetriestandbedingung ( $u_y = 0$ ) verwendet. Die Knoten der linken Stirnfläche des Streifens wurden in den verbleibenden zwei Verschiebungsrichtungen starr befestigt ( $u_x, u_z = 0$ ). Auf die Knoten der entgegengesetzten Stirnfläche wurde die entsprechende Spannungslast eingetragen.





**Abbildung 6.1** Validierung der FEM-Implementierung in Software COMSOL Multiphysics®.

Die obige Abbildung beinhaltet den Vergleich der FEM-Kriechsimulationen mit den eindimensionalen Simulationen. Die verglichenen Simulationen wurden bei einer Temperatur von 40 °C und für fünf unterschiedliche Spannungsniveaus realisiert. Die Überlappung der ausgewerteten Simulationskurven deutet eine korrekte Implementierung des Materialmodells an. Werden die Simulationskurven mit den Messungen verglichen, können die Genauigkeit der Parameteridentifikation und die Eignung des vorgeschlagenen Materialmodells überprüft werden. Zu diesen Zwecken dient die Abbildung 6.2. Die gestrichelten Linien aus dem Vergleich stellen die Simulationen dar. Die Krümmung jeder Simulationskurve deutet an, dass das vorgeschlagene Materialmodell in der Lage ist, das nichtlineare Kriechverhalten in allen drei Kriechbereichen darzustellen. Gleichzeitig ist ersichtlich, dass das bei niedrigeren Belastungsniveaus simulierte Kriechverhalten zuverlässig das reale Materialverhalten repräsentiert. Werden die simulierten Kurven bei erhöhten Spannungsniveaus mit den Experimenten abgeglichen, wird eine erhöhte Diskrepanz erkennbar. Diese Abweichung ist durch die ungenügende Spannungsabhängigkeit des Materialmodells zu erklären. Das Materialverhalten im nichtlinearen Deformationsbereich ist durch eine deutliche Spannungsabhängigkeit gekennzeichnet, wie in der folgenden Abbildung zu sehen ist. Die Spannung im Material beeinflusst die Kriechgeschwindigkeit allen drei Kriechbereichen. Diese Eigenschaft ist in dem entwickelten Materialmodell durch die spannungsabhängigen Elemente des Maxwell-Modells repräsentiert, aber in der Kelvin-Kette nicht explizit enthalten.

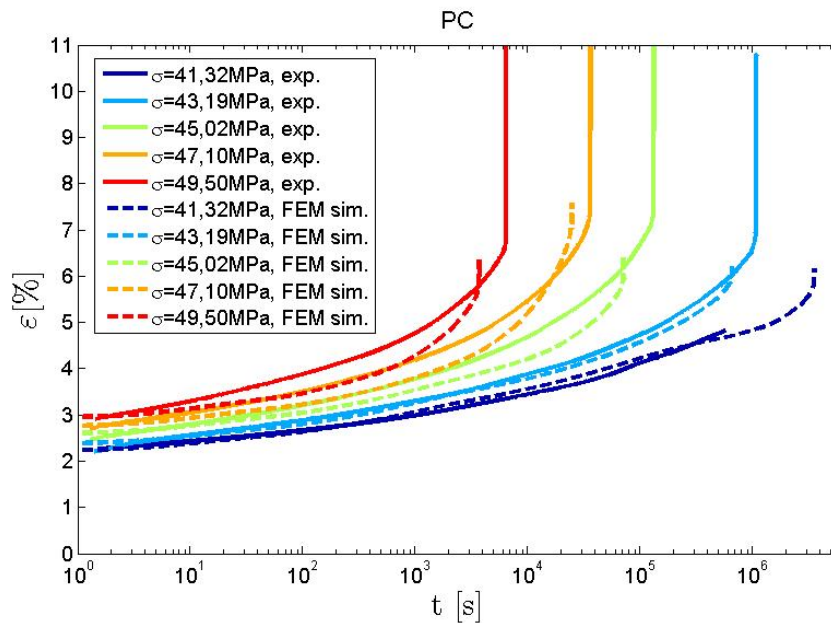


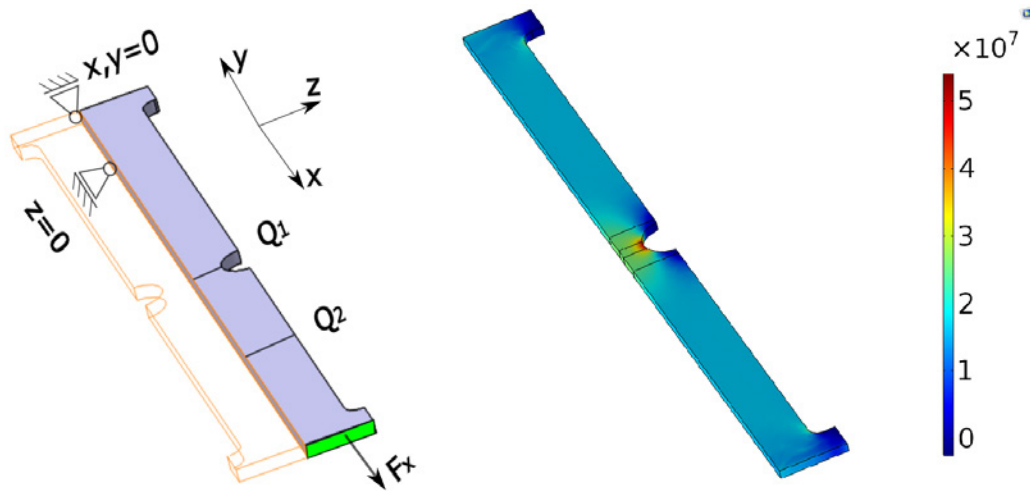
Abbildung 6.2 Validierung des implementierten Materialmodells.

Dadurch, dass die Kelvin-Kette den größten Dehnungsbeitrag im primären Kriechen leistet, hat die spannungsabhängige Dehnung des Maxwell-Modells eine untergeordnete Bedeutung. Zusätzlich trägt zur entstandenen Abweichung des primären Kriechens die ausgewählte Anpassungsstrategie bei, die im vorherigen Kapitel definiert wurde und keinen Spannungseinfluss beinhaltet. Dementsprechend wird an dieser Stelle aufgrund der experimentell beobachteten, lastabhängigen Kriechgeschwindigkeit hauptsächlich die fehlende Spannungsabhängigkeit des Kelvin-Modells betont.

