



UNIVERSITÄT  
DES  
SAARLANDES



**Fraunhofer**  
IZFP

Universität des Saarlandes

Fachbereich Materialwissenschaft und Werkstofftechnik

## Masterarbeit

### Relaxationsverhalten von additiv gefertigtem GFK mittels In-Situ Röntgenverfahren

**Autor:** Christian Becker  
**Matrikel-Nr.:** 2537137  
**Email:** christian.becker@izfp.fraunhofer.de

**Erstprüfer:** Prof. Dr.-Ing. Ute Rabe  
**Zweitprüfer:** PD Dr.-Ing. Dr. rer. nat Anne Jung  
**Betreuer:** Dr.-Ing. Michael Maisl

**Datum:** 14. Januar 2020

## **Eidesstattliche Erklärung**

Ich erkläre hiermit an Eides Statt, dass ich die vorliegende Arbeit mit dem Titel „Relaxationsverhalten von additiv gefertigtem GFK mittels In-Situ Röntgenverfahren“ selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe. Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form in einem Verfahren zur Erlangung eines akademischen Grades vorgelegt. Ich erkläre hiermit an Eides Statt, dass die vorliegende Arbeit mit der elektronischen Version übereinstimmt.

Saarbrücken, 14. Januar 2020

## Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei Prof. Dr.-Ing. Ute Rabe für die Betreuung bei der Umsetzung meiner Thesis bedanken. Bei PD Dr.-Ing. Dr. rer. nat Anne Jung möchte ich mich für die Übernahme der Zweitkorrektur bedanken.

Mein besonderer Dank gilt Dr. Ing. Michael Maisl bei der fachlichen Betreuung meiner Masterarbeit. Dr. Maisl hat mich vor allem bei der Problemlösung in physikalisch-technischen Aspekten unterstützt und mir stets Denkanstöße zu relevanten Punkten gegeben. Die nötige Freiheit zur Ausübung meiner Versuche aber auch die umfassende Diskussion der wissenschaftlichen Ergebnisse haben mich stets weitergebracht und waren ein entscheidender Faktor zum Gelingen der Arbeit.

Dank gilt auch dem Fraunhofer IZFP und dem Lehrstuhl für Leichtbausysteme (LLB) bei der Unterstützung der Durchführung meiner Arbeit. Besonderer Dank geht an Frau Ramona Krämer für die Hilfestellung bei der Herstellung der Spritzgussproben und beim Umbau der CT-Alpha. Ein großes Dank geht an Tobias Heib für die gewissenhafte und zeitaufwendige Herstellung der additiv gefertigten Proben. Diese Aufgabe hat einige Nerven gekostet. In diesem Zuge auch ein Dank an alle anderen Lehrstuhlmitarbeiter für das Verständnis und die konstruktiven Anmerkungen zur Verbesserung der Probenherstellung. Des Weiteren danke ich Herrn Ewald Toma für die Rücksichtnahme und Hilfestellung bei der Nutzung der Micro-CT-Anlage „CARL“.

Der größte Dank geht an meine Mama und Freunde, die mich in dieser doch recht stressigen Zeit stets positiv unterstützt und aufgebaut haben. Die nötigen Auszeiten, die sie mir auferlegt haben, um wieder einen klaren Kopf zu bekommen, waren ein entscheidender Faktor zum Gelingen dieser Arbeit. Für die Unterstützung über mein gesamtes Studium hinweg, möchte ich meiner Mama daher diese Masterarbeit widmen.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>7</b>
1.1	Motivation . . . . .	7
1.2	Stand der Technik . . . . .	8
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>9</b>
2.1	Additive Fertigung von FVK . . . . .	9
2.1.1	Fused Deposition Modelling . . . . .	10
2.1.2	Materialien . . . . .	13
2.1.3	Mechanische Prüfung . . . . .	13
2.2	Mechanische Eigenschaften von FVK . . . . .	14
2.2.1	Relaxationsverhalten von Kunststoffen . . . . .	14
2.2.2	Zugversuche FVK . . . . .	17
2.3	Grundlagen Röntgentechnik . . . . .	18
2.3.1	Röntgenprüfung von FVK . . . . .	18
2.3.2	In-Situ Prüfung . . . . .	20
<b>3</b>	<b>Charakterisierung des Lastprüfsystems</b>	<b>22</b>
3.1	Einflussgrößen auf die Messung . . . . .	22
3.2	Vorgehensweise . . . . .	25
3.2.1	Konzepterstellung anhand von ausgewählten Normen . . . . .	25
3.2.2	Prüfaufbau . . . . .	29
3.3	Prüfvorgang und Ergebnisse der Charakterisierung . . . . .	29
3.3.1	Einspannung der Probe . . . . .	29
3.3.2	Charakterisierung der Verfahrachse . . . . .	31
3.3.3	Charakterisierung der Verfahrachse unter Last . . . . .	34
3.3.4	Genauigkeit Kraftmessung . . . . .	42
<b>4</b>	<b>Experimentelle Untersuchung</b>	<b>44</b>
4.1	Umbau CT-Alpha . . . . .	44
4.2	Vorversuche und Versuchsauslegung . . . . .	46
4.3	Versuchsablauf für In-Situ-Messung unter CT und Durchstrahlung . . . . .	51
<b>5</b>	<b>Relaxationsverhalten mittels In-Situ CT</b>	<b>53</b>
5.1	Bestimmung mechanischer Kennwerte . . . . .	53
5.1.1	Zugversuche 4 mm GFK Proben . . . . .	54

5.1.2	Zugversuche 0,1 und 0,2 mm Proben . . . . .	55
5.1.3	Mechanische Kenndaten der Spritzgussproben . . . . .	58
5.2	Auswertung des Relaxationsverhalten mittels Avizo 3D-DVC . . . . .	60
5.2.1	Vergleich Durchstrahlungsprüfung mit CT der dünnen Proben . . .	61
5.2.2	Vergleich der bisherigen Erkenntnisse mit CT's der 4 mm Proben .	73
5.3	Simulation der Verschiebung mittels COMSOL . . . . .	79
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>81</b>
<b>7</b>	<b>Anhang</b>	<b>83</b>

## Abkürzungsverzeichnis

<b>CT</b>	Computertomographie
<b>CFK</b>	Kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff
<b>GFK</b>	Glasfaserverstärkter Kunststoff
<b>FVK</b>	Faser-Verbund-Kunststoff
<b>AM</b>	Additive Fertigung
<b>FDM</b>	Fused Deposition Modelling
<b>DVC</b>	Digital Volume Correlation

# Kapitel 1

## Einleitung

### 1.1 Motivation

Die schnelle und präzise Produktion von Bauteilen unterschiedlichster Materialien in großer und kleiner Stückzahl durch additive Fertigung ist für die Industrie aus wirtschaftlicher und technischer Sicht sehr lukrativ. Additive Fertigung gewinnt vor allem im Bereich der Leichtbauanwendungen an Bedeutung. Dabei ist aber die Charakterisierung dieser Teile auf materialspezifische Kennwerte entscheidend, um eine hohe Qualität zu gewährleisten. Auch die Detektion von Materialfehlern, die durch den Druckvorgang auftreten, müssen erkannt und behoben werden.

Wichtige Materialkenndaten wie die elastischen Materialkonstanten werden anhand von Belastungsversuchen in einem Prüfstand mittels Kraft-Weg Diagrammen ermittelt. Thermoplastische Kunststoffe zeigen ein ausgeprägtes Relaxationsverhalten, das die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes merklich beeinflusst. Volumen-spezifische Prüfungen auf z.B. Poren oder die Faserverteilung werden über zerstörungsfreie Prüfverfahren wie die Röntgenprüfung durchgeführt. Eine Kombination beider Verfahren ermöglicht eine umfangreiche Erfassung von Werkstoffdaten. Zugversuche unter Röntgen-CT bezeichnet man als 4D-CT-Verfahren, die als In-Situ (Probe bleibt während des Versuchs im Messaufbau) oder Ex-Situ (Probe wird für CT-Messung ausgebaut)-Messungen durchgeführt werden können.

Stand der Technik zur Volumenuntersuchung von Faserverbundwerkstoffen unter Belastung ist die Ermittlung der Faserverteilung mittels Computertomographie (CT). Hierbei erfolgen Vergleichsmessungen des Ausgangszustandes und des Belastungszustandes bzw. nach Versagen. Teilweise werden mehrere CT-Aufnahmen auch in Zwischenstadien durchgeführt, wobei der Faktor der Relaxation zu beachten ist. Hinzu kommt aber der Faktor der Relaxation. Diese Zwischenstadien der Belastung können mit sehr kurzen Messzeiten der CT aufgenommen werden, damit der tatsächliche Belastungszustand unverfälscht dargestellt wird. Dies lässt sich auf Grund der kurzen Messzeiten mittels Synchrotron realisieren. Das dynamische Verhalten des Werkstoffes, z.B. der Relaxation insbesondere kurz nach Laständerung, wurde bisher mit kommerziellen CT-Systemen nicht untersucht, da von einer zu langen Messzeit ausgegangen wird.

Ziel dieser Masterarbeit ist die Untersuchung des Relaxationsverhalten von additiv gefertigten Zugproben aus faserverstärkten Polyamid (PA, Nylon) mittels eines In-Situ

Verfahrens in Kombination von Röntgen-Durchstrahlung (Radiographie) und 3D-CT. Zunächst wird das Zugprüfsystem CT-5000N der Firma Deben UK [1] auf das mechanische Verhalten unter Last charakterisiert, um aussagekräftige Messergebnisse zu gewährleisten. Im Anschluss wird das Zugprüfsystem in die Mikro-CT-Anlage „CT-Alpha“ [2] integriert und das Messvorgehen für die In-Situ Zugprüfung der FVK-Proben festgelegt. Daraus wird die entsprechende Probengeometrie ermittelt. Mit Hilfe der am Lehrstuhl für Leichtbausysteme vorhandenen „3D-Drucker“ Ender [3] und an der Universität des Saarlandes befindlichen Spritzgussanlage wurden die additiv gefertigten kurzfaserverstärkten PA6.6-GFK und die spritzgegossenen PP-GFK-Proben hergestellt. Anhand des festgelegten Vorgehens wird mittels CT- und Radiographie das Relaxationsverhalten untersucht.

Die Auswertung der CT-, Durchstrahlungs- und Kraft-Weg-Daten aus der In-Situ Messung wird mit der Software AVIZO Thermo Scientific [4] durchgeführt und im Anschluss mit den simulierten Daten verglichen.

## 1.2 Stand der Technik

4D-Röntgen-CT-Experimente an Faserverbundwerkstoffen befinden sich noch in der Entwicklung. Erste Resultate befassen sich mit der Charakterisierung von Bruchvorgängen. Führend auf diesem Gebiet sind Veröffentlichungen von J. Kastner und D. Salaberger. In [5] befassen sich beide mit dem Vergleich verschiedener 4D-Röntgen-Verfahren, mit dem Fokus auf der Charakterisierung der Riss- und Ermüdungsvorgänge. Grundlegende Messungen mit In-Situ-CT wurden in [6] an PP-GF30 Proben durchgeführt und das Bruchverhalten mittels interner Analyse-Software bestimmt. Weitere Arbeiten wie [7] und [8] thematisieren unter anderem mit der Detektion und Analyse von Faserlänge- und -verteilung sowie den Vergleich verschiedener CT-Methoden zur Untersuchung von FVK-Strukturen.

Arbeiten anderer Wissenschaftler bauen auf den Ergebnissen von J. Salaberger und D. Kastner auf. In [9] werden Ermüdungstests an UD-Glasfaser-PE Kompositen mittels In-Situ-CT durchgeführt, womit alle Stadien der Ermüdungsrissentstehung detektiert werden können. Nikiskov, Seon, Makeev und Shonkwiler führen in [10] ähnliche Messungen an UD Carbon-Epoxy-Kompositen durch und können alle drei Stadien der Rissentstehung bis hin zum Bruch charakterisieren. Zusätzlich können die Messdaten durch den Vergleich mit FEM-Simulationen verifiziert werden.

Weiterführende Arbeiten wie [11] beschäftigen sich mit der Kombination von simulierten Messungen zum Bruchverhalten von FVK mit Ergebnissen aus 4D-Röntgen-Messungen. Eine Korrelation zwischen Simulation und 4D-Röntgenmessungen kann erreicht werden. In vielen Arbeiten wird der Effekt der Relaxation bzw. des Kriechens bei unterbrochenen In-Situ-Messungen genannt, aber nicht betrachtet, da das Augenmerk auf dem Bruchverhalten lag. Dynamische Prozesse zwischen den Laststufen wurden nicht gesondert geprüft. Dies ist Ausgangspunkt für meine Arbeit. Es wird getestet, ob Relaxationsprozesse mittels In-Situ-CT charakterisiert werden können, da diese einen entscheidenden Einfluss auf das Werkstoffverhalten von FVK-Materialien unter Last haben.

# Kapitel 2

## Theoretische Grundlagen

Die Nachfrage an faserverstärkten Kunststoffen (FVK) hat im Zuge des steigenden Interesses an Leichtbaustrukturen einen enormen Sprung gemacht. Dahingehend wurden Fertigungstechniken entwickelt und optimiert. Die Additive Fertigung (AM, engl. Additive Manufacturing) von Bauteilen gilt als vielversprechendste Entwicklung. Dabei spielt die Qualitätskontrolle durch z.B. zerstörungsfreie Werkstoffprüfung eine große Rolle. Gerade bei FVK sind Lage und Orientierung der Fasern für die mechanischen Eigenschaften entscheidend. Im Fertigungsprozess können Fehler auftreten, die zum Versagen des Bauteils unter Last führen. Die Computertomographie stellt eine effiziente Methode dar, ein dreidimensionales Bild von der inneren Struktur zu erhalten.