### 6.3 Simulationsbeispiel

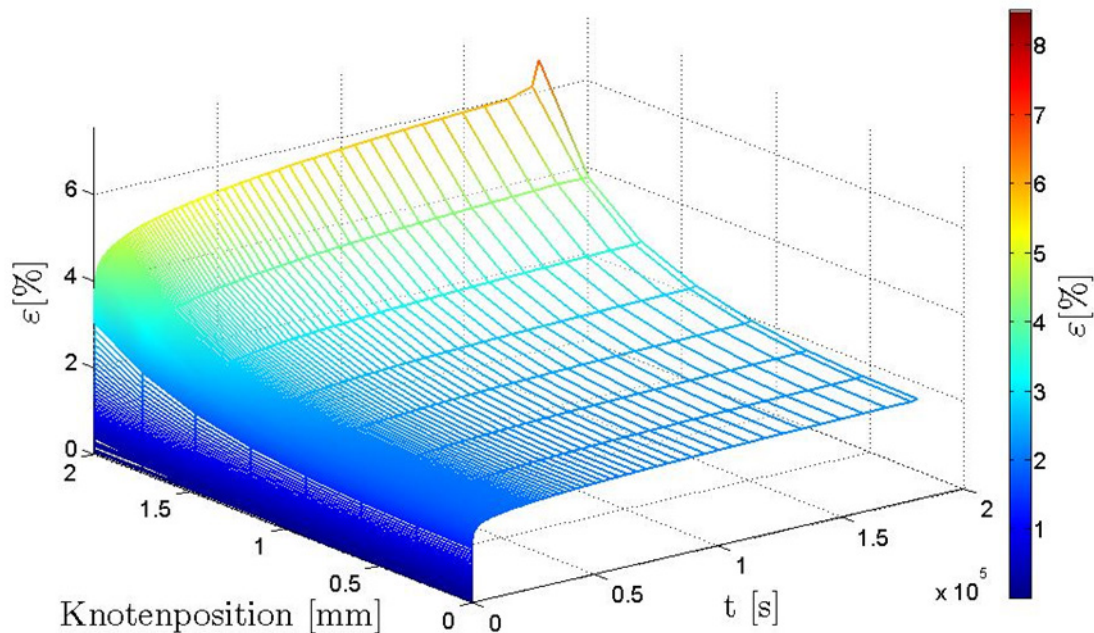
Um das Verhalten des angepassten Materialmodells für eine inhomogene Geometrie darstellen zu können, wurde eine Benchmarksimulation einer Probe mit beidseitig ausgeschnittener Kerbe durchgeführt. In Bezug auf die symmetrische Geometriehomogenität kann eine detaillierte Untersuchung des Kriechverhaltens entlang des kritischen Querschnittes erfolgen und veranschaulicht werden. Dieser Querschnitt ist in der Abbildung 6.3 mit der Bezeichnung Q1 ausgewiesen. Um das Kriechverhalten im Querschnitt in einem homogenen Spannungszustand auszuwerten, wurde der zweite Probenquerschnitt Q2 definiert. Außer der angedeuteten Probengeometrie enthält die linke Seite der Abbildung 6.3 auch die in der FEM-Simulation verwendeten Randbedingungen. Ähnlich wie im vorherigen Fall wurde aufgrund der Symmetrie in Z-Richtung nur die Hälfte des Probenkörpers modelliert. Anschließend wurden homogene Randbedingungen durch feste Ein-

spannung in X- und Y-Richtung auf die obere Stirnfläche aufgebracht. Die gemeinsame Bewegung aller Knoten der unteren Stirnfläche wurde durch die Koppelung aller Flächenknoten gewährleistet. Diesbezüglich konnte auf den Mittelknoten die Belastungskraft  $F_x = 50 \text{ N}$  aufgebracht werden, wobei die Simulation für die eingestellte Umgebungstemperatur von  $40 \text{ °C}$  durchgeführt wurde.



**Abbildung 6.3** Darstellung des CAD-Modells mit den applizierten Randbedingungen (links) zusammen mit dem ausgewerteten Spannungsfeld nach Von Mises des FE-Modells im COMSOL Multiphysics (rechts).

Die rechte Seite der obigen Abbildung enthält das FE-Modell mit ausgewertetem Spannungsfeld direkt nach Aufbringen der Last. Wie erwartet, verursacht die Kerbe in dem kritischen Querschnitt eine inhomogene Spannungsverteilung mit dem höchsten Spannungspik an der Kerbengrund. Um die eventuelle Abhängigkeit der Spannungsverteilung von der FE-Vernetzung zu untersuchen, wurde eine Vernetzungsstudie durchgeführt. Die verlangte Unabhängigkeit der Spannungsverteilung von der Vernetzung konnte in der Symmetrieebene in Probenmitte festgestellt werden. Werden die Randelemente im Kerbenbereich betrachtet, ist ein Randeffect zu berücksichtigen. Hierbei hängt die Höhe und Variabilität der Spannungen mit der idealisierten Kanten geometrie zusammen. Da reale Bauteile oft keine ideal scharfen Kanten aufweisen, wird dieser Randeffect in der Praxis häufig vernachlässigt. Die erhöhten Eckspannungen verursachen im Endeffekt eine leichte Überschätzung des Bauteilverhaltens, die von schnellerem Materialversagen begleitet ist. Die graphische Auswertung dieser Simulation besteht aus dem Vergleich der zeitabhängigen Dehnungsfelder entlang der Oberflächenlinien in den ausgewählten Querschnitten  $Q_1$  und  $Q_2$ . Der erste Verlauf der Ingenieurdehnungen entlang des kritischen Querschnitts  $Q_1$  ist in der Abbildung 6.4 zu sehen.



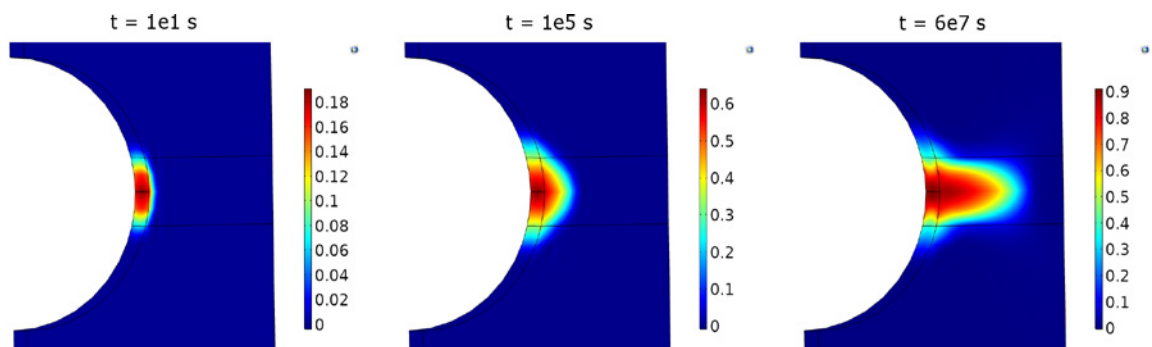
**Abbildung 6.4** Auswertung der Ingenieurdehnungen  $\varepsilon$  auf der Probenoberfläche entlang des Querschnittes Q1.

Die Verteilung der Ingenieurdehnungen  $\varepsilon$  entlang der Oberflächenlinie im kritischen Querschnitt Q1 in Abbildung 6.4 entspricht dem inhomogenen Spannungsfeld aus Abbildung 6.3. Aus der zeitlichen Dehnungsentwicklung zwischen der Kerbmitte (Knotenposition 0 mm) und dem Kerbgrund (Knotenposition 2 mm) ist ein signifikanter Unterschied in der Dehnratesichtbar. Aufgrund der deutlichen Spannungserhöhung kriechen die Kerbgrund-Knotenpunkte deutlich schneller, wobei das Randelement durch die fortgeschrittene Materialschädigung betroffen ist. Da der Randknoten dieses Elements den tertiären Kriechbereich erreicht hat, wird diese Situation als Initialisierung für die Querschnitteinschnürung angenommen. Um den Einschnürungsvorgang genauer beschreiben zu können, ist eine Erweiterung des verwendeten Materialmodells notwendig. Realisiert man aber, dass die Einschnürung mit der Versagensdauer verbunden ist, wurde im Rahmen dieser Arbeit auf die Erweiterung verzichtet. Die Potenzkoeffizienten  $m$ ,  $n$  des ursprünglichen Schädigungsgesetzes nach Rabotnov [89,92] wurden im vorherigen Kapitel unter einen gemeinsamen Koeffizienten  $m = n = 38$  vereinheitlicht. Das vereinfachte Gesetz aus (4.121) ermöglicht dadurch eine glaubwürdige Darstellung des tertiären Kriechens von Polycarbonat, ist aber im fortgeschrittenen Entwicklungsstadium für Konvergenzprobleme verantwortlich. Dadurch, dass der sehr hohe Potenzkoeffizient auch für den Nenner der Evolutionsgleichung (4.121) gilt, reagiert das kritisch geschädigte Material mit einem sehr schnellen Anstieg des Schädigungswertes  $D$ . Hierbei muss der FE-Solver den Berechnungszeitschritt stark