Die Bestimmung von mechanischen Kennwerten ist für die Konstruktion entscheidend. Klassische zerstörende Prüfverfahren wie Zug-, Druck-, Torsion-, Drei-Punkt-Biegeversuch o.ä. dienen zur Bestimmung von E-Modul, Zugfestigkeit usw. Dynamische Prozesse innerhalb des Bauteils werden über Kriech- oder Relaxationsversuche betrachtet. Eine Kombination von zerstörenden Prüfverfahren mit z.B. Röntgen-CT bietet die Möglichkeit, tiefer gehende Zusammenhängen der mechanischen Eigenschaften zu generieren.

In den nachfolgenden Kapiteln werden kurz die wichtigsten Punkte zur Additiven Fertigung, der Prüfung von FVK-Materialien und der Computertomographie erläutert.

### 2.1 Additive Fertigung von FVK

Die Additive Fertigung ist nach DIN 858 als urformendes Verfahren deklariert [12]. Der Begriff beschreibt eine Gruppe von Fertigungsverfahren, die ein dreidimensionales Bauteil schichtweise aus einem formlosen (Pulver, Flüssigkeit) oder formneutralen (Filament) Material erzeugt. Das entscheidende Merkmal ist dabei der schichtweise Aufbau des Bauteils. Dies unterscheidet die Additive Fertigung von subtraktiven Verfahren wie Fräsen, Drehen oder von Gießverfahren. Die Form des entstehenden dreidimensionalen Bauteils wird hierbei, ähnlich dem Prozess beim CNC-Fräsen, aus einem 3D-CAD-Modell generiert. Durch geeignete Zustellung der Materialzufuhr ist es dadurch möglich beliebig komplexe, dreidimensionale Bauteile durch eine Abfolge einfacher zweidimensionaler Prozessschritte zu erzeugen [13]. Wichtig zu erwähnen ist, dass die einzelnen Prozessschritte unabhängig vom vorherigen bzw. nachfolgenden

Schritt sind. Dies bedeutet, dass die Fertigungszeit nicht von der Komplexität des Bauteils abhängt, sondern alleine von der Bauteilgröße bestimmt wird.

Ein weiterer Vorteil der AM sind die vergleichsweise geringen Produktionskosten. Für die Herstellung eines Bauteils sind keine Werkzeuge oder Formen notwendig. Ausreichend ist die Erstellung eines CAD-Modells. Dazu kommen die verhältnismäßig geringen Anschaffungskosten für Anlagen. Dies macht die AM gerade im Bereich des Prototypings sehr interessant, da die Stückkosten sowohl unabhängig von der gefertigten Stückzahl sind, als auch losgelöst von der geometrischen Komplexität ("Complexity for Free"[13]). Erst größere Stückzahlen würden konventionelle Fertigungsverfahren lukrativer werden lassen, da bei konstantem Materialeinsatz bei der AM die Stückkosten bei höherer Stückzahl nicht weiter sinken würden.

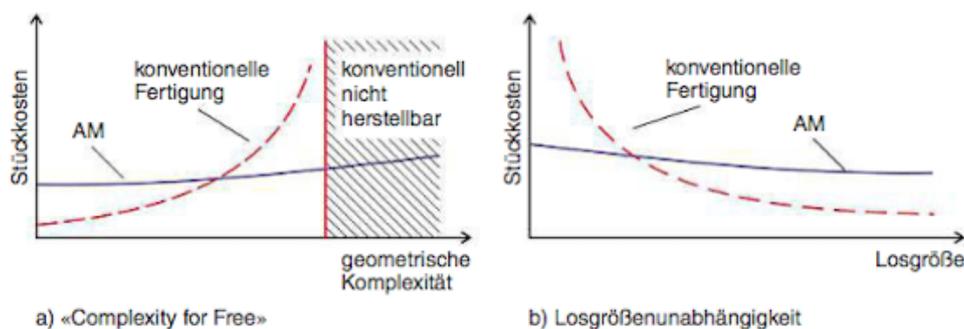


Abbildung 2.1: Stückkostenvergleich als Funktion der geometrischen Komplexität bzw. Losgröße [13]

Die Additive Fertigung vereinigt zwei essentielle Merkmale, die sie vom Begriff des „3D-Drucks“ abgrenzt: die Herstellung von Bauteilen durch Hinzufügen von Material und die Anwendung als industrielles Fertigungsverfahren. Unterteilen lässt sie sich in drei Klassen:

1. Materialextusion
2. Materialjetting
3. Pulverbettssmelzen

Unter diese Klassen fallen verschiedene Verfahren wie Fused Deposition Modelling (1), Stereolithographie (2), Photopolymer-Jetting (2), Binder Jetting (2), Laserschmelzen (3) u.v.m.. Das zur Probenherstellung in dieser Arbeit verwendete Fused Deposition Modelling wird im folgenden Abschnitt näher erläutert.

### 2.1.1 Fused Deposition Modelling

Das Fused Deposition Modelling (FDM) ist ein simpler Prozess, um additive Bauteile zu erzeugen. Nach der VDI 3404 [12] wird dieses Verfahren als Strangablegeverfahren bezeichnet, da der Begriff FDM ein Markenname ist.

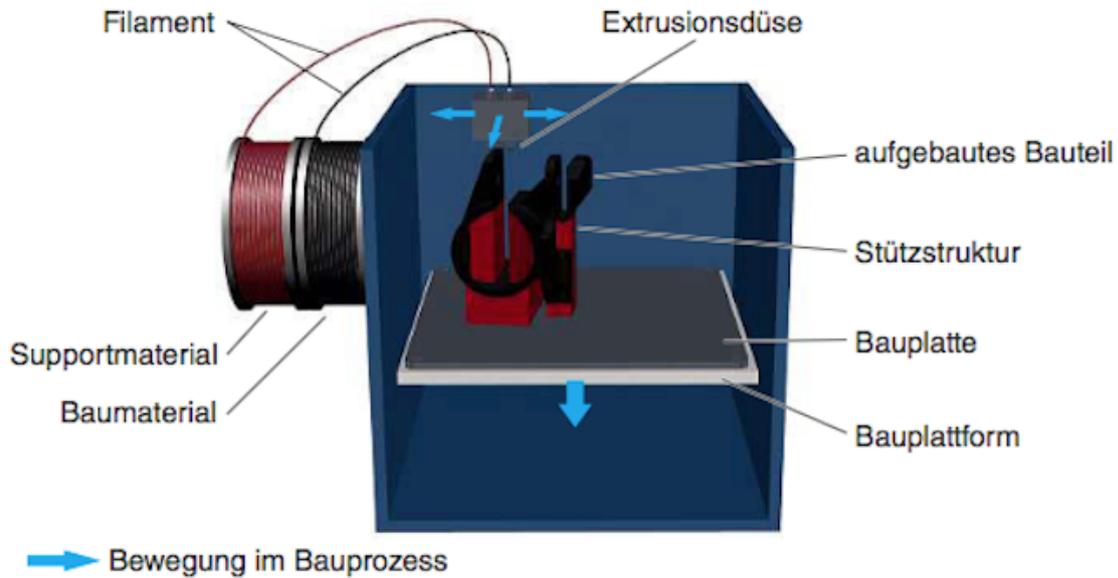


Abbildung 2.2: Prinzipeller Aufbau einer FDM-Anlage [13]

Wie in Abbildung 2.2 zu erkennen, wird das auf Spulen befindliche Filament über Transportrollen in die beheizte Düse befördert. Dort wird das Filament aufgeschmolzen. Es entsteht eine zähflüssige Schmelze, welche über die Düsenöffnung herausgedrückt wird. Dieses Düsensystem befindet sich auf einem in alle Raumrichtungen beweglichen Manipulator (teilweise auch nur in x-y-Richtung beweglich, falls eine höhenverstellbare Bauteilplattform vorhanden ist). Der Manipulator bewegt die Düse über die Bauteilplattform. Zunächst wird pro Schicht die Bauteilkontur als Einzelstrang abgelegt. Im Anschluss wird die innere Struktur über vorher festgelegte Fahrwege abgefahren. Jede Schicht des Bauteils wird durch gezieltes Ablegen des kontinuierlichen Einzelstrangs aufgebaut. Kurze Unterbrechungen des Materialflusses gibt es nur bei Zustellbewegungen oder beim Beginn einer neuen Schicht.

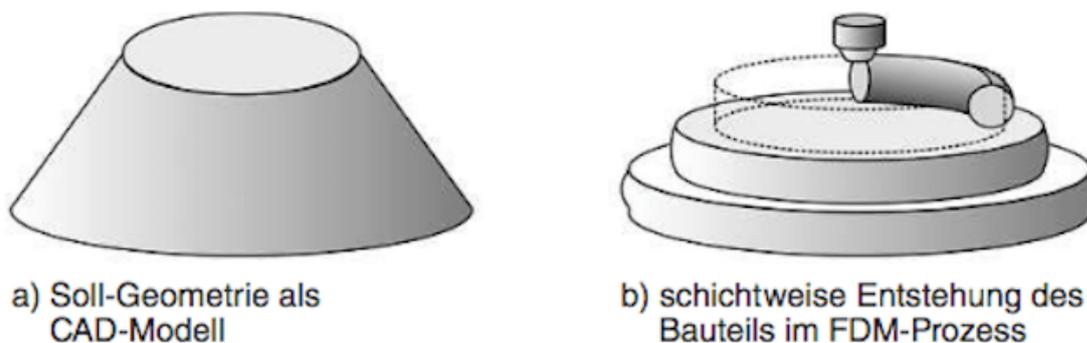


Abbildung 2.3: Treppenstufen-Effekt beim FDM [13]

Die Bauteilplattform ist in den meisten Fällen temperiert, um größere thermische Effekte beim Ablegen der Einzelstränge zu vermeiden. Teilweise ist auch der Bauraum temperiert, um eine bessere Verbindung der Schmelze mit den bereits erzeugten Schichten bzw. Bahnen zu bilden. Durch die Verwendung eines Filaments als Ausgangsrohstoff

für die Fertigung ist diese Technik weitaus „sauberer“ als mit Pulver oder Flüssigkeiten, da es kaum zu Verunreinigungen des Edukts kommt. Zudem ist eine Kombination mehrerer Materialien in einem Prozess möglich.

Bei diesem Prozess lassen sich Einzelschichtdicken von 0,1-0,2 mm abhängig von Material und verwendeter Düse erzeugen. Dies ist im Vergleich zu anderen AM-Verfahren recht dick. Daher kommt es beim FDM zum sogenannten Treppenstufeneffekt an der Oberfläche (Abb. 2.3). Dieser Effekt führt zu unerwünschter Kerbwirkung am Rand des Bauteils. Bei einigen Kunststoffen lässt sich durch eine gezielte chemische Nachbehandlung die Oberfläche korrigieren.

Die mechanischen Eigenschaften von additiv gefertigten Bauteilen unterscheiden sich deutlich von konventionell erzeugten Teilen aus dem selben Grundmaterial. Im Allgemeinen hängt die Festigkeit der Polymere von der Polymerkettenlänge bzw. von der Verschlaufung der Polymerketten und deren Wechselwirkung miteinander ab. Die Struktur von Polymerbauteilen ist meist amorph oder teilkristallin. Beim FDM-Prozess werden jedoch bereits teil-erstarrte Polymerstränge abgelegt. Daher wird durch die Makrostruktur der Stränge schon eine Orientierung der Bauteilstruktur erzeugt. Hinzukommt, dass die Restwärme des nachfolgenden Einzelstrang nur ausreicht, um die Oberfläche des benachbarten Einzelstranges aufzuschmelzen und somit die Kontaktfläche zwischen beiden zu verbinden. Der thermische Gradient zwischen den Strängen bewirkt, dass die Beweglichkeit der Polymerketten nur im Randbereich hoch genug ist, um eine Reaktion oder Verschlaufung zu ermöglichen. Der Wechselwirkungsgrad ist abhängig vom Temperaturgradient, der Polymerstruktur (Molekulargewicht, Wärmekapazität, Glasstemperatur, Vernetzung etc.) und der Geometrie des erzeugten Stranges. Diese Punkte führen zu einer schwachen Verbindung der Einzelstränge im Bauteil und somit zu geringeren Festigkeitskennwerten. Bei der Verwendung von kurzfaserverstärkten Filamenten hat die Faserorientierung im Bauteil zusätzlich Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Abhängig von der Orientierung der Fasern im Filament (muss bekannt sein) kann durch gezielte Druckbewegung die Faserorientierung eingestellt werden.

Bauteile aus FDM weisen eine Anisotropie der mechanischen Eigenschaften auf. In x-y-Richtung (parallel zur Bauplattform) weist das Bauteil deutlich höhere Festigkeit auf als in z-Richtung (Aufbaurichtung). Grund hierfür ist die Ausrichtung der Einzelstränge und der höhere thermische Gradient beim Verbinden der Lagen. Dadurch kann zwischen den Einzellagen nur eine kleinere Kontaktfläche aufgeschmolzen werden als zwischen den Einzelsträngen innerhalb der Schicht. Dies führt zu einer besseren Haftung in der Schicht. Eine Möglichkeit die Anisotropie zu minimieren ist die Erhöhung der Bauraumtemperatur. Dies führt zu einem stärkeren Aufschmelzen der Einzelstränge. Ziel ist es prinzipiell eine möglichst geringe Anisotropie zu erreichen. Dies ist jedoch in z-Richtung schwierig. Eine Möglichkeit wäre es, die Anzahl der Schichten bei gleichzeitiger Reduzierung der Strangdicke zu erhöhen. Innerhalb jeder Einzelschicht kann die Anisotropie mittels durchgehender Stränge, Anpassung des Füllgrades und Auslegung der Druckrichtung in Belastungsrichtung reduziert werden.