verringern, was zu einem instabilen Verhalten führt. Befindet sich anschließend die Schädigung des ersten Integrationspunktes im vollkommen geschädigten Zustand, ist die Evolution der Schädigung entlang des kritischen Querschnitts Q1 aufgrund der erreichten Singularitäten nicht weiter realisierbar. Um die Schädigungsentwicklung über den ganzen kritischen Querschnitt simulieren zu können, müssen die Daten aus Abbildung 5.10 mit einer mit zwei Potenzkoeffizienten versehenen Evolutionsgleichung modelliert werden. Die finale Form der geänderten Evolutionsgleichung ist in der folgenden Beziehung gegeben:

$$\dot{D}(t) = B \frac{\sigma_{VM}^m}{(\sigma_0 (1 - D))^n}. \quad (6.15)$$

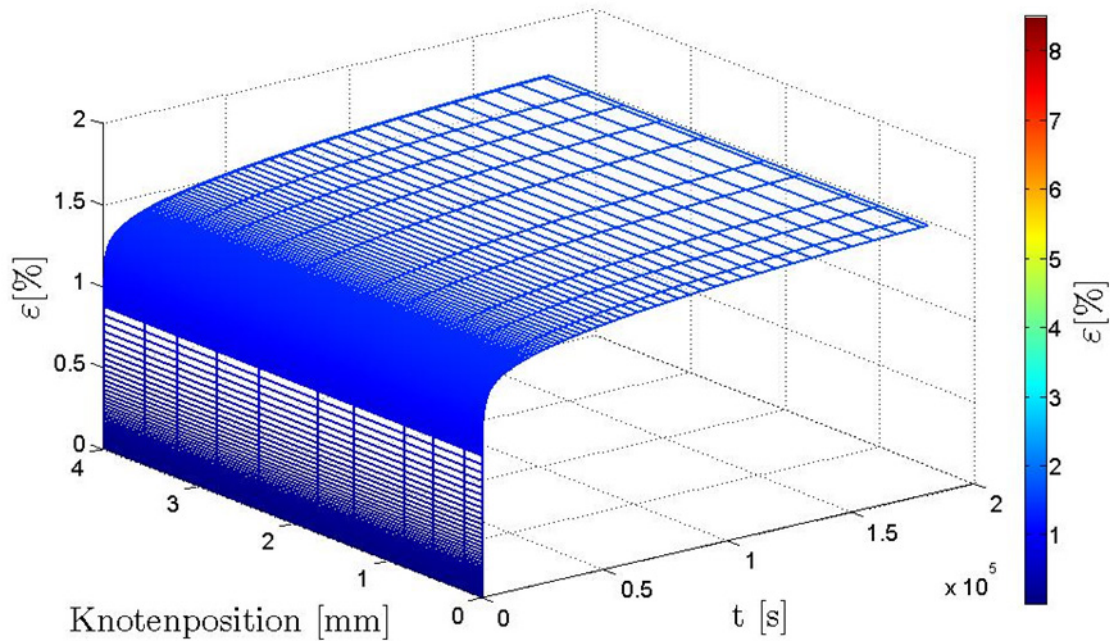
Durch die Einführung und die anschließende deutliche Verringerung des zweiten Potenzkoeffizienten  $n$  aus der Gleichung (6.15) kann eine stabile Schädigungsentwicklung erzielt werden. Obwohl die Verwendung dieser Gleichung in der FE-Simulation aufgrund der langsameren Schädigungsentwicklung eine bessere Konvergenz verursacht, entspricht die simulierte Kriechgeschwindigkeit nicht dem realen Kriechvorgang im tertiären Kriechbereich von Polycarbonat. Diesbezüglich wird die Verwendung dieser Evolutionsgleichung im vorliegenden Materialmodell nicht empfohlen, stellt aber aufgrund der stabilen Entwicklung dennoch eine Alternative dar. Die resultierende stabile Schädigungsentwicklung kann anhand der Abbildung 6.5 nachgewiesen werden.



**Abbildung 6.5** Schädigungssimulation unter Verwendung der Gleichung (6.15) mit den angepassten Koeffizienten:  $m = 38$ ,  $n = 5$  und  $B = 1.801 \cdot 10^{-69}$ .

Unter Berücksichtigung des Schädigungszustandes mit den zugehörigen Simulationszeiten aus Abbildung 6.5 wird ersichtlich, dass die vorgestellte Schädigungsmethode nicht zur Darstellung der Bildung und Ausbreitung der Einschnürung in der finalen Kriechphase geeignet ist. Grundsätzlich wird in diesem Fall der Schwerpunkt auf die Entwicklung des beschleunigten Langzeitkriechprozesses gelegt. Um den Dehnungsverlauf an der Oberfläche des Querschnitts Q2 mit der homogenen Spannungsverteilung zu beurteilen, ist die Abbildung 6.6 hilfreich.





**Abbildung 6.6** Auswertung der Ingenieurdehnungen  $\varepsilon$  auf der Probenoberfläche entlang des Querschnitts Q2.

Im Vergleich zur Abbildung 6.4 bietet die Abbildung 6.6 die Ansicht einer gleichmäßigen Dehnungsverteilung auf der ganzen Probenbreite. Da sich der durch die Kerbe verursachte inhomogene Spannungszustand außerhalb des Q2-Querschnitts befindet, ist ein homogener Dehnungszustand zu beobachten. Aus dem zeitlichen Dehnungsverlauf sind keine ausgeprägten Schädigungseffekte zu erkennen, wobei der finale Dehnungsbereich durch die nahezu konstante Dehnungszunahme gekennzeichnet ist. Der Grund für diese konstante Dehngeschwindigkeit besteht in der geringeren Querschnittsspannung, deren Höhe keine signifikante Schädigungsentwicklung zur Einschnürungszeit des Q1 Querschnittes ermöglicht. Dementsprechend wird der wesentliche Dehnungsbeitrag durch den Eyring-Dämpfer geleistet. Wird das Dehnungsfeld aus der Abbildung 6.6 global ausgewertet, sind die bestehenden Dehnungen um das Kriechen des kritischen Querschnittes Q1 zu erweitern.