### 2.1.2 Materialien

AM-Verfahren sind hauptsächlich auf polymere Grundmaterialien ausgelegt. Hierfür eignen sich vor allem Thermoplaste und Photopolymere. Metalle und andere Materialien machen auf Grund ihrer höheren Verarbeitungstemperaturen nur einen Bruchteil an der weltweiten Produktion aus (vgl. Abb. 2.4).

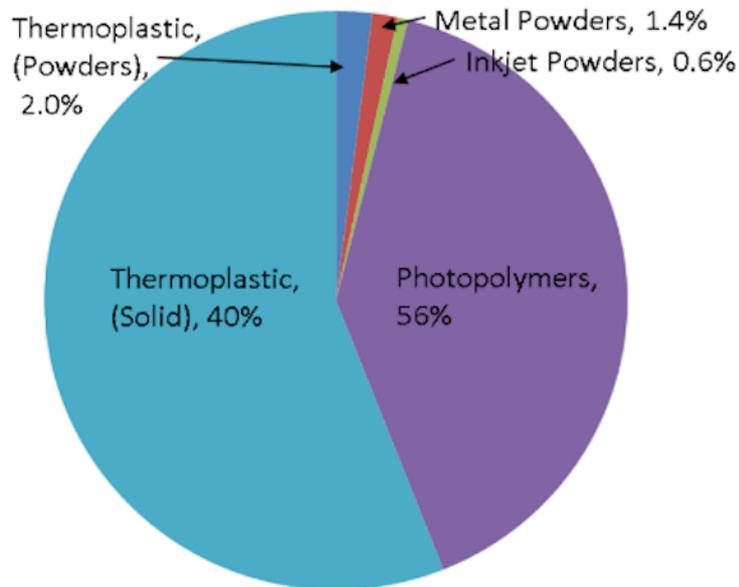


Abbildung 2.4: Anteil der Materialien an der weltweiten Verarbeitung durch additive Fertigung [12]

Neuere Technologien machen es heutzutage möglich Komposite (GFK, CFK, dispergierte Nanomaterialien) über AM-Verfahren herzustellen. Die Möglichkeit Faserpartikel (Kurzfasern) bereits im Filamentmaterial zu integrieren zählt hierbei zu den einfachsten Varianten. Die Kombination von Verfahren zur Erzeugung von Bauteilen aus Fasergeweben/-matten über Harzinjektion ist in Entwicklung. Dieses Themenfeld ist für die Industrie im Bereich des Prototypings für Leichtbaustrukturen interessant.

### 2.1.3 Mechanische Prüfung

Für die mechanische Prüfung von additiv gefertigten Teilen sind noch keine einheitlich festgelegten Standards vorhanden. Das National Institute of Standards and Technology (NIST) hat in einer Veröffentlichung (NISTIR 8059) vom Mai 2015 eine Übersicht der gängigsten Methoden und Vorgehensweisen aufgeführt und bewertet. Es werden Testmethoden wie Zug-, Druck-, Kriech- und Bruchtests erläutert und auf die Schwierigkeiten bei der Anwendung auf AM-Bauteilen analysiert.

Ein Überblick und Bewertung aller Testmethoden ist in der NISTIR 8005 [14] zu finden. Der Fokus dieser Arbeit soll auf Zugversuche gelegt werden. Das NIST orientiert sich hierbei an den Standards, die in der ISO 527-2 bzw. -4 [15] zur Untersuchung von Kunststoffproben unter Zugbeanspruchung festgelegt wurden. In Kapitel 2.2.2 werden diese ausführlich erläutert. Anhand von Dog-Bone oder Flachproben werden mechanische Kennwerte wie E-Modul, Poisson-Zahl, Zugfestigkeit, Bruchdehnung usw. bestimmt.

Das Problem ist, dass weder durch AM-Fertigung entstandene Charakteristika, noch Fasergeometrien in der Norm berücksichtigt werden. Daher sollten diese Normen nur als Grundlage zum standardisierten Vorgehen benutzt werden. Bei der späteren Auswertung sollten material- und fertigungsspezifischen Eigenschaften berücksichtigt werden. Das NIST stuft die Durchführbarkeit von Zugversuchen anhand dieser Normen als "Yes with guidance" (Mit Einschränkung durchführbar) ein.

## 2.2 Mechanische Eigenschaften von FVK

Kunststoffe und Komposite unterscheiden sich in den mechanischen Eigenschaften deutlich von Metallen oder anderen Materialien. Gerade FVK weisen durch ihre Faserstruktur und der spezifischen Faserorientierung eine Anisotropie der Werkstoffeigenschaften auf. Vergleicht man beispielsweise die Zugfestigkeit, so weisen FVK in Faserrichtung deutlich höhere Festigkeitskennwerte auf als senkrecht dazu. Die Verbindung zwischen Faser und Matrix beeinflusst zusätzlich die mechanischen Eigenschaften. Dies wirkt sich auch auf das dynamische und zeitabhängige Verhalten unter Last aus. Das Langzeitverhalten von Werkstoffen beschreibt in diesem Zusammenhang Relaxations- und Kriechprozesse, die über einen Zeitraum  $t$  ablaufen [16].

### 2.2.1 Relaxationsverhalten von Kunststoffen

Festkörper zeigen unter langanhaltender Last verschiedene Verhalten auf. Wenn ein Festkörper nach beliebig langer Lastdauer (unabhängig von der Höhe der Spannung<sup>1</sup>) nach Wegnahme der Last in seine ursprüngliche Form zurück geht, bezeichnet man ihn als elastisch. Linear, ideal elastisches Verhalten fester Körper ist nur in der Theorie zu finden. Dieser Zustand ist auf kleine Spannungen und Verformungen begrenzt.

Als viskos (lat. zähflüssig) bezeichnet man einen Stoff, der bereits unter beliebig kleiner Spannung zu großen, bleibenden Verformungen neigt. Der Werkstoff „fließt“ unter Krafteinwirkung.

Treten bei Belastung viskose und elastische Vorgänge parallel auf, bezeichnet man einen Festkörper als viskoelastisch. Dies bedeutet, dass ein Teil der Spannung sowohl elastisch gespeichert, als auch irreversibel in Verformungsarbeit umgewandelt wird. Bei diesem Verhalten ist zu beachten, dass nicht nur die reinen Spannungs- und Verzerrungsverläufe betrachtet werden können, sondern dass die Dauer (zeitliche Komponente) und Anzahl der vorausgegangenen Belastungsphasen entscheidend ist. Die „Vorgeschichte“ der Lasteinbringung in den Festkörper muss berücksichtigt werden.

Unter andauernder, konstanter Spannung  $\sigma$  nimmt die Dehnung  $\epsilon$  über die Zeit  $t$  zu. Dieses Verhalten bezeichnet man als Kriechen  $\Phi$ .

$$\Phi(t) = \frac{\epsilon(t)}{\sigma(0)} \quad (2.1)$$

Nimmt bei konstanter Dehnung die Spannung über die Zeit ab, so bezeichnet man dies als Relaxation  $\Psi(t)$ .

---

<sup>1</sup>Kraft in Newton N pro Fläche  $mm^2$  (Grundfläche des Körpers)

$$\Psi(t) = \frac{\sigma(t)}{\epsilon(0)} \quad (2.2)$$

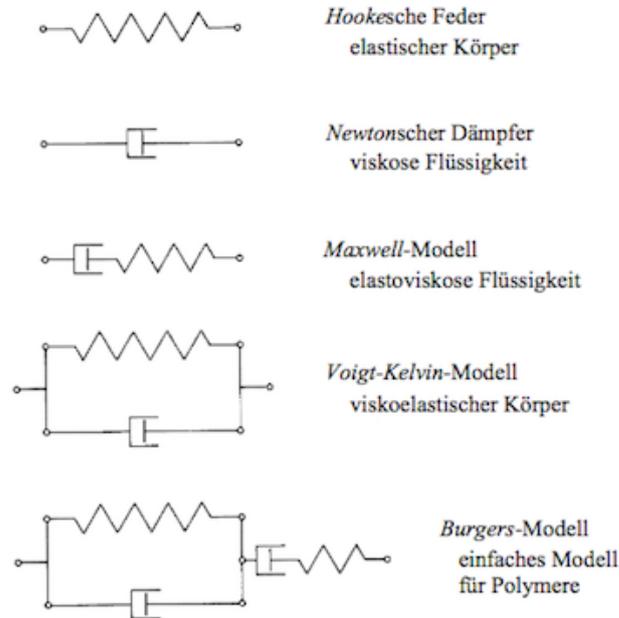


Abbildung 2.5: Rheologische Modelle zur Beschreibung des zeitabhängigen Werkstoffverhaltens [16]

In realen Strukturen finden Kriechen und Relaxation meist gleichzeitig statt und können nur schwer voneinander unterschieden werden.

Das zeitabhängige Werkstoffverhalten lässt sich über mehrere Konzepte beschreiben. Die differentielle Form ist die anschaulichste Variante. Über rheologischen Modelle (Kombination von Modellen aus Dämpfer und Feder; Abb. 2.5) lässt sich z.B. das viskoelastische Verhalten anschaulich beschreiben. Über die dazugehörigen Differentialgleichungen lassen sich Kriech- und Relaxationsfunktionen bestimmen und ineinander umrechnen. Auch die Vorgeschichte kann mit berücksichtigt werden.

Die integrale Form hat den Vorteil, dass sie das Werkstoffverhalten in allgemeiner Form beschreibt. So können Versuchsergebnisse in die Funktion mit eingearbeitet werden. Allgemein basiert die integrale Form auf dem Superpositionsprinzip. Eine vorgegebene Spannungsgeschichte (zeitlicher Spannungsverlauf) führt zu einer Änderung der Verzerrungsgeschichte durch Summation der einzelnen Verzerrungen. Der einachsige Fall lautet [16]:

$$\epsilon(t) = \sum_{i=0}^j \Phi(t - \tau_i) \cdot \Delta\sigma_i \quad (2.3)$$

mit  $\tau_i$  Zeitpunkt im Zeitraum  $t$  und  $\Delta\sigma_i$  Spannungssprung.

Für den Fall infinitesimal kleiner Spannungsänderungen (kontinuierliche Spannungsgeschichte) folgt:

$$\epsilon(t) = \int_0^t \Phi(t - \tau) d\sigma = \int_0^t \Phi(t - \tau) \cdot \frac{\delta\sigma(t)}{\delta\tau} d\tau \quad (2.4)$$

Ist eine Verzerrungsgeschichte vorgegeben, so folgt für den Spannungsverlauf mit z.B. experimentell bestimmten Relaxationsverlauf  $\Psi(t)$ :

$$\sigma(t) = \int_0^t \Psi(t - \tau) d\epsilon = \int_0^t \Psi(t - \tau) \cdot \frac{\delta\epsilon(t)}{\delta\tau} d\tau \quad (2.5)$$

FVK zeigen bei niedrigen Spannungen meist linear viskoelastisches Verhalten. In diesem Sonderfall zeigt das Werkstoffverhalten keine Abhängigkeit der Spannung auf die Beanspruchungszeit. Auch bei linearer Viskoelastizität gilt das Boltzmann'sche Superpositionsprinzip. Die Gesamtreaktionskraft ergibt sich aus der Summe der Teilbelastungen, auch wenn zeitabhängige Einzelwirkungen wie Kriechen vorliegen. Der zeitliche Verlauf der Einzelspannungen wird durch Hinzufügen von Kräften nicht beeinflusst.

Kriech- und Relaxationsvorgänge in FVK führen zu einigen positiven Veränderungen. Thermische Eigenspannungen werden zum Beispiel minimiert. Kräfte werden von der Matrix (zeitabhängiges Verhalten) zu den zeitinvarianten Fasern umgelagert. Außerdem werden lokale Spannungsüberhöhungen z.B. an Kerben minimiert.

Negative Aspekte sind, dass es zum Abbau von Festigkeitswerten kommt, die in Zusammenhang zur Matrix stehen. Der Einfluss der Matrix auf die Festigkeit wird durch den Abbau von thermischen Eigenspannungen kompensiert. Die Reduktion der Steifigkeit kann jedoch bei stabilitätsgefährdenden Strukturen zu einem Festigkeitsverlust führen. Nimmt man eine UD-Schicht oder einen Mehrschichtenverbund, so sind diese meist statisch überbestimmt. Daraus folgt, dass eine Änderung der Steifigkeit auch automatisch zu einer Umlagerung der Kräfte führt. Grund dafür ist die zeitliche Änderung der Schichtsteifigkeit. Nach dem in [16] beschriebenen Modell werden Kräfte in Bereiche mit höherer Steifigkeit umgelagert. In FVK sind dies meist die zeitinvarianten Faserstrukturen. Die Steifigkeit der Matrix ist deutlich geringer als die der Faser. Das Umlagern der Kräfte auf die Fasern führt dazu, dass nach unendlicher Belastungsdauer die Steifigkeit der Matrix gegen Null geht. Dies bedeutet, dass die Fasern die komplette Last aufnehmen. Daher kann für FVK der Spannungszustand auch vereinfacht über die Netztheorie<sup>2</sup> beschrieben werden.