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

Der Ausgangspunkt für die phänomenologische Lebensdauervorhersage und die Simulation des Langzeitkriechverhaltens wird durch dessen genaue Charakterisierung definiert. Diesbezüglich wurden in der vorliegenden Arbeit zuerst die einzelnen Aspekte des neu entwickelten Langzeit-Kriechprüfstands vorgestellt und ausführlich diskutiert. Aufbauend auf den vorliegenden Erkenntnissen über das viskoelastische Materialverhalten in Verbindung mit der ausgeprägten Materialsensitivitätsanalyse zeichnen sich die vorgestellten Langzeit-Kriechprüfstände aufgrund der Optimierung des Messprozesses durch die Reduzierung von Störungseffekten aus. Hierbei wurden anhand des umfangreichen Validierungsprozesses die Temperaturgenauigkeit der Temperierkammern sowie mechanische Stabilität und die Messgenauigkeit unter Beweis gestellt. Zur Beschleunigung des Charakterisierungsprozesses von Langzeitkriechen wurden insgesamt fünf Messapparaturen aufgebaut. Der resultierende Validierungsprozess ergibt vernachlässigbare Unterschiede zwischen den Kriechkurven, die auf einer kommerziellen Maschine und jenen, die auf den entwickelten Maschinen gemessen wurden. Anschließend wurde anhand des Vergleichs der Kriechkurven, die unter denselben Umgebungs- und Belastungsbedingungen gemessen wurden, eine ausreichende Messwiederholbarkeit festgestellt. Dank der einfachen Konstruktion und eines entsprechenden Arbeitsprinzips repräsentieren die entwickelten Versuchsanlagen eine kostengünstige und gleichzeitig leistungsstarke Alternative im Vergleich zu universalen Zugprüfmaschinen. Eine eventuelle Untersuchung des Langzeitkriechverhaltens von Thermoplasten mittels Kurzzeitversuchen schließt die vollständige Beschreibung des Langzeitkriechens aus. Darüber hinaus muss das beschriebene Kurzzeitverhalten um zahlreiche Materialphänomene erweitert werden. Dadurch gewinnen die mit den in dieser Arbeit entwickelten Versuchsanlagen gemessenen Kriechkurven an Relevanz. Im Hinblick auf das breite Anwendungsfeld von Polycarbonat wurden in dieser Arbeit die Effekte der Spannung und der Temperatur auf das Langzeitkriechen untersucht. Dank dem zuverlässig charakterisierten Langzeitverhalten konnten die einzelnen Kriechbereiche problemlos getrennt und in Bezug auf die unterliegenden Deformationsmechanismen beschrieben und angepasst werden. Die Temperaturabhängigkeit aller drei Kriechbereiche konnte mit dem Arrhenius-Gesetz genau beschrieben werden. In diesem Zusammenhang wird hauptsächlich der Wert der Aktivierungsenergie des sekundären Kriechens, der der Spaltungsenergie von C-C-Bindungen entspricht, betont. Diese Beobachtung könnte temperaturbedingte plastische Verformungen im stationären Kriechbereich bedeuten. Die anschließende Senkung des Wertes für den tertiären Kriechbereich kann durch das deutlich geschädigte Material erklärt werden. Die Beschreibung des tertiären Kriechens mit demselben Wert des Potenzkoeffizienten erfolgt bis 80 °C. Da die identifizierten Schädigungszeiten bei 100 °C deutlich unterschiedliche Steigung

aufweisen, treten bei dieser Temperatur andere überwiegenden Deformationsmechanismen auf. In diesem Sinne kann davon ausgegangen werden, dass die Querschnittsschwächung durch die enorme Senkung der schwachen Bindungskräfte angetrieben wird. Der Prozess des stabilen, plastischen Fließens wurde anhand des Ree-Eyringschen Gesetzes mit einem Einzel-Aktivierungsvolumen beschrieben. Mithilfe der Sherby-Dorn-Auswertung der gemessenen Kriechverläufe konnte die Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit von der Belastungsspannung genau dokumentiert und abgeglichen werden. Diese Materialeigenschaft wurde mit dem Crazing-Phänomen verknüpft und ausführlich diskutiert. Außerdem konnte mithilfe der Beobachtungen der einzeln gekrochenen Zugproben die Übereinstimmung mit der von Kausch und Michler dokumentierten Crazing-Dichte bzw. Größe festgestellt werden. Für die Erklärung der Crazing-Kinetik wurde die experimentell gestützte Theorie der genannten Autoren vorgeschlagen. Ausgehend von den Erkenntnissen zum Metallkriechen wurde der Grund der beschleunigten Kriechgeschwindigkeit im tertiären Kriechbereich der überwiegenden Einwirkung von Schädigungsphänomenen zugewiesen. Diese Annahme konnte indirekt mithilfe von Mikroskopaufnahmen von eingeschnürten Zugproben nach der Temperaturnachbehandlung bewiesen werden. Die Modellierung des primären Kriechbereichs wurde anhand einer generalisierten Kelvin-Kette durchgeführt. Hierbei wurde aufgrund der hohen Parameterzahl ein Parameterreduktionskonzept eingeführt, bei dem die mögliche Anpassungsqualität erhalten geblieben ist. Darüber hinaus wurden die gesamten eindimensionalen Modellgleichungen für die Durchführung von FEM-Bauteilsimulationen in die dreidimensionale Form überführt. Hierzu wurde aus thermodynamischen Konsistenzgründen bei der Herleitung die Clausius-Planck-Ungleichung ausgewertet. Die in der Reihe zu der Kelvin-Kette geschalteten Elemente des Maxwell-Modells wurden durch nichtlineare 3D-Ree-Eyring- und Schädigungstherme ersetzt, was die Darstellungsmöglichkeiten des Modells erweitert hat. Die im Anschluss durchgeführten FEM-Simulationen an einem Streifen mit homogener Geometrie haben eine ausreichende Reproduzierung der experimentell beobachteten Phänomene ermöglicht. Um den Einfluss eines komplexen Spannungszustands auf das Dehnungsfeld bewerten zu können, wurde eine Zugsimulation mit geometrisch inhomogenen Streifenproben durchgeführt. Diesbezüglich wurde aufgrund der numerischen Instabilitäten im Kerbgrund bei dem vorgeschrittenen Schädigungszustand eine vereinfachte Lebensdauerbewertung vorgeschlagen. Die Diskussion zu diesem Thema enthält nicht nur die Erklärung der numerischen Effekte, sondern auch mögliche Modellanpassungen.

In dieser Arbeit wurde grundsätzlich das Langzeitkriechverhalten von Polycarbonat unter Zugbelastung angepasst und simuliert. Um reale Industrieteile mit komplexen Spannungszuständen, die auch komplexen Belastungen ausgesetzt sind, realitätsnah simulieren zu können, ist eine zusätzliche Materialcharakterisierung unter Druck- und Scherbelastung erforderlich. In Bezug auf die hier verwendeten Messapparaturen wird diese erweiterte Charakterisierungsstrategie mit einer notwendigen Modifikation der Einspannvorrichtung verbunden. Abhängig von den Messergebnissen wird auch die Weiterentwicklung des vorgeschlagenen Materialmodells eine essenzielle Herausforderung darstellen. Ausgehend von den theoretischen



schen Erkenntnissen über die Materialeigenschaften wird für die künftigen Untersuchungen des Polycarbonatkriechens, wo mit deutlich höheren Kriechzeiten gerechnet wird, ein duktil-spröder Übergang erwartet. Um dieses Materialverhalten in der Simulation erfassen zu können, wird eine Erweiterung des Schädigungskonzeptes erforderlich. Anschließend sollte dabei auch der mögliche anisotrope Charakter der Schädigungsmechanismen, mit der entsprechenden Anpassungsstrategie berücksichtigt werden. Da im Versuch die Last manuell auf die Prüfkörper aufgebracht wird, kommt es zu kleineren Ungenauigkeiten in der Belastungsgeschwindigkeit. Diesbezüglich konnte in der vorliegenden Arbeit die Temperaturabhängigkeit der spontanen Dehnungsantwort nicht zuverlässig beschrieben werden. Um Schwankungen in der Auswertung der spontanen Dehnungsantworten zu vermeiden, wird für die genaue Charakterisierung der spontanen Dehnungsantwort die Verwendung einer universellen Prüfmaschine empfohlen. Somit können für den Anpassungsprozess aus den durchgeführten Kurzzeitkriechversuchen die genauen Werte von spontanen Dehnungen extrahiert und verwendet werden.

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1	Struktur der Polymere: Thermoplaste (links), Elastomere (in der Mitte) und Duroplaste (rechts).....	12
Abbildung 2.2	Darstellung der chemischen Struktur von PC.....	14
Abbildung 2.3	Viskoelastisches Werkstoffverhalten ermittelt durch statische und quasistatische mechanische Prüfungsvorgänge (Kriechen, Relaxation, Ratenabhängigkeit).....	17
Abbildung 2.4	Schematische Darstellung der linear-viskoelastischen Dehnungsantwort auf eingeschwungenen Spannungszustand mit der Periode $T$ und Phasenverschiebung $\delta$ . ....	18
Abbildung 2.5	Schematische Darstellung der $T_g$ -Temperatur (links) und der angedeuteten Temperaturratenabhängigkeit des spezifischen Volumens $v$ (rechts).....	22
Abbildung 2.6	Darstellung des Versuchsprinzipes nach Struik mit der Auswertung der Kriechnachgiebigkeit $J(t)$ . ....	24
Abbildung 3.1	Darstellung der gebauten Kriechprüfstände.....	30
Abbildung 3.2	Entwurf des experimentellen Setups mithilfe eines CAD-Modells (links mit Markierung: 1-Maschinenrahmen, 2-Klammersystem, 3-Nut-Kugellager, 4-Belastungsgewichte, 5-Getriebe, 6-Sensor, 7-MSE1000 Auswerteeinheit, 8-DAQ Ausrüstung, 9-Temperierkammer, 10-Temperatur-Relais), Darstellung des mechanischen Maschinenteils (in der Mitte) und reale Maschinenausführung (rechts). ....	31
Abbildung 3.3	Isometrischer Blick ins Innere des CAD-Modells der Temperierkammer (links mit Markierung: 1-Kammerrahmen, 2-Isolierungsplatten, 3-PVC-Abdeckung, 4-Klammersystem, 5-Radialventilator, 6-Heizspirale, 7-Trennwand aus Edelstahlblech), Darstellung der kreisförmigen Luftströmung in der aufgebauten Temperierkammer (rechts). ....	35
Abbildung 3.4	Schematische Beschreibung des Temperaturregelungsprinzips. Die Zahlen bezeichnen: 1-Steuercomputer, 2-DAQ-Ausstattung, 3-Leistungssteller, 4-Temperaturkammer, 5-Temperaturrelais.....	37
Abbildung 3.5	Darstellung des rechteckigen PWM-Signals, wobei der Wert des Tastverhältnisses mit der Signaltbreite gekennzeichnet ist. ....	38
Abbildung 3.6	Bedieneroberfläche des Datenerfassungsprogramms.....	40
Abbildung 3.7	Bedieneroberfläche des Temperaturregelprogramms .....	41
Abbildung 3.8	Voruntersuchung von PC bei $80\text{ }^\circ\text{C}$ und $\sigma = 15,5\text{ MPa}$ , mit vergrößerter Ansicht des finalen Dehnungsbereichs. ....	44

Abbildung 3.9 Vergleich der Kriechkurven gemessen mit eigenem Versuchsaufbau und der kommerziellen Maschine Q800. ....	45
Abbildung 4.1 Materielle Körper in der Referenz- und der Momentankonfiguration. ....	47
Abbildung 4.2 Modelkörper vom Maxwell (links) und Kelvin-Voigt (rechts). ....	60
Abbildung 4.3 Verallgemeinertes Kelvin-Voigt-Modell. ....	62
Abbildung 4.4 Verallgemeinertes Maxwell-Modell. ....	64
Abbildung 4.5 Betrachtung des Materialfließens. ....	66
Abbildung 4.6 Auswertung der Zug- und Kriechversuchen im stationären Zustand .....	68
Abbildung 4.7 Betrachtung der Schädigungszeit $t_f$ aus dem spannungsabhängigen tertiären Kriechbereich. ....	72
Abbildung 4.8 Verallgemeinertes erweitertes Kelvin-Modell. ....	73
Abbildung 5.1 Polycarbonat Zugprüfkörper. ....	78
Abbildung 5.2 Kriechverhalten von PC bei 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C. ....	80
Abbildung 5.3 Sherby-Dorn-Diagramm für 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C. ....	83
Abbildung 5.4 Probenvergleich mit unterschiedlichem Belastungsniveau, links ist die Messung auf $\sigma = 58,2$ MPa dargestellt, während das rechte Bild die gekrochene Probe unter $\sigma = 43,9$ MPa beinhaltet. Auf dem linken Bild sind die Bedienungsdefekte ebenfalls zu sehen. ....	84
Abbildung 5.5 Vergleich des experimentell bestimmten temperaturabhängigen primären Kriechbereichs mit der zugehörigen Anpassung. ....	87
Abbildung 5.6 Temperaturabhängigkeit der Viskositäten $\eta_{1,\dots,10}(\vartheta)$ .....	88
Abbildung 5.7 Validierung des Materialmodells (5.1), kombiniert mit der Beziehung (4.83) in primären Kriechbereich bei 40 °C, 60 °C und 80 °C. ....	90
Abbildung 5.8 Auswertung der Spannungsabhängigkeit des sekundären Kriechbereichs von PC bei 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C. Die Linien repräsentieren die Simulationsergebnisse. ....	91
Abbildung 5.9 Darstellung der Temperaturabhängigkeit des sekundären Kriechbereichs. ....	92
Abbildung 5.10 Vergleich der Auswertung des tertiären Kriechbereichs von PC bei 23 °C, 40 °C, 60 °C, 80 °C und 100 °C mit den entsprechenden Simulationskurven. ....	93
Abbildung 5.11 Darstellung der Temperaturabhängigkeit des tertiären Kriechbereichs. ....	94
Abbildung 5.12 Untersuchung des linken und rechten Einschnürungsbereiches des Probenkörpers bei Raumtemperatur. ....	95
Abbildung 6.1 Validierung der FEM-Implementierung in Software COMSOL Multiphysics®. ....	101

*Abbildungsverzeichnis*

Abbildung 6.2 Validierung des implementierten Materialmodells. .... 102

Abbildung 6.3 Darstellung des CAD-Modells mit den applizierten  
Randbedingungen (links) zusammen mit dem ausgewerteten  
Spannungsfeld nach Von Mises des FE-Modells im COMSOL  
Multiphysics (rechts). .... 103

Abbildung 6.4 Auswertung der Ingenieurdehnungen  $\epsilon$  auf der Probenoberfläche  
entlang des Querschnittes Q1. .... 104

Abbildung 6.5 Schädigungssimulation unter Verwendung der Gleichung (6.15) mit  
den angepassten Koeffizienten:  $m = 38$ ,  $n = 5$  und  $B =$   
 $1.801 \cdot 10^{-69}$ ..... 105

Abbildung 6.6 Auswertung der Ingenieurdehnungen  $\epsilon$  auf der Probenoberfläche  
entlang des Querschnitts Q2..... 106

# Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1 Ausgewählte Standardwerte von Polycarbonat. ....	13
Tabelle 3.1 Genauigkeit der gewählten Temperierkammern. ....	46
Tabelle 5.1 Identifizierte Parameter für die temperaturabhängigen Viskositäten der Kelvin-Kette und der Maxwell-Feder. ....	89
Tabelle 5.2 Temperaturabhängige Ratenfaktoren $\dot{\epsilon}_0(\vartheta)$ . ....	91
Tabelle 5.3 Schädigungsvorkoeffizienten für den Temperaturbereich von 23 °C bis 80 °C. ....	93