Aus einer gegebenen Spannungsgeschichte gewinnt man die zugehörige zeitliche Verzerrungsgeschichte durch Superposition der einzelnen Spannungsänderungen über die Zeit. Abgeleitet hieraus erhält man das Korrespondenzprinzip. Dies besagt, dass die Lösungsansätze der elastischen Theorie auch im viskoelastischen Fall gültig sind und nur durch einen zeitlichen Faktor ergänzt werden.

---

<sup>2</sup>Annahme, dass die Matrix keine Last mitträgt. Daher ist die Steifigkeit auf Null gesetzt. Dies ist besonders geeignet, um den Endzustand eines Laminats zu bestimmen.

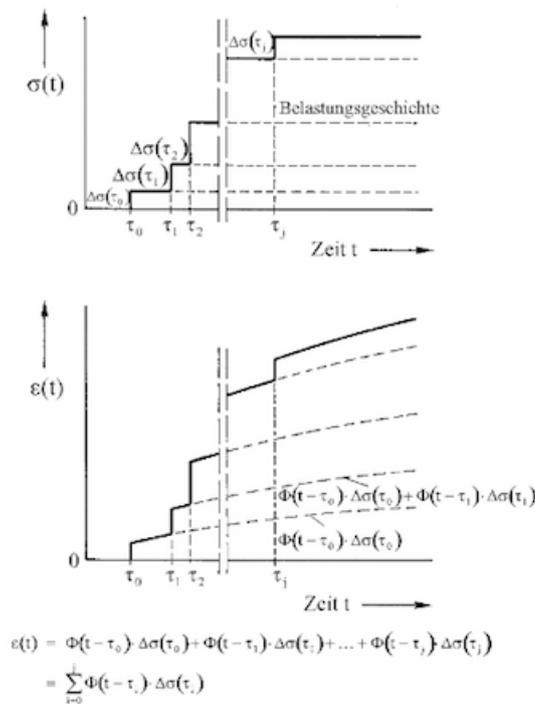


Abbildung 2.6: Boltzmannsches Superpositionsprinzip [16]

### 2.2.2 Zugversuche FVK

Wie bereits in Kapitel 2.1.3 angesprochen bezieht sich die mechanische Prüfung von FVK unter Zugbelastung auf die ISO 527 "Kunststoffe- Bestimmung der Zugeigenschaften" [15]. Obwohl diese Norm auch die Untersuchung von Kompositmaterialien umfasst, dient sie nur als Grundlage zur Auslegung von Zugversuchen an FVK-Proben, da nicht gezielt auf spezifische Eigenschaften wie die Fasergeometrie usw. eingegangen wird.

Grundlegend muss der zu untersuchende Probekörper nach ISO 527-Teil 5 in Abhängigkeit von Material und Herstellungsverfahren so ausgelegt sein, dass die Dehnung unter konstanter Geschwindigkeit entlang seiner größten Hauptachse stattfindet. Der Prüfkörper wird bis zum Einsetzen eines Bruchs oder bis zu einem vorher definierten Wert der Spannung/Dehnung belastet. In ISO 527-Teil 5 ist die Additive Fertigung nicht klassifiziert und muss daher für die Auslegung gesondert beachtet werden.

Die verwendete Zugprüfmaschine muss im Vorfeld auf ihre Eignung hinsichtlich Prüfgeschwindigkeit, Einspannung, Kraftmessung und Längenmessung überprüft werden. Dazu wird die ISO 7500-1 [17] und ISO 9513 [18] als Grundlage genommen.

Um bei Zugversuchen aussagekräftige Ergebnisse zu erhalten, müssen fünf oder mehr unabhängige Prüfdurchgänge an identischen Prüfkörper durchgeführt werden. Die Prüfgeschwindigkeit wird so gewählt, dass es zu einer Dehnung von ca. 1 % pro Minute kommt. Die Anfangsdehnung auf die Probe liegt bei ca.  $\epsilon_0 \leq 0,05 \%$  Die Umgebungstemperatur muss konstant gehalten werden und einen Wert von  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$  nicht überschreiten. Die Probekörper und die Prüfmaschine müssen sich eine ausreichende Zeit im selben Prüfklima (Temperatur und Luftfeuchtigkeit) befinden, bevor der Versuch gestartet wird. Aus dem resultierenden Spannungs-Dehnungs-Diagramm (vgl. Abb. 2.7)

können nun die mechanischen Kennwerte abgelesen bzw. berechnet werden. Aus den mindestens fünf Einzelmessungen muss dann ein Mittelwert gebildet werden.

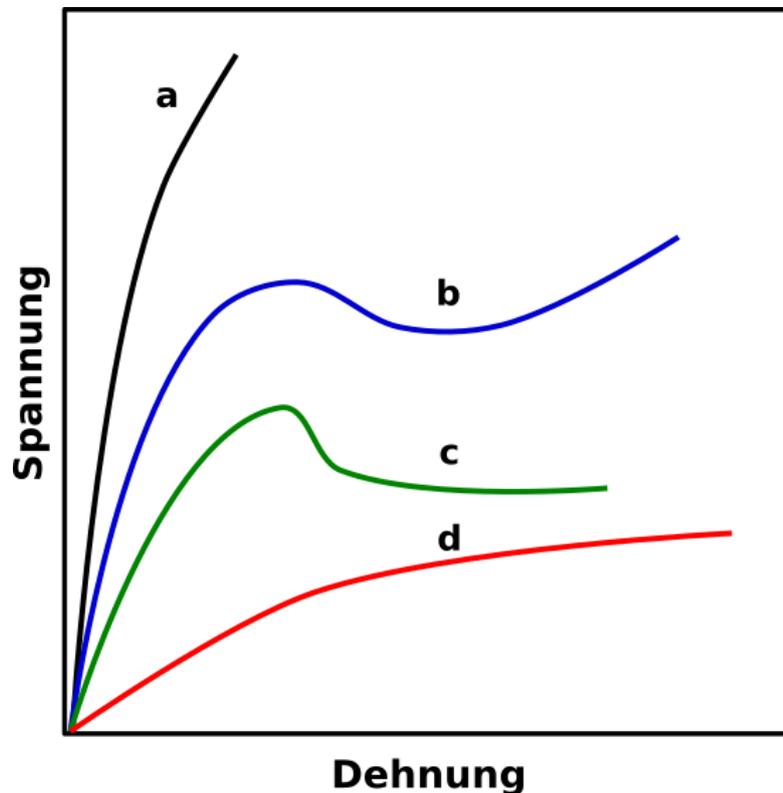


Abbildung 2.7: Allgemeines Spannungs-Dehnungs-Diagramm für verschiedene Werkstoffe nach ISO 527-1 [15]; (a) spröder Werkstoff, (b) und (c) dehnbare Werkstoffe mit Streckpunkt, (d) weicher, elastischer Werkstoff ohne Streckgrenze

## 2.3 Grundlagen Röntgentechnik

Die Röntgen-Computertomographie ist eine 3-dimensionale Untersuchungsmethode zur hochauflösenden und berührungslosen Charakterisierung der inneren Werkstoffstruktur. Das Prinzip basiert auf der Absorption von Röntgenstrahlung in Materie unterschiedlicher Dichte. Aus einer Serie von Durchstrahlungsbildern aus verschiedenen Winkeln wird mittels geeigneter Rekonstruktionsalgorithmen ein 3D-Volumenbild erzeugt. Dies ermöglicht die Charakterisierung von Defekten, Einschlüssen, Herstellungsfehlern oder, im Falle von FVK, von Delaminationen und Faserbrüchen.

### 2.3.1 Röntgenprüfung von FVK

Bei der Röntgen-CT wird die Intensität der Strahlung nach Durchgang durch das Objekt detektiert. Die detektierte Intensität ist abhängig von der Dicke und dem Absorptionskoeffizient des untersuchten Materials. Beschrieben wird dieser Zusammenhang durch das Lambert Beer'sche Gesetz:

$$I(Z) = I_0 e^{-\mu d} \quad (2.6)$$

mit  $I_0$  Anfangsintensität,  $d$  Dicke,  $\mu$  Absorptionskoeffizient.

Generell bestimmt der Kontrast zwischen Faser, Matrix und Fehlern die Güte einer Messung an FVK. Der Absorptionskoeffizienten  $\mu$  der Bestandteile ist entscheidend. Dieser wird beschrieben über

$$\mu(x, y, z) = K \rho \frac{Z^4}{E^3} \quad (2.7)$$

mit  $Z$  Atomnummer,  $K$  Konstante,  $\rho$  Dichte,  $E$  Elektronenenergie.

Ein kleines  $Z$  bewirkt, dass die Röntgenabsorption niedrig ist. Kompositwerkstoffe weisen eine niedrige Atommasse auf. Daher können auch recht dicke Bauteile durchstrahlt werden. Gleichzeitig bedeutet eine kleine Differenz der Atommassen zwischen Faser und Matrix, einen Kontrastverlust in der Röntgenprüfung.

Um Ansätze zur Kontrastoptimierung zu verstehen, muss das prinzipielle Vorgehen bei einer CT-Messung betrachtet werden.

Das Objekt befindet sich zwischen Quelle und Detektor (Abb. 2.8). Die durch das Objekt geschwächte Röntgenstrahlung wird auf dem Detektor aufgefangen und als Grauwertbild ausgelesen.

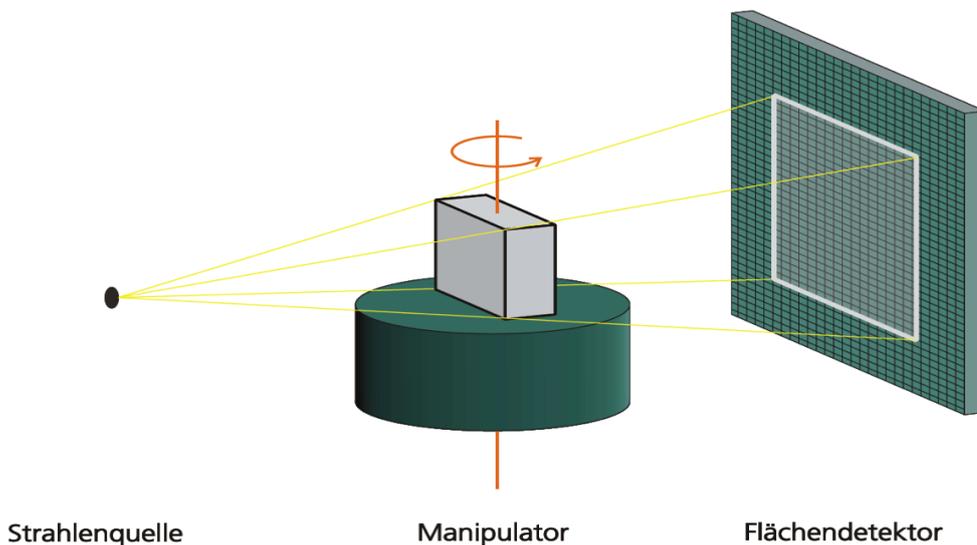


Abbildung 2.8: Prinzipieller Aufbau einer CT-Anlage; Kegelstrahlgeometrie der Röntgenquelle [19]

Durch schrittweise Rotation des Objektes wird eine Bildsequenz erzeugt. Die Belichtungszeit pro Projektion liegt bei einigen Sekunden. Meist werden mehrere Bilder für eine Projektion gemittelt, um ein rauschfreies Bild und damit einen besseren Kontrast zu erzielen. Dargestellt werden die Projektionen über Graustufen. Dies bedeutet, dass abhängig von der Intensität der am Detektor ankommenden Strahlung der einzelne Pixel einen bestimmten Grauwert aufweist. Durch Anpassen der Energie der Strahlung,

der Anzahl der Projektionen, der Belichtungszeit und der Anzahl der Mittelungen, kann der Kontrast verbessert werden. Aus den 2-dimensionalen Detektorbildern wird im Anschluss über einen Rekonstruktionsalgorithmus ein 3D-Volumen erstellt.

Der Kontrast hat erheblichen Einfluss auf die erreichbare Auflösung. Die Auflösung bestimmt die Detailgröße, die im Objekt detektiert werden kann. Die Auflösung liegt in etwa bei zwei- bis dreimal der erzielten Pixelgröße. Primär wird die Auflösung durch den Abstand zwischen Quelle und Objekt bestimmt. Auf Grund der Kegelstrahlgeometrie der Quelle nimmt die Auflösung zu, je näher sich das Objekt an der Quelle befindet. Wird angenommen, dass der typische Faserdiameter für GFK-Werkstoffe bei 25-30  $\mu\text{m}$  liegt, folgt daraus eine Pixelgröße von mindestens 10  $\mu\text{m}$ . Ist der Kontrast zwischen den einzelnen Bestandteilen gering, nimmt die Auflösung ab. Dies kann durch eine Verkleinerung der Pixelgröße korrigiert werden. Limitiert wird dies durch die Anlagengeometrie und den Brennfleck der Röhre. Daher führt eine Verbesserung des Kontrasts über Anpassung von Belichtungszeit und Strahlenergie (Spannung der Röhre) eher zur Verbesserung der Auflösung.

### 2.3.2 In-Situ Prüfung

Um mögliche Schädigungsmechanismen (Initiierung, Propagation, Bruch) oder dynamische Prozesse wie Kriechen oder Relaxation zerstörungsfrei als Funktion der Zeit zu detektieren, muss eine Serie von 3D-CT's angefertigt werden (Abb. 2.9). Eine Möglichkeit sind kontinuierliche Aufnahmen, bei denen der Lastversuch ununterbrochen abläuft und währenddessen multiple CT-Scans durchgeführt werden. Dies kann nur realisiert werden, wenn extrem kurze Messzeiten für die CT vorliegen (Synchrotron-Versuche)[20]. Eine weitere Möglichkeit sind Zeitraffer-Aufnahmen (mehrere aufeinanderfolgende CT-Scans bei unterbrochener Zugprüfung). Hierbei wird eine definierte Last aufgebracht und eine CT angefertigt. Im Anschluss wird auf die nächste Laststufe verfahren und erneut gemessen. Zeitraffer-Aufnahmen können sowohl In-Situ, als auch Ex-Situ durchgeführt werden.

Bei In-Situ-Messungen verbleibt die Probe die gesamte Zeit in der Zugprüfmaschine. Die Messapparatur befindet sich in der CT-Anlage. Bei Ex-Situ-Messungen wird die Probe nach jeder Laststufe aus der Zugprüfmaschine entfernt und tomografiert. Für beide Varianten muss die Notwendigkeit vorliegen, dass alle zu untersuchenden Mechanismen an einer einzigen Probe charakterisierbar sind. Statistische Messungen finden nur zur Validierung der Ergebnisse statt, nicht aber um einen bestimmten Mechanismus zu analysieren. Herstellungsfehler bei Kompositen sind individuell und nicht zwangsläufig bei allen Proben gleich. Daher können Einflüsse auf die Schädigungsmechanismen von Probe zu Probe variieren. Bei Kompositen sind In-Situ-Prüfungen zu bevorzugen. Bei Ex-Situ-Versuchen wird die Probe aus der Lasteinheit entfernt, was zu einer Änderung des Zustands der Verformung führt. Eine genaue Charakterisierung des bei einem definierten Lastzustand vorherrschenden Zustands ist dann nur bedingt möglich. Bei In-Situ-Versuchen kann der Lastzustand während der CT aufrecht erhalten werden. Die herkömmliche Vorgehensweise bei einem In-Situ-Versuch ist die unterbrochene CT. Die Messzeiten einer CT lassen nur schwer ununterbrochene Lastversuche zu, da es ansonsten

zu Artefakten durch die Objektbewegung in der Rekonstruktion kommt. Bei unterbrochenen Versuchen kommt es jedoch zur Relaxation innerhalb der Probe. Dieser Effekt wird in vielen Experimenten vernachlässigt und als unproblematisch angesehen. Dies soll als Ansatzpunkt dieser Arbeit dienen, eine Vorgehensweise zu entwickeln, um mittels der In-Situ-CT die Relaxation innerhalb der Probe zu untersuchen und bildlich darzustellen.

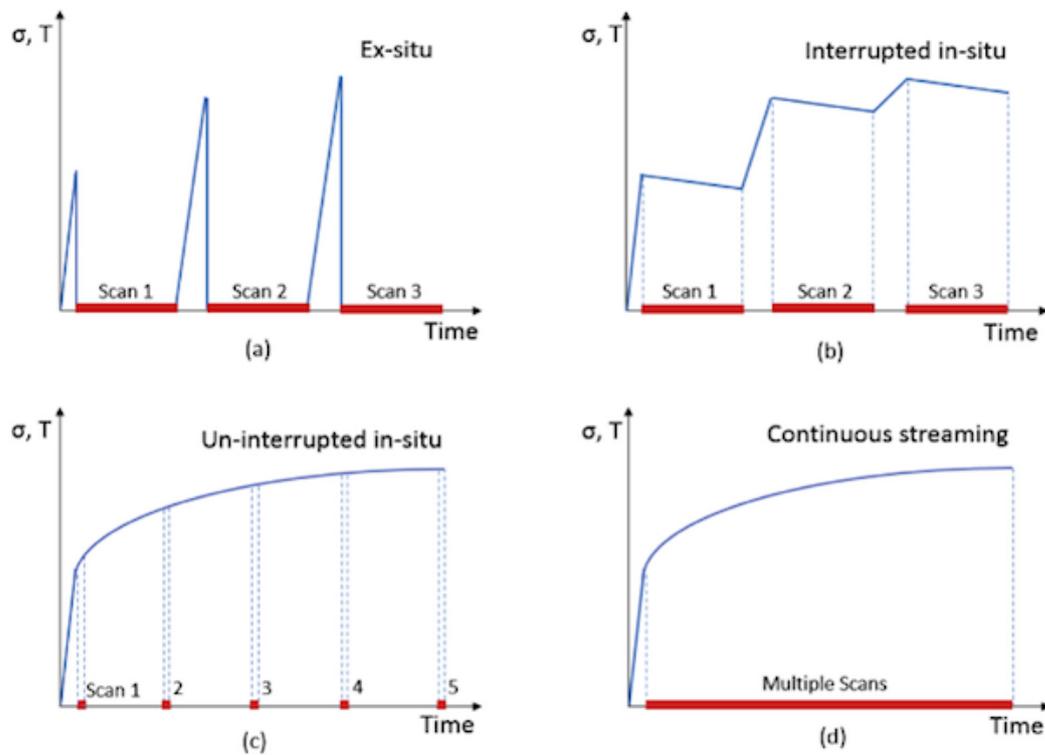


Abbildung 2.9: Varianten der zeitabhängigen Röntgen-CT [20]

# Kapitel 3

## Charakterisierung des Lastprüfsystems

Ziel ist die Charakterisierung des Zugprüfsystems CT-5000N der Firma Deben UK [1], um eine Messung der dreidimensionalen Verschiebungen der GFK-Proben zu gewährleisten. Augenmerk liegt auf der normgerechten Durchführung eines Zugversuchs und der Auslegung dieses Zugprüfsystems. Um Fehlerquellen zu beheben oder für die anschließende Auswertung der Messdaten zu berücksichtigen, müssen diese definiert werden. Störfaktoren mit Einfluss auf das Messergebnis müssen spezifiziert werden. Diese Faktoren werden im Anschluss über geeignete Messverfahren analysiert. Die Charakterisierung wird anhand von Normen durchgeführt. Wenn möglich werden Korrekturgleichungen erstellt.

### 3.1 Einflussgrößen auf die Messung

Über eine FMEA (Fehlermöglichkeits- und -einflussanalyse) werden Einflussgrößen aufgestellt und nach ihrer Wichtigkeit kategorisiert. Mittels Normen und Prüfvorschriften werden Untersuchungsmethoden für die einzelnen Punkte erstellt. Um mögliche Fehlerquellen zu definieren, muss zunächst der Aufbau der Zugprüfmaschine (Abb. 3.2-3.1) untersucht werden.

In Abb. 3.1 ist der Aufbau skizziert. Die Krafteinleitung auf die Probe findet über eine Verfahreinheit statt, die sich im Boden der Lastprüfmaschine befindet. Diese besteht aus einem Drehmotor, der ein Zahnrad antreibt. Über eine Spindel wird die untere Einspannung verfahren. Je nach Richtung werden Druck- oder Zugkräfte aufgebracht. An dem Drehmotor befindet sich ein Winkelencoder, der den Verfahrweg erfasst. Die Genauigkeit des Systems liegt nach Herstellerangaben bei  $1 \mu\text{m}$ .

Zwischen der unteren Einspannung und der Spindel ist eine Kraftmessdose (Abb. 3.4) eingebaut, die die Krafteinleitung auf die Probe misst. Die zylindrische Kraftmessdose befindet sich in einem Gestell, das über vier Schrauben an der Spindel befestigt ist. Die Kraftmessdose ist im Inneren des Gestells mit zwei Muttern an der Ober- bzw. Unterseite fixiert.

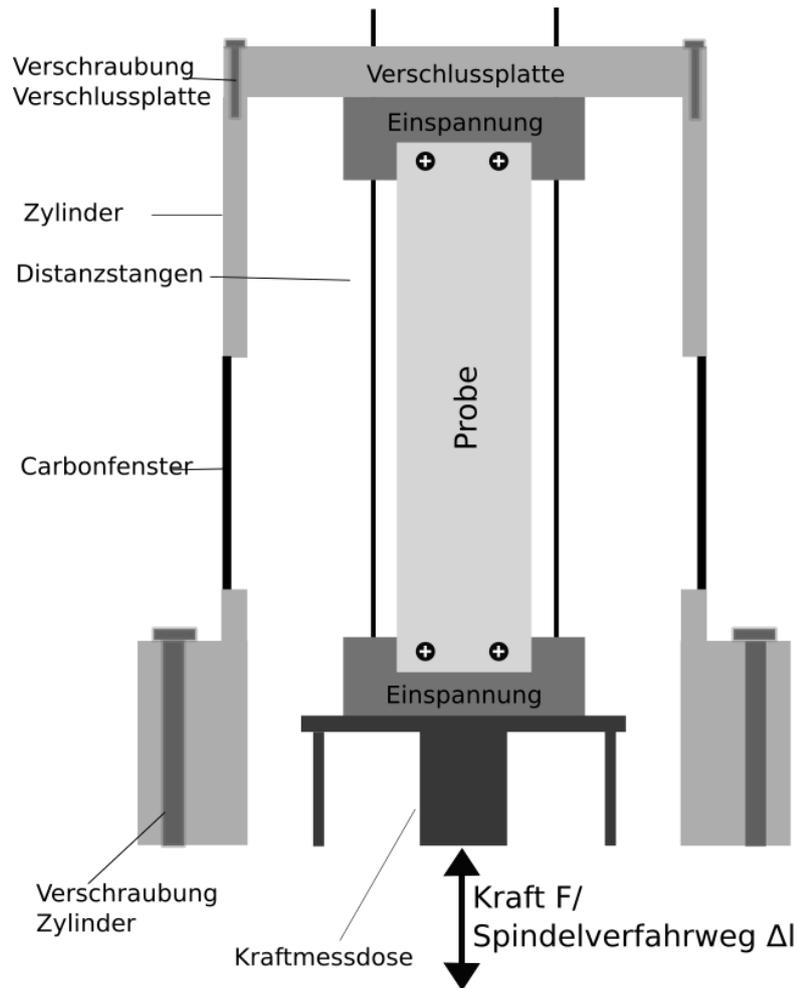


Abbildung 3.1: Skizze Zugmaschine

	Höhe Zylinder	Ø Zylinder	Höhe Unterbau	Ø Unterbau	Höhe insgesamt
<b>Kleiner Zylinder</b>	22 cm	6 cm	7,5 cm	12 cm	28 cm
<b>Großer Zylinder</b>	27 cm	6 cm	7,5 cm	12 cm	33 cm

Tabelle 3.1: Maße der Zugprüfmaschine

Zur Probeneinspannung werden zwei Schrauben und zwei Bolzen verwendet, die über eine Klemmplatte die Fixierung bewirken. Der obere Stempel wird über eine Verschlussplatte auf den Zylinder geschraubt. Zur Fixierung der Probe beim Einbau werden zwei Distanzstangen verwendet, die bei einer Messung entfernt werden.

Über den Messaufbau wird ein Zylinder gestülpt. Dieser besitzt ein Prüffenster aus ca. 3 mm dickem Kohlenstoffglas, dass zur Durchstrahlung bei der CT Messung geeignet ist.



Abbildung 3.2: Zugmaschine Zusammenbau



Abbildung 3.3: Zugmaschine ohne Zylinder

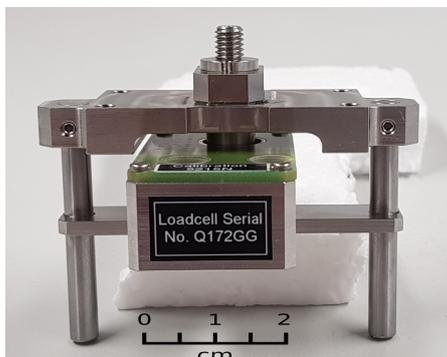


Abbildung 3.4: Kraftmessdose

## Fehlergrößen

Die Fehlergrößen des Zugversuchs können in drei Kategorien unterteilt werden. Wie in Abb. 3.5 zu sehen kann zwischen Zugprüfmaschine, Probe und den Messungen unterschieden werden. Die Priorisierung der Unterkategorien wird numerisch aufsteigend durchgeführt. Die einzelnen Unterkategorien werden im Kapitel 3.2 näher erläutert.

Bei der Zugprüfmaschine gibt es mehrere Faktoren, die das Messergebnis beeinflussen, wie z.B. die Verfahrachse, Spindelfehler, ungenaue Motorsteuerung oder Zahnradfehler, die zu einer nicht exakten Längenänderung führen. Dies beeinflusst auch die Krafteinleitung auf die Probe. Zusätzlich beeinflusst eine fehlerhafte Kraftmessung den Verfahrensweg. Eine sichere Probeneinspannung muss gewährleistet sein, um ein Verrutschen oder Verkappen der Probe zu verhindern. Hierdurch können zusätzliche Zug-, Druck- oder Scher-

kräfte aufgebracht werden. Dabei muss auch die Axialität des Aufbaus beachtet werden. Eine Nulllasteinspannung<sup>1</sup> der Probe ist unerlässlich, um aussagekräftige Messdaten zu erhalten. Außerdem kann eine vorzeitige Krafteinwirkung auf zerbrechliche Proben bereits Schäden vor der Messung hervorrufen.

Die Vorgeschichte (evtl. vorangegangene Belastung durch Bearbeitung o.ä.) und Temperatureinflüsse des Materials müssen bei der Auswertung und Versuchsdurchführung berücksichtigt werden. Temperaturänderungen führen zu Dehnungseffekten in der Probe, die eine Längenänderung und somit weitere Krafteinleitung auf die Probe bewirken.