# Literaturverzeichnis

- [1] H. Staudinger, Die Chemie der hochmolekularen organischen Stoffe im Sinne der Kekulé'schen Strukturlehre, (1926) 3019–3043. doi:19260591206.
- [2] S.C. Ligon, R. Liska, M. Gurr, R. Mühlhaupt, Polymers for 3D Printing and Customized Additive Manufacturing, Chem. Rev. (2017) 10212–10290. doi:10.1021/acs.chemrev.7b00074.
- [3] M. Hofmann, 3D Printing Gets a Boost and Opportunities with Polymer Materials, ACS Macroletters. (2014) 382–386. doi:org/10.1021/mz4006556 .
- [4] S. Krödel, L. Li, A. Constantinescu, C. Daraio, Materials & Design Stress relaxation in polymeric microlattice materials, Mater. Des. 130 (2017) 433–441. doi:10.1016/j.matdes.2017.05.060.
- [5] L.R. Hart, S. Li, C. Sturgess, R. Wildman, J.R. Jones, W. Hayes, 3D Printing of Biocompatible Supramolecular Polymers and their Composites, ACS Appl. Mater. Interfaces. (2016) 3115–3122. doi:10.1021/acsami.5b10471.
- [6] K. Kim, W. Zhu, Q. Xin, C. Aeronson, W. McCall, S. Chen, D. Sibury, 3D Optical Printing of Piezoelectric Nanoparticle-Polymer Composite Materials, ACS Nano. 8 (2014). doi:10.1021/nn503268f.
- [7] B.C. Gross, J.L. Erkal, S.Y. Lockwood, C. Chen, D.M. Spence, Evaluation of 3D Printing and Its Potential Impact on Biotechnology and the Chemical Sciences, Anal. Chem. (2014) 3240–3253. doi:10.1021/ac403397r.
- [8] A. Farzadi, M. Solati-hashjin, M. Asadi-eydivand, N. Azuan, A. Osman, Effect of Layer Thickness and Printing Orientation on Mechanical Properties and Dimensional Accuracy of 3D Printed Porous Samples for Bone Tissue Engineering, PLoS One. 9 (2014) 1–14. doi:10.1371/journal.pone.0108252.
- [9] J.D. Menczel, R.B. Prime, Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications, John Wiley & Sons, Ltd, 2009. isbn:978-0-471-76917-0.
- [10] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, B.G. Teubner Verlag, 2006. isbn:9783835100084.
- [11] F.R. Schwarzl, Polymermechanik: Struktur und mechanisches Verhalten von

- Polymeren, Springer Berlin Heidelberg, 1990. isbn: 978-3-540-51965-2.
- [12] M.D. Shelby, A.J. Hill, M.I. Bugar, G.L. Wilkes, The Effects of Molecular Orientation on the Physical Aging and Mobility of Polycarbonate — Solid State NMR and Dynamic Mechanical Analysis, *J. Polym. Sci.* 39 (2001) 32–46. doi:10.1002/1099-0488(20010101)39:1<32::AID-POLB40>3.0.CO;2-J.
- [13] E.A. Joseph, M. Lorenz, J. Barlow, D.R. Paul, Mechanical properties of miscible polycarbonate-copolyester blends, *Polymer (Guildf)*. 23 (1981) 113–122. doi:10.1016/0032-3861(82)90024-6.
- [14] D. Gaebeling, A. Benkira, Y. Gallot, R. Muller, Dynamic viscoelastic behaviour of polymer blends in the melt-experimental results for PDMS/POE-DO,PS/PMMA and PS/PEMA blends, *Eur. Polym. J.* 30 (1994) 301–308. doi:10.1016/0014-3057(94)90290-9.
- [15] K. Hying, Analyse der viskoelastischen Eigenschaften von Poly ( tetrafluorethylen ) im Bereich des  $\beta$  -Übergangs, Dissertation. (2003) 163.
- [16] L.C.E. Struik, Physical aging in plastics and other glassy materials, *Polym. Eng. Sci.* 17 (1977) 165–173. doi:10.1002/pen.760170305.
- [17] M. Johlitz, Zum Alterungsverhalten von Polymeren: Experimentell gestützte, thermo-chemomechanische Modellbildung und numerische Simulation, Habilitationsschrift. (2015) 166.
- [18] M. Schmidt, F.H.J. Maurer, Isotropic pressure-densified atactic poly(methyl methacrylate) glasses: Free-volume properties from equation-of-state data and positron annihilation lifetime spectroscopy, *Macromolecules*. 33 (2000) 3879–3891. doi:10.1021/ma991722h.
- [19] J.M. Hutchinson, S. Smith, B. Horne, G.M. Gourlay, Physical Aging of Polycarbonate : Enthalpy Relaxation, Creep Response, and Yielding Behavior, *Macromolecules*. (1999) 5046–5061. doi:10.1021/ma981391t.
- [20] D.S. Matsumoto, Time-Temperature Superposition and Physical Aging in Amorphous Polymers, *Polym. Eng. Sci.* (1988). doi:10.1002/pen.760282005.
- [21] I.M. Hodge, Physical Aging in Polymer Glasses, *Front. Mater. Sci.* 267 (2009). doi:10.1126/science.267.5206.1945.
- [22] K.M. Bernatz, L. Giri, S.L. Simon, D.J. Plazek, Physical aging by periodic creep and interrupted creep experiments, *J. Chem. Phys.* 111 (1999) 2235–2241. doi:10.1063/1.479495.

- [23] G.B. McKenna, Mechanical rejuvenation in polymer glasses, *J. Phys. Condens. Matter.* (2003). doi:10.1088/0953-8984/15/11/301.
- [24] T. Naumann, Beitrag zur Beschreibung des mechanischen Langzeitdeformationsverhaltens von thermoplastischen Kunststoffen, Dissertation. (2012) 199.
- [25] C. Mittermeier, Beitrag zur kontinuumsmechanischen Modellierung des Glasübergangs und der daraus resultierenden physikalischen Alterung, Dissertation. (2017) 159.
- [26] G.W. Ehrenstein, Pongratz.S, Beständigkeit von Kunststoffen, Carl Hanser Fachbuchverlag, 2007. isbn: 9783446218512.
- [27] M. Johlitz, N. Diercks, A. Lion, Thermo-oxidative ageing of elastomers : A modelling approach based on a finite strain theory, *Int. J. Plast.* 63 (2014) 138–151. doi:10.1016/j.ijplas.2014.01.012.
- [28] M. Johlitz, On the Representation of Ageing Phenomena, *J. Adhes.* (2012) 620–648. doi:10.1080/00218464.2012.682905.
- [29] B. Musil, M. Johlitz, A. Lion, On the ageing behaviour of NBR: chemomechanical experiments, modelling and simulation of tension set, *Contin. Mech. Thermodyn.* (n.d.) 19. doi:10.1007/s00161-018-0728-5.
- [30] B. Musil, M. Böhning, A. Lion, On the inhomogenous chemo-mechanical ageing behaviour of nitrile rubber: experimental investigations, modelling and parameter identification, *Contin. Mech. Thermodyn.* (n.d.) 22. doi:10.1007/s00161-019-00791-1.
- [31] H.H. Kausch, *Advances in Polymer Science*, Springer Berlin Heidelberg, 2010. doi:10.1007/b136948.
- [32] O.K. Spurr, W.D. Niegisch, Stress Crazing of Some Amorphous Thermoplastics, *J. Appl. Polym. Sci.* 6 (1962) 585–599. doi:10.1002/app.1962.070062314.
- [33] R.P. Kambour, A Review of Crazing and Fracture in Thermoplastics, *J. Polym. Sci. Macromol. Rev.* 7 (1973) 1–154. doi:10.1002/pol.1973.230070101.
- [34] N. Verheulpen-Heymans, Craze growth in annealed polycarbonate, *J. Mater. Sci.* 11 (1976) 1003–1008. doi:10.1007/BF02396634.
- [35] S. Clay, Characterization of Crazing Properties of Polycarbonate, Dissertation. (2000) 146.