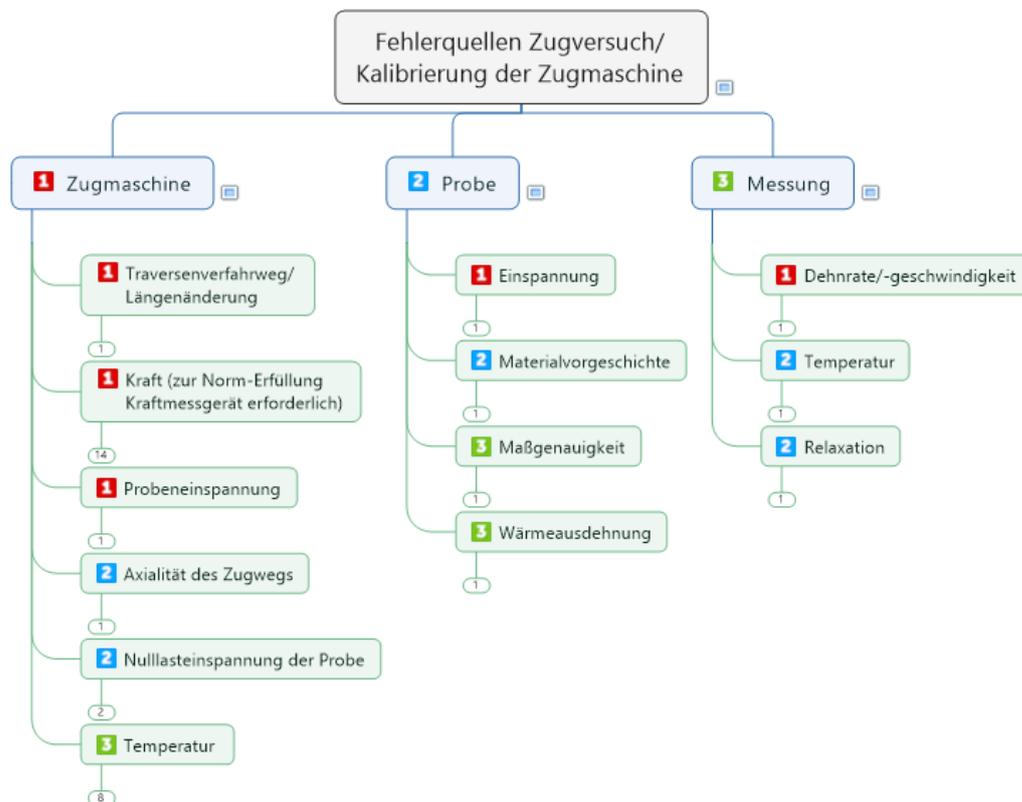


Abbildung 3.5: Konzept zum priorisierten Vorgehen der Charakterisierung

## 3.2 Vorgehensweise

### 3.2.1 Konzepterstellung anhand von ausgewählten Normen

Nach der Definition der Einflussgrößen, können nun geeignete Charakterisierungsmöglichkeiten festgelegt werden. Als Grundlage dienen folgende Normen zur Durchführung und Auslegung eines Zugversuches:

- **DIN EN ISO 6892:2007:** Metallische Werkstoffe- Zugversuch- Prüfverfahren bei Raumtemperatur [21]

<sup>1</sup>Einbau der Probe ohne Aufbringen von Lasten durch die Verschraubung oder Einspannung

- **DIN EN ISO 7500-1:2004:** Metallische Werkstoffe - Prüfung von statischen einachsigen Prüfmaschinen - Teil 1: Zug- und Druckprüfmaschinen - Prüfung und Kalibrierung der Kraftmesseinrichtung [17]
- **DIN EN ISO 9513:2012:** Metallische Werkstoffe - Kalibrierung von Längenänderungs-Messeinrichtungen für die Prüfung mit einachsiger Beanspruchung [18]

Das Augenmerk wird zunächst auf die Charakterisierung der Lastprüfeinrichtung gelegt, da dadurch die meisten entscheidenden Fehlergrößen charakterisiert werden können. Die Messwerterfassung der Zugprüfmaschine findet über den Winkelencoder und die Kraftmessdose statt. Der Schwerpunkt der Charakterisierung liegt daher auf diesen beiden Komponenten.

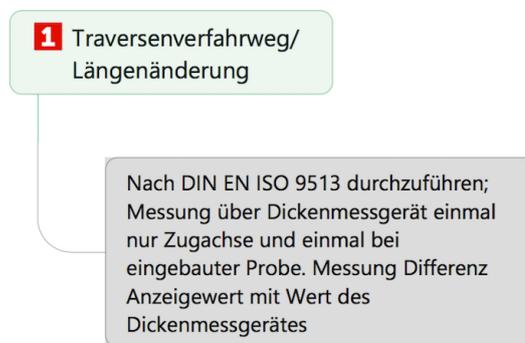


Abbildung 3.6: Vorgehen zur Kontrolle der Längenänderung des Zugmoduls

Nach DIN EN ISO 9513:2012 sollte der Verfahrweg in definierten Intervallen mit definierter Anzahl an Messpunkten vorgenommen werden (siehe Abb. 3.6). Nach der Norm müssen fünf Messpunkte für jeweils  $1\ \mu\text{m}$ ,  $10\ \mu\text{m}$ ,  $100\ \mu\text{m}$  und  $1\text{mm}$  veranschlagt werden. Der Einfluss der Motorengeschwindigkeit ( $0,1\text{-}1\ \text{mm}/\text{min}$ ) muss in diesem Zusammenhang auch untersucht werden. Im Anschluss wird die Messreihe unter Kraftereinwirkung, d.h. bei eingebauter Probe durchgeführt

Die Charakterisierung der Kraftmessdose nach DIN EN ISO 7500-1 sollte über ein Kraftmessgerät oder über Normgewichte durchgeführt werden. Auf Grund der geschlossenen Bauweise des Systems unter Last und der am Boden befindlichen mechanischen Verfahrinheit ist eine Charakterisierung über ein externes Messgerät nicht möglich. Der Hersteller Deben UK gibt eine ausreichende Kalibrierung an, welche zunächst als gegeben angenommen wird. Im späteren Verlauf der Untersuchung wird mit Hilfe einer definierten Referenzprobe eine Rückrechnung über das Hook'sche Gesetz nach Aufnahme eines Kraft-Weg-Diagramms durchgeführt. Darüber kann abgeschätzt werden, ob die Kraft bei definierter Längenänderung und Querschnitt den Literaturwerten entspricht. Auf Grund der Anlagengeometrie muss davon ausgegangen werden, dass durch Kraftereinleitung auf die Probe eine Stauchung des Zylinders des Zugprüfsystems stattfindet (siehe Abb. 3.7). Dies führt zu einer Verfälschung der Dehnungswerte der Probe, da auf Grund der Änderung der Dehnungslänge zusätzliche Spannungen auf die Probe

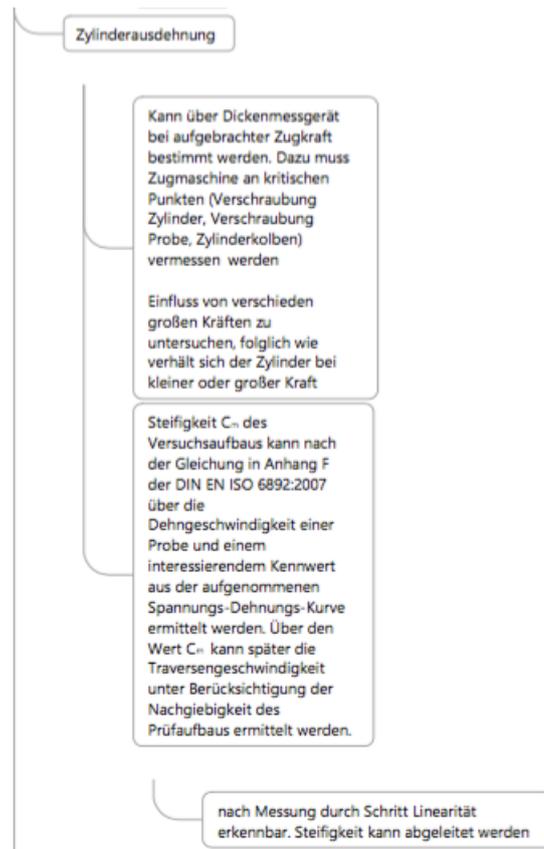


Abbildung 3.7: Vorgehen der Ausdehnung des Zylinders unter Zug

aufgebracht werden. Eine Relaxation des Zylinders ist bei fest anliegender Last möglich (wird jedoch nicht weiter untersucht). Da das Zugprüfsystem über zwei unterschiedlich große Zylinder verfügt, muss die Überprüfung für beide durchgeführt werden.

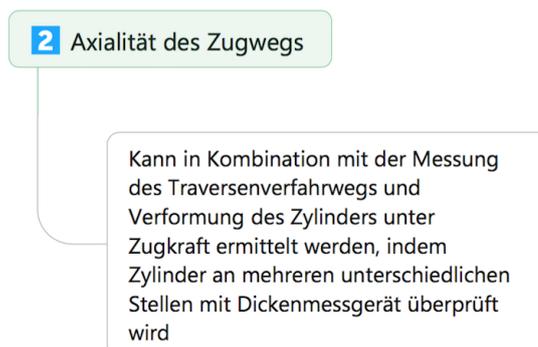


Abbildung 3.8: Überprüfung der Axialität des Zugmoduls

Die Axialität des Messaufbaus kann für die einzelnen Punkte (Kraft-, Wegmessung) in Kombination aufgenommen werden (siehe Abb. 3.8). Dazu muss die Messung jeweils an verschiedenen Punkten der Achse durchgeführt werden.

Temperaturänderungen während Messungen sind kritisch, da auf Grund der spezifischen thermischen Ausdehnung der Probe und des Kohlenstoffglases (thermischer Ausdehnungskoeffizient von  $2,5 \cdot 10^{-6} \frac{1}{K}$ ) zusätzliche Dehnungsänderungen auftreten.

Der Temperatureinfluss auf die Messung muss daher berücksichtigt werden, muss aber nach Norm nicht gesondert überprüft werden. Die Probe und der Messaufbau müssen sich vor Messbeginn eine ausreichend lange Zeit in konstantem Raumklima befinden. Eine Wärmedehnung während der Messung kann somit ausgeschlossen werden. Nach der DIN EN ISO 6892:2007 ist die Messung im Temperaturintervall von 18-30°C durchzuführen.

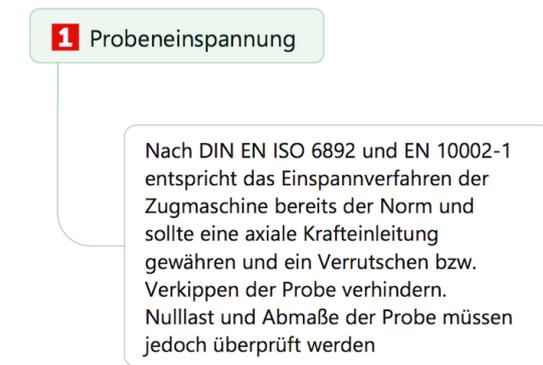


Abbildung 3.9: Überprüfung der Probeneinspannung

Nach DIN EN ISO 6892 entspricht die Probeneinspannung des Lastprüfsystems den Anforderungen, um ein Verrutschen oder Verkippen der Probe zu verhindern (Abb. 3.9). Durch die Einspannung über Bolzen und zusätzliche Verschraubung über eine gezahnte, planparallele Platte an beiden Einspannungen, ist auch die Axialität gewährleistet.

### 3.2.2 Prüfaufbau

Mittels des Messtasters Certo-Messtaster CT 6002 wird die Charakterisierung des Zugprüfsystems durchgeführt. Auf mechanische Stabilität des Prüfaufbaus wird besonderes Augenmerk gelegt. Dadurch können reproduzierbare und stabile Messwerte angenommen werden. Das Raumklima (Temperatur- und Luftfeuchtigkeit) wird kontrolliert. In Abb. 3.10 ist der Messaufbau dargestellt.