- [36] J. Hoare, D. Hull, Craze yielding and stress-strain characteristics of crazes in polystyrene, *Philos. Mag.* (2006) 443–455.  
doi:10.1080/14786437208227440.
- [37] M. Dettenmaier, Intrinsic Crazes in Polycarbonate: Phenomenology and Molecular Interpretation of a new Phenomenon, *Adv. Polym. Sci.* (1983) 58–103. doi:.org/10.1007/BFb0024056.
- [38] M.J. Mindel, N. Brown, Creep and recovery of polycarbonate, *J. Mater. Sci.* 8 (1973) 863–870. doi:10.1007/BF00553737.
- [39] M.J. Mindel, N. Brown, The relationship of creep, recovery and fatigue in polycarbonate, *J. Mater. Sci.* 9 (1974) 1661–1669.  
doi:.org/10.1007/BF00540764.
- [40] C. Bauwens-Crowet, J.M. Ots, J.C. Bauwens, The strain-rate and temperature dependence of yield of polycarbonate in tension, tensile creep and impact tests, *J. Mater. Sci.* 9 (1974) 1197–1201.  
doi:10.1007/BF00552841.
- [41] L.E. Govaert, T.A.P. Engels, S.H.M. Söntjens, T.H. Smit, Time-dependent failure in load-bearing polymers. A potential hazard in structural applications of polylactides, *Degrad. Polym. Skelet. Implant.* (2008) 1–19.
- [42] M. Kanters, Prediction of Long-Term Performance of Load-Bearing Thermoplastics, *Dissertation.* (2015) 144.
- [43] Hal F. Brinson • L. Catherine Brinson, *Polymer Engineering Science and Viscoelasticity An Introduction*, Springer, 2008. isbn: 978-0-387-73860-4.
- [44] A. Lion, *Einführung in die Lineare Viskoelastizität*, 2007. issn:1862-5703.
- [45] V.S. Chevali, D.R. Dean, G.M. Janowski, Flexural creep behavior of discontinuous thermoplastic composites: Non-linear viscoelastic modeling and time-temperature-stress superposition, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 40 (2009) 870–877. doi:10.1016/j.compositesa.2009.04.012.
- [46] V.S. Chevali, G.M. Janowski, Flexural creep of long fiber-reinforced thermoplastic composites: Effect of processing-dependent fiber variables on creep response, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 41 (2010) 1253–1262.  
doi:10.1016/j.compositesa.2010.05.008.
- [47] J.P. Mercier, J.J. Aklonis, M. Litt, A. V. Tobolsky, Viscoelastic behavior of the polycarbonate of bisphenol A, *J. Appl. Polym. Sci.* 9 (1965) 447–459.

doi:10.1002/app.1965.070090206.

- [48] J.S.Y. Lai, W.N. Findley, Combined tension-torsion creep experiments on polycarbonate in the nonlinear range, *Polym. Eng. Sci.* 9 (1969) 378–382. doi:10.1002/pen.760090511.
- [49] H. Hojo, W.N. Findley, Effect of Gas Diffusion on Creep Behavior of Polycarbonate, *Polym. Eng. Sci.* 13 (1973). doi:doi.org/10.1002/pen.760130404.
- [50] A. Pasricha, G. Wing, V. Kumar, M. Turtle, K. Seeler, Effect of Co 2 sorption and desorption on the creep response of polycarbonate, *Polym. Eng. Sci.* 45 (2005) 1639–1644. doi:10.1002/pen.20366.
- [51] P. Haupt, *Continuum Mechanics and Theory of Materials*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1999. isbn: 978-3-662-04111-6.
- [52] G.A. Holzapfel, *Nonlinear Solid Mechanics*, John Wiley & Sons, Ltd, 2000. doi:10.1007/978-90-481-2331-5.
- [53] J. Betten, *Creep Mechanics*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2003. isbn: 978-3-662-04971-6.
- [54] D. Picard, M. Fafard, Three-Dimensional Constitutive Viscoelastic Model for Isotropic Materials, *Thermodyn. - Phys. Chem. Aqueous Syst.* (2012) 327–350. doi:10.5772/22485.
- [55] D. Picard, M. Fafard, G. Soucy, J.-F. Bilodeau, Three-Dimensional Constitutive Creep/Relaxation Model of Carbon Cathode Materials, *J. Appl. Mech.* 75 (2008) 12. doi:10.1115/1.2840044.
- [56] A. Trondl, *Plastizität und Skaleneffekte sowie Deformations- und Versagensmodellierung dünner metallischer Schichten bei Nanoindentation*, Dissertation. (2012) 188.
- [57] Y. Jia, K. Peng, X.L. Gong, Z. Zhang, Creep and recovery of polypropylene/carbon nanotube composites, *Int. J. Plast.* 27 (2011) 1239–1251. doi:10.1016/j.ijplas.2011.02.004.
- [58] Z. Yao, D. Wu, C. Chen, M. Zhang, Part A Creep behavior of polyurethane nanocomposites with carbon nanotubes, *Compos. Part A.* 50 (2013) 65–72. doi:10.1016/j.compositesa.2013.03.015.
- [59] Z. Dai, Y. Gao, L. Liu, P. Pötschke, J. Yang, Z. Zhang, Creep-resistant behavior of MWCNT-polycarbonate melt spun nanocomposite fibers at

- elevated temperature, *Polymer (Guildf)*. 54 (2013) 3723–3729.  
doi:10.1016/j.polymer.2013.05.013.
- [60] A.O. Ruano, J. Wadsworth, O.D. Sherby, Harper-Dorn creep in pure metals, *Acta Met.* 36 (1988). doi:0001-6160/88.
- [61] P. Kumar, M.E. Kassner, T.G. Langdon, Fifty years of Harper-Dorn creep: A viable creep mechanism or a Californian artifact?, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 409–420. doi:10.1007/s10853-006-0782-4.
- [62] F.A. Mohamed, Harper – Dorn creep : Controversy , requirements , and origin, *Mater. Sci. Eng. A.* 463 (2007). doi:10.1016/j.msea.2006.06.142.
- [63] A. Gorzel, G. Sauthoff, Diffusion creep of intermetallic TiAl alloys, *Intermetallics*. 7 (1999) 371–380. doi:10.1016/S0966-9795(98)00099-5.
- [64] W. Beere, M. V. Speight, Creep cavitation by vacancy diffusion in plastically deforming solid, *Met. Sci.* 12 (1978) 172–176.  
doi:10.1179/msc.1978.12.4.172.
- [65] Lokoshchenko, *Creep and Long-Term Strength of Metals*, Taylor & Francis Group, 2018. isbn: 9781138067929.
- [66] M.E. Kassner, *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*, Elsevier Ltd, 2004. isbn: 9780080994277.
- [67] K. Nuamenko, H. Altenbach, *Modeling of Creep for Structural Analysis*, Springer, 2012. isbn: 13: 978-3-540-70834-6.
- [68] H. Altenbach, *Kontinuumsmechanik*, 2nd ed., Springer-Verlag, 2012. isbn: 9783642241185.
- [69] J. Betten, *Kontinuumsmechanik: Elasto-, Plasto- und Kriechmechanik*, Springer-Verlag, n.d. isbn: 9783662081686.
- [70] J. Lemaitre, *A Course on Damage Mechanics*, Springer-V, 1999. isbn: 978-3-642-18255-6.
- [71] S. Murakami, *Continuum damage mechanics: A Continuum Mechanics Approach to the Analysis of Damage and Fracture*, Springer, 2012. isbn: 9789400726659.
- [72] E. Van Der Giessen, V. Tvergaard, Development of final creep failure in polycrystalline aggregates, *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 959–973.  
doi:10.1016/0956-7151(94)90290-9.