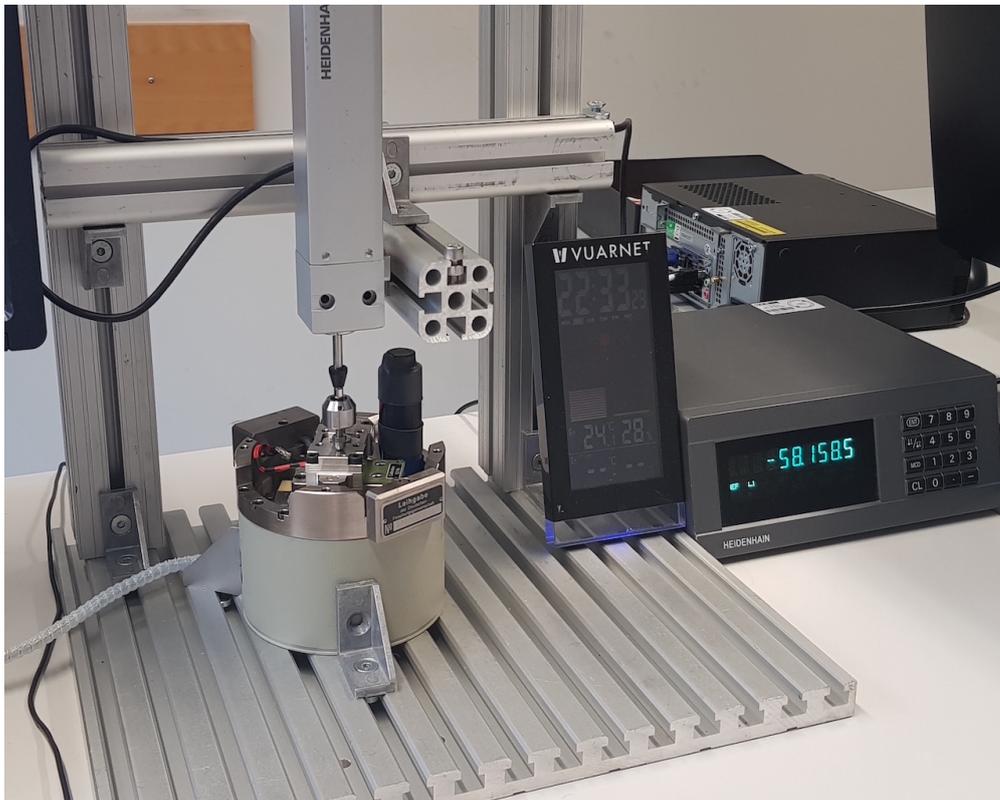


Abbildung 3.10: Messaufbau für die Charakterisierung des Zugprüfsystems

## 3.3 Prüfvorgang und Ergebnisse der Charakterisierung

### 3.3.1 Einspannung der Probe

Der Hersteller Deben UK gibt ein Vorgehen zur Einspannung der Proben vor. Das grundsätzliche Vorgehen des Herstellers sieht wie folgt aus (vgl. hierzu 3.1):

1. Einsetzen der Probe in die Einspannung und Einbringen der Distanzstangen zur Fixierung
2. Messen der Eich-Länge (Abstand oberer zur unterer Einspannung)
3. Verahren der Achse auf Wert ca. 0,5mm kleiner als Gauge-Länge
4. Aufsetzen Zylinder
5. Setze Last im System auf 0 kN

6. Befestigen der 4 inneren Schrauben an Verschlussplatte
7. Verfahren der Achse auf 2 N
8. Befestigen der Verschraubung des Zylinders
9. Löschen Daten im Messprogramm (Clear Data)
10. Entfernen der Halteschrauben

Nach ersten Tests wurde ersichtlich, dass dieses Vorgehen ein unbelastetes Einspannen der Probe nicht gewährleistet. Die Messung der Gauge-Länge ist notwendig, aber zu ungenau. Der dadurch resultierende Abstand von 0,5 mm der oberen Einspannung zur Kante des Zylinders ist zu groß. Bei der Verschraubung mit der Verschlussplatte kann es zum Aufbringen von Spannungen auf die Probe kommen. Gravierender ist das Fehlen eines Vermerks in der Anleitung, die äußeren Schrauben auf der Verschlussplatte zu verschrauben. Sollte zwischen der oberen Einspannung und Oberkante des Zylinders noch Spiel vorliegen, führt das Befestigen dieser Verbindung zu Druck- (Stempel befindet sich über Oberkante) oder Zugspannung (Stempel unterhalb der Oberkante) auf die Probe. Das Befestigen der Zylinderschrauben erst in Punkt 8 kann ebenfalls zu einer zusätzlichen Lastaufbringung auf die Probe führen.

Ein Verfahren der Achse auf 2 N (Punkt 7) ist nicht möglich, da die Systemanzeige bereits um 1-2 N schwankt. Die Problematik des Nullpunktes (Einstellen der von der Kraftmessdose gemessenen Last auf 0 N im System) muss auch kritisch betrachtet werden. Es ist nicht gewährleistet, dass nach diesem Vorgehen die Probe unbelastet ist. Daher ist diese Anleitung zur Probeneinspannung nicht geeignet.

Folgendes Vorgehen hat sich als effizienter erwiesen:

1. Einsetzen der Probe zwischen die Einspannklemmen (inkl. Bolzen) und Einbringen der Halteschrauben zur Fixierung
2. Messen der Eich-Länge (Abstand oberer zur unterer Einspannung)
3. Setzen Systemlast auf 5 N (Gewichtskraft des gesamten oberen Deckel inkl. Deckelplatte)
4. Aufsetzen Zylinder
5. Befestigen der unteren Schrauben des Zylinders
6. Verfahren der Achse auf Wert ca. 0,5 mm größer als Gauge-Länge (Spalt zwischen Deckelplatte und Zylinderrand)
7. Befestigen der Deckelplatte mit den inneren Schrauben
8. Langsames Verfahren der Achse nach unten, um Spalt zu schließen; Kraftanzeige im System beobachten
9. Umkehrpunkt bestimmen, an dem eine Krafterhöhung stattfindet und Punkt vor Lasterhöhung einstellen

10. Befestigen der äußeren Schrauben des Zylinders (Kraft sollte sich bei 0 N einpendeln)
11. Löschen Daten im Messprogramm (Clear Data)
12. Entfernen der Halteschrauben

### 3.3.2 Charakterisierung der Verfahrachse

#### Motorgeschwindigkeit

Im ersten Schritt wird der Einfluss der Motorgeschwindigkeit (0,1, 0,2, 0,5 und 1 mm/min) untersucht. Fehler können in der Regelung des Motors (PID-Parameter<sup>2</sup>) vorliegen oder durch Spindelfehler erzeugt werden. In definierter Schrittweite (Länge des Verfahrwegs) werden alle Motorengeschwindigkeiten getestet und gegeneinander aufgetragen. Alle vier Motorgeschwindigkeiten wurden folgendermaßen untersucht:

- 5 Messpunkte in 0,001 mm Schrittweite
- 5 Messpunkte in 0,01 mm Schrittweite
- 5 Messpunkte in 0,1 mm Schrittweite
- 5 Messpunkte in 1 mm Schrittweite

Die Auftragung in Abb. 3.11 bis 3.13 beschreibt die Differenz zwischen Ist- und Sollwert. In Abb. 3.11 bis 3.13 ist zu erkennen, dass bei 0,5 -1 mm/min Geschwindigkeiten Abweichungen von Ist zu Soll von bis zu  $\pm 20 \mu\text{m}$  auftreten. Außerdem ist zu erkennen, dass bei großer Schrittweite die Ungenauigkeiten und Abweichungen zum Sollwert zunehmen. Bei geringen Schrittweiten sind die Abweichungen für kleine Motorengeschwindigkeiten (0,1, 0,2 mm/min) mit  $\pm 2-3 \mu\text{m}$  nur noch marginal. Grund für dieses Verhalten liegt in der Regelung des Motors. Durch die PID-Regelung (siehe Abb. 3.14) pendelt sich die Ist-Position der Verfahrachse über die Zeit an den Sollwert an. Schnellere Ansteuerung (höhere Motorgeschwindigkeit) bedeutet einen höheren Überschlag bzw. eine höhere Systemträgheit. Dadurch kann der Motor den exakten Wert bei höheren Geschwindigkeiten nur unzureichend genau ansteuern. Trotzdem ist eine Regelabweichung bei höheren Geschwindigkeiten zum Sollwert zu erkennen, da die Messwerte nur unterhalb des Sollwerts liegen. Eine Anpassung der im System hinterlegten PID-Parameter muss überprüft werden. Für diese Versuchsreihe können niedrige Geschwindigkeiten bis 0,2 mm/min verwendet werden. Diese weisen eine ausreichende Genauigkeit auf.

---

<sup>2</sup>Proportional-Integral-Derivat-Regler

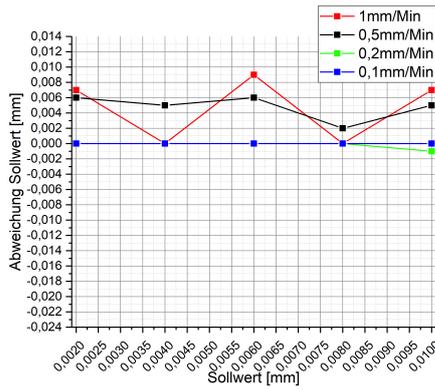


Abbildung 3.11: Differenz des Verfahrenweges; 0,01 mm Steps

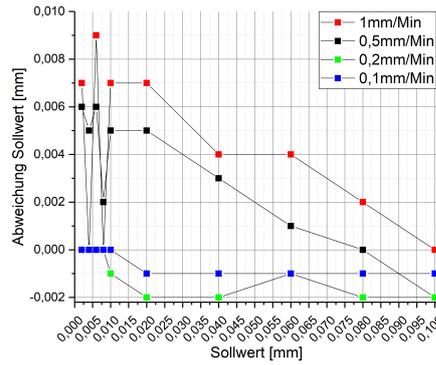


Abbildung 3.12: Differenz des Verfahrenweges; 0,1 mm Steps

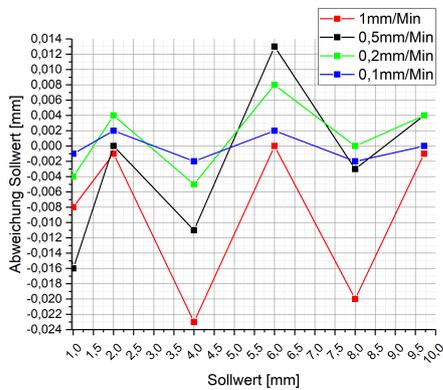


Abbildung 3.13: Differenz des Verfahrenweges; 1 mm Steps

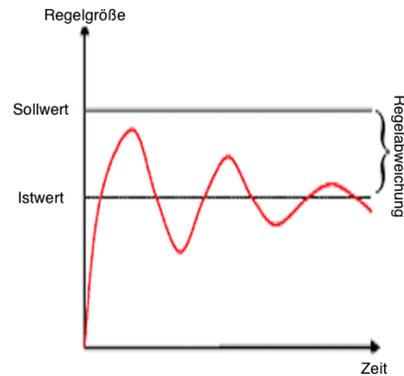


Abbildung 3.14: Prinzip der PID-Regelung mit Regelabweichung

### Längenänderung

Bei der Charakterisierung der Verfahrachse wird von der Norm abgewichen. Eine ausreichende Überprüfung der möglichen Fehler in der Mechanik und der Zustellung ist darüber nicht gewährleistet, da bei großen Schrittweiten (z.B. 1 mm), kleinere lokale Abweichungen in der Zustellung nicht abgebildet werden. Zusätzlich ist durch die Regelcharakteristik bei großen Schrittweiten die Abweichung größer als bei kleinen Weiten. Eine Anpassung der Charakterisierung ist notwendig.

Die Charakterisierungsmethode wurde angepasst und die gesamte Strecke in 0,1 mm Schritten abgetastet. Dabei wurden mehrere Messreihen für die Geschwindigkeiten 0,1 und 0,2 mm/min mit Umkehrspiel durchgeführt. Des Weiteren wurde zusätzlich noch eine Messreihe über 5 mm Verfahrenstrecke in 0,001 mm Steps durchgeführt um auch kleinere Bereiche zu charakterisieren.

Beim Verfahren der Achse können Schäden in der Spindel, Kugelumlauflager der Spindel oder im Zahnrad (Abstand der Zähne, Deformation der Zähne) zu einer unzureichenden Zustellung der Position der Einspannung führen. Zur Auswertung der Messergebnisse,

wird der Wert der Systemanzeige gegen den des Messtasters aufgetragen. Aus der erhaltenen Kurve lassen sich dann Rückschlüsse auf die Stabilität der Verfahrachse ableiten:

1. **Fehler in der Spindel:** Fehler in Graph sollte systematisch bei definierter/fester Position auftauchen
2. **Fehler im Zahnrad:** Fehler in Graph taucht in definierten Intervallen (Umdrehungen des Zahnrades) auf
3. **Unregelmäßiger Fehler:** schwierig Korrektur anzuwenden

Fehler nach 1. oder 2. können über Korrekturgleichungen ausgeglichen werden. Eine stochastische Fehlerquelle lässt sich hingegen kaum korrigieren.

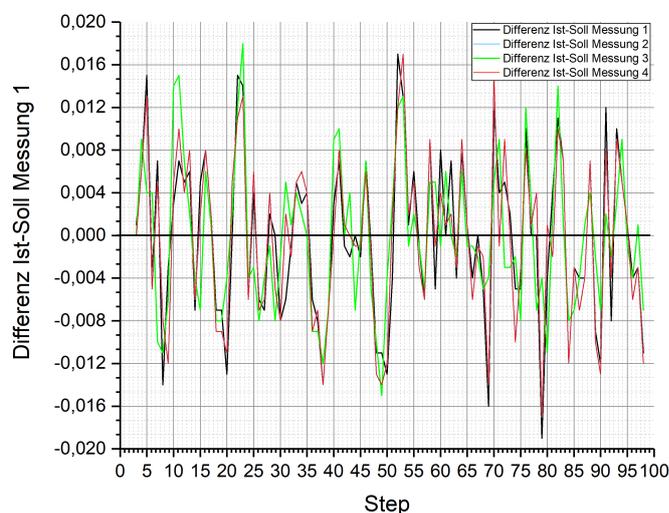


Abbildung 3.15: Differenz der Verfahwege des Lastprüfsystems (Ist) gegenüber dem des Messtasters (Soll); Messung mit 0,1 mm/min Motorgeschwindigkeit und 0,01mm Stepweite

In Abb. 3.15 ist zu erkennen, dass Positionierungsgenauigkeiten der Verfahrachse von bis zu  $\pm 16 \mu\text{m}$  auftreten. Es lässt sich aber auch erkennen, dass diese Peaks in definierten Abständen auftauchen. Dies deutet auf einen Fehler in der Zustellung über das Zahnrad hin. Dagegen spricht jedoch das eine exakte Positionierung von  $\pm 1\text{-}2 \mu\text{m}$  wie in Abb. 3.11 möglich ist. Dies würde der vom Hersteller gegebenen Genauigkeit entsprechen.