- [73] P. Onck, E. van der Glessen, Microstructural Modeling of Creep Fracture in Polycrystalline Materials, *J. Mech. Behav. Mater.* 11 (2011). doi:10.1515/jmbm.2000.11.1-3.165.
- [74] K. Naumenko, H. Altenbach, A phenomenological model for anisotropic creep in a multipass weld metal, *Arch. Appl. Mech.* 74 (2005) 808–819. doi:10.1007/s00419-005-0409-2.
- [75] G.W. Ehrenstein, *Polymer Werkstoffe: Struktur-Eigenschaften-Anwendung*, Hanser, 2011. isbn: 978-3-446-42283-4.
- [76] H. Schnell, Polycarbonate, eine Gruppe neuartiger thermoplastischer Kunststoffe, *Angew. Chim.* 20 (1956) 633–640. doi:10.1002/ange.19560682002.
- [77] H.H. Kausch, *Advances in Polymer Science*, 2010. doi:10.1007/978-3-642-27154-0.
- [78] G.W. Ehrenstein, G. Riedel, P. Trawiel, *Thermal Analysis of Plastics*, Hanser, 2016. isbn: 3-446-22673-7.
- [79] N. Rudolph, *Druckverfestigung amorpher Thermoplaste*, Dissertation. (2009) 151.
- [80] S. Jorik, A. Lion, M. Johlitz, Design of the novel tensile creep experimental setup, characterisation and description of the long-term creep performance of polycarbonate, *Polym. Test.* 75 (2019) 151–158. doi:10.1016/j.polymertesting.2019.01.023.
- [81] G.A. Holzapfel, *Nonlinear Solid Mechanics: A Continuum Approach for Engineering*, John Wiley & Sons, Ltd, 2000. isbn: 0471823198.
- [82] P. Wriggers, *Nichtlineare Finite-Element-Methoden*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2001. isbn: 978-3-540-67747-5.
- [83] M. Johlitz, *Materialmodellierung*, Skript. (2009) 86.
- [84] T. Ree, H. Eyring, Theory of Non-Newtonian Flow. I. Solid Plastic System, *J. Appl. Phys.* 793 (2004). doi:10.1063/1.1722098.
- [85] A.D. Mulliken, *Mechanics of amorphous polymers and polymer nanocomposites during high rate deformation*, Dissertation. (2006) 290.
- [86] S. Arrhenius, Über die Reaktionsgeschwindigkeit bei der Inversion von Rohrzucker durch Säuren, *Zeitschrift Für Phys. Chemie.* 4 (1917).

doi:10.1515/zpch-1889-0116.

- [87] I.M. Ward, J. Sweeney, Mechanical Properties of Solid Polymers, 3rd ed., John Wiley & Sons, Ltd, 2017. isbn: 9781444319507.
- [88] M. Zyczkowski, Creep damage evolution equations expressed in terms of dissipated power, *Int. J. Mech. Sci.* 42 (2000) 755–769. doi:10.1016/S0020-7403(99)00020-X.
- [89] H. Altenbach, J.J. Skrzypek, Creep and Damage in Materials and Structures, Springer-Verlag, 2013. isbn: 9783211833216.
- [90] L. Kachanov, Rupture Time Under Creep Conditions, *Int. J. Fract.* 97 (1999) 11–18. doi:10.1023/A:1018671022008.
- [91] A. Öchsner, Continuum Damage and Fracture Mechanics, Springer, 2016. isbn: 978-981-287-863-2.
- [92] C.M. Stewart, A.P. Gordon, Modeling the Temperature Dependence of Tertiary Creep Damage of a Ni-Based Alloy, *J. Press. Vessel Technol.* 131 (2009) 11. doi:10.1115/1.3148086.
- [93] M.S. Haque, C.M. Stewart, The Stress-Sensitivity, Mesh-Dependence, and Convergence of Continuum Damage Mechanics Models for Creep, *J. Press. Vessel Technol. Trans. ASME.* 139 (2017) 1–10. doi:10.1115/1.4036142.
- [94] J.L. Yang, Z. Zhang, A.K. Schlarb, K. Friedrich, On the characterization of tensile creep resistance of polyamide 66 nanocomposites. Part II: Modeling and prediction of long-term performance, *Polymer (Guildf).* 47 (2006) 6745–6758. doi:10.1016/j.polymer.2006.07.060.
- [95] E.W. V. Chaves, Notes on Continuum Mechanics, Springer, 2013. isbn: 978-94-007-5985-5.
- [96] W.N. B. Coleman, Foundation of Linear Viscoelasticity, Springer, Berlin, Heidelberg, 1961.
- [97] B.D. Coleman, Taermodynamics of Materials wit Memory, 17 (n.d.). doi:10.1007/978-3-642-11096-2\_2.
- [98] C. Fafard, M., M. T. Boudjelal, B. Bissonnette, Three-Dimensional viscoelastic model with nonconstant coefficients, *J. Eng. Mech.* (2001) 808–815. doi:10.1061/(ASCE)0733-9399(2001)127:8(808).
- [99] J. Miltz, A.T. DiBenedetto, S. Petrie, The environmental stress crazing of

- polycarbonate, *J. Mater. Sci.* 13 (1978) 1427–1437. doi:10.1007/BF00553195.
- [100] D. McCammond, V.S. Hoa, Craze and creep resistance of high-impact polystyrene in alcohols, *Polym. Eng. Sci.* 17 (1977) 869–872. doi:10.1002/pen.760171211.
- [101] B. Klein, *FEM: Grundlagen und Anwendungen der Finite- Element-Methode im Maschinen- und Fahrzeugbau*, Springer Vieweg, n.d. isbn: 9783834816030.
- [102] M. A. Crisfield, *Non-linear Finite Element Analysis of Solids and Structures*, John Wiley & Sons, Ltd, 2000. isbn: 0 471 92956 5 (v. I); 0 471 92996 4.
- [103] R.L.T. O.C. Zienkiewicz, *The Finite Element Method for Solid and Structural Mechanics*, 6th ed., Butterworth-Heinemann, 2005. isbn: 0 7506 6321 9.
- [104] Š. Benča, *Aplikovaná nelineárna mechanika kontinua*, Skript. 3 (2013).
- [105] F.B. Neff, Ein Beitrag zur Modellierung des Quellverhaltens von Elastomeren in organischen Fluiden, *Dissertation.* (2018) 131.
- [106] A. Lion, J. Retka, P. Höfer, Numerische Simulation aushärtender Klebstoffe, in: 2017: p. 157. issn: 1862-5703.
- [107] R. Landgraf, *Modellierung und Simulation der Aushärtung polymerer Werkstoffe*, *Dissertation.* (2015) 200.
- [108] D. Hofer, *Simulation von Größeneffekten mit mikromorphen Theorien*, *Dissertation.* (2003) 108.
- [109] M. Rendek, Transient effects of filler-reinforced rubber with respect to the Payne effect: experiments, constitutive modelling and {FEM} implementation, *Dissertation.* (2011) 230.
- [110] CH. Liebl, *Viskoelastisch-viskoplastische Modellierung von Strukturklebstoffen während der Aushärtung*, *Dissertation.* (2014) 178.
- [111] B. Yagimli, *Kontinuumsmechanische Betrachtung von Aushärtevorgängen*, *Dissertation.* (2013) 168.
- [112] M. Engelhard, *Thermomechanische Beschreibung der Fluiddiffusion in Polymeren am Beispiel Polyamid 6*, *Dissertation.* (2014) 135.
- [113] K.-J. Bathe, *Finite Element Procedures*, Pearson Education, Inc, 2016. isbn: 9780979004957.

*Literaturverzeichnis*

- [114] P. Lofink, FEM-gestützte Analyse der linear-elastischen und hyperelastischen eigengravitierenden Erde unter dem Aspekt geometrischer und physikalischer Nichtlinearitäten, Dissertation. (2018) 157.
- [115] M. Wagner, Lineare und nichtlineare FEM, Springer Vieweg, 2017. isbn: 9783658178659.