Dieser Fehler kann über Änderung der PID-Parameter im System behoben werden. Eine andere Ursache kann der fehlende Einfluss der Lasteinleitung auf die Achse sein. Durch das unbelastete Verfahren kann eine Verkipfung der Achse auftreten. Die durch den Messtaster erfasste Längenänderung kann dadurch vom Systemwert abweichen. Daher ist eine Charakterisierung der Verfahrachse unter Last unerlässlich.

### 3.3.3 Charakterisierung der Verfahrachse unter Last

#### Steifigkeit des Zylinders

Im ersten Schritt wird die Steifigkeit des Zylinders unter Last ermittelt. Eine Stauchung des Zylinders muss bei der Berechnung der Probendehnung berücksichtigt werden.

Zunächst muss die Fläche des Carbonglasfenster ermittelt werden. Da bei einer Maximallast von 5 kN das Stahlgerüst des Zylinders als steif angenommen werden kann, findet eine Stauchung ausschließlich im Carbonglasfenster statt. Von außen betrachtet erstreckt sich die Scheibe über eine Länge von 91 mm beim kleinen bzw. 131 mm beim großen Zylinder. Im Durchstrahlungsbild (Abb.3.16) ist zu sehen, dass nur ein kleiner Bereich als Durchlass dient. Folglich liegt nur in diesem Bereich reines Carbonglas vor. Der andere Teil ist mit dem Stahlgehäuse verklebt und kann daher als steif für den Lastbereich angenommen werden.



Abbildung 3.16: Durchstrahlungsaufnahme der beiden Zylinder zur Bestimmung der Abmessungen

	Länge Fenster	Dicke Fenster	Durchmesser Zylinder	Grundfläche	berechnete Stauung bei 5kN	gemessene Stauchung bei 5kN
<b>Großer Zylinder</b>	61,53 mm	3,25 mm	59,2 mm	529,67 mm <sup>2</sup>	0,035 mm	0,04 mm
<b>Kleiner Zylinder</b>	22,27 mm	2,56 mm	59,7 mm	437,3 mm <sup>2</sup>	0,03 mm	0,035 mm

Tabelle 3.2: Berechnete und gemessene Stauchung beider Zylinder; E-Modul Carbonglas 35 GPa

Über die Durchstrahlung kann die Länge und Dicke des Fensters sehr genau gemessen werden. Dazu wird die untere Kante bzw. der äußere Rand des Fensters genau auf den Zentralstrahl des Röntgenstrahls ausgerichtet. Auf Grund der Kegelstrahlgeometrie des Röntgenstrahls würde es abseits des Zentralstrahls zur Verzerrung des Bildes kommen

und somit keine exakte Längenmessung möglich sein. Die im internen Steuerungsprogramm angezeigte Position des Manipulators wird notiert und danach der Manipulationstisch auf die obere Kante bzw. den inneren Rand verfahren. Anhand der verfahrenen Strecke können nun die Maße errechnet werden. Daraus lässt sich dann im nächsten Schritt die Grundfläche bestimmen. Die Werte für beide Zylinder sind in Tabelle 3.2 aufgelistet.

Im Anschluss wird bei eingebauter Probe eine Last auf den Zylinder ausgeübt. In definierten Laststufen (500 N) wird auf die Probe die Zugspannung erhöht und die Stauchung des Zylinders über den Messtaster betrachtet. Dies wird sowohl für den großen als auch für den kleinen Zylinder durchgeführt. Aus den aufgenommenen Daten des Messtasters ergibt sich, wie in Abb.3.17 und 3.18 zu sehen, für beide einen linearen Anstieg der Stauchung.

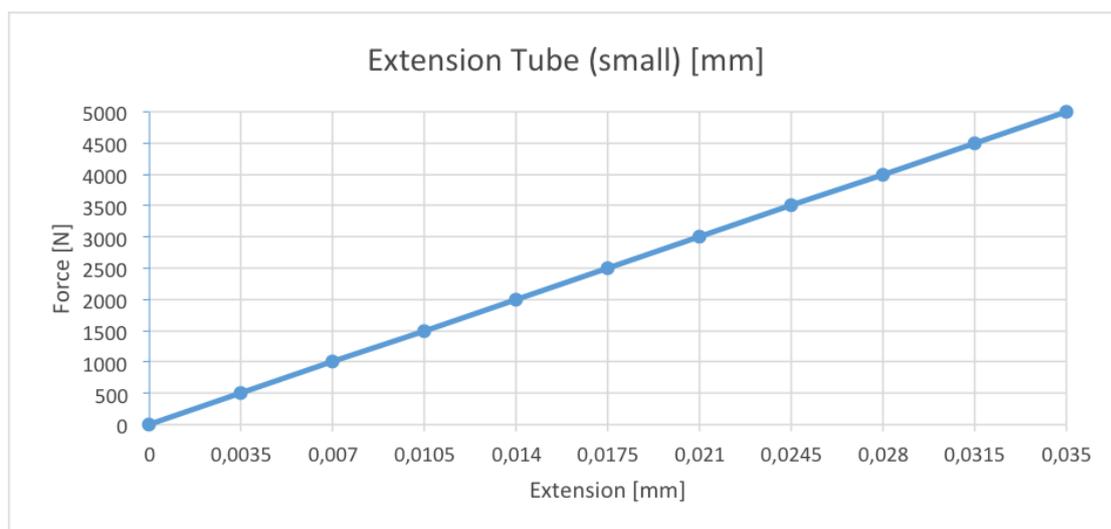


Abbildung 3.17: Ausdehnungsverhalten des kleinen Zylinders

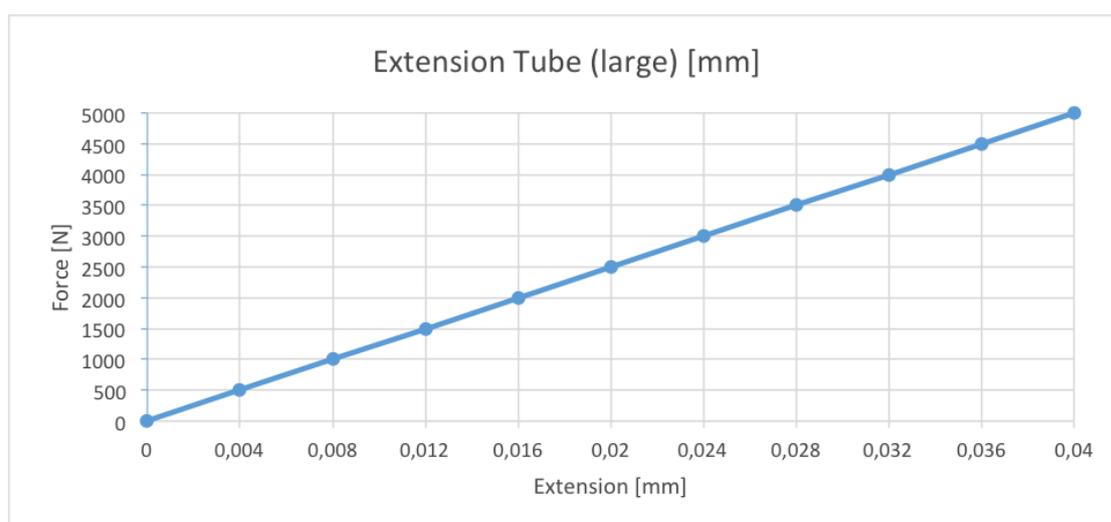


Abbildung 3.18: Ausdehnungsverhalten des großen Zylinders

Vergleicht man die gemessenen Werte mit den errechneten Werten, lässt sich eine kleine Abweichung von jeweils 0,005 mm erkennen. Diese Abweichung ist zum Einen auf

die nicht exakt bekannten mechanischen Kennwerten des Carbonsglas (nur grobe Literaturwerte) und auf den Messfehlern bei der Erfassung der Maße der Carbonsglasscheibe zurückzuführen. Auf Grund der Linearität der Stauchung über die Kraft lässt sich ein Korrekturfaktor bestimmen:

- Kleiner Zylinder:

$$\Delta L_{wahr, klein} = \Delta L_{mess} - F \cdot 7 \cdot 10^{-6} mm/N \quad (3.1)$$

- Großer Zylinder

$$\Delta L_{wahr, groß} = \Delta L_{mess} - F \cdot 8 \cdot 10^{-6} mm/N \quad (3.2)$$

mit  $\Delta L_{wahr}$  tatsächliche Längenänderung;  $\Delta L_{mess}$  Längenänderung nach Systemanzeige; F: Zugkraft.

### Längenänderung der Verfahrachse unter Last

Die Charakterisierung der Verfahrachse unter Last ist auf Grund der geschlossenen Bauweise erschwert. Über eine Verlängerung des Messtasters mit Hilfe eines Drahtes, kann über die Durchgangslöcher an der Verschlussplatte die Bewegung der untere Einspannung vermessen werden (vgl. Abb. 3.19 - 3.22).



Abbildung 3.19: Drahtdurchführung durch Zylinder



Abbildung 3.20: Befestigungsstelle an Messtaster



Abbildung 3.21: Drahtdurchführung seitlich an Probe entlang



Abbildung 3.22: Befestigung des Draht an der Einspannung der Probe

Es muss darauf geachtet werden, dass der Draht nicht zwischen Probe und Zylinder verkantet. Außerdem muss gewährleistet werden, dass die Befestigung des Drahts am Stempel spielfrei ist. Anders als bei der Messung der Achse ohne Last wurde die Vermessung durch definierte Erhöhung der Last durchgeführt. Es werden mehrere Messreihen mit 200 und 500 N Steps über den gesamten Lastbereich der 5 kN Dose durchgeführt. Dokumentiert wurde die Differenz der Längenänderung des Systems und des Messtasters. Startpunkt der Messung war eine Vorspannung der Probe von 500 N.

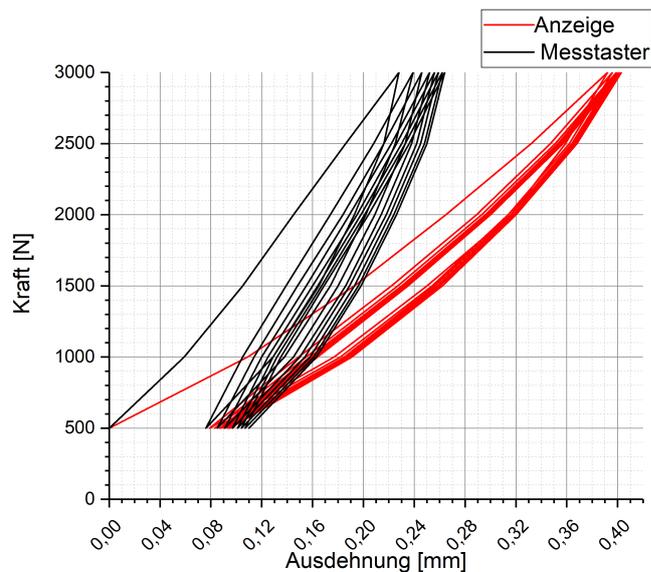


Abbildung 3.23: Differenz des Verfahrenswegs unter Last

In Abb. 3.23 ist erkennbar, dass sich bei den Anzeigewerten der Zugprüfmaschine eine Hysterese einstellt. Beim Messtaster ist eine Driftabweichung zu erkennen, welche auf eine instabile Ankopplung des Messtasters an die Zugvorrichtung hinweist.

Zwischen Systemanzeige und Messtaster liegt eine Diskrepanz von 0,16 mm bei maximaler Last vor. Mögliche Ursachen sind:

1. Fehlerhafte Verfahrachse unter Last

- Spindelfehler
- Fehler in der Motorsteuerung
- Verkippen der unteren Einspannung unter Last
- Nichtaxialität des Zuges

2. Fehler in der Kraftmessung

3. Fehler im Messaufbau

- Verkanten des Drahtes
- Knicken des Drahtes

Um einen fehlerhaften Messaufbau auszuschließen, wird eine röntgenographische Messmethode entwickelt. Zwei planparallele Siliziumcarbid-Stäbchen (Abb. 3.24) werden übereinander gelegt und auf dem unteren Stempel der Probe fixiert. Zwischen den Stäbchen entsteht hierbei ein Spalt mit einer Breite von wenigen  $\mu\text{m}$  (Abb. 3.28). Die Zugprüfmaschine wird mit eingebauter Probe in die CT-Anlage integriert. Der Hubtisch wird so verfahren, dass der Kollimatorspalt den Zentralstrahl der Röntgenquelle erreicht. Diese Position ist dann erreicht, wenn die maximale Röntgenintensität den Kollimatorspalt durchdringt. Nun kann in definierten Laststufen ein Zugversuch durchgeführt werden. Der Verfahrensweg der Zugachse sollte nun dem Weg entsprechen, den die

Hubachse im Anschluss verfahren werden muss um den Kollimatorschlitz wieder auf den Zentralstrahl zu bringen. Die Messunsicherheit liegt im Bereich der Brennfleckgröße von etwa 4-5  $\mu\text{m}$ .

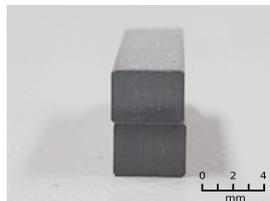


Abbildung 3.24: Siliziumcarbid-Stäbchen

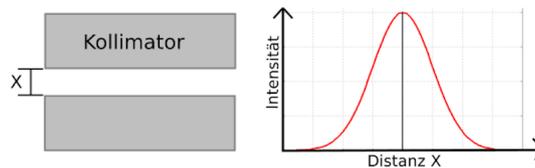


Abbildung 3.25: Kollimatorprinzip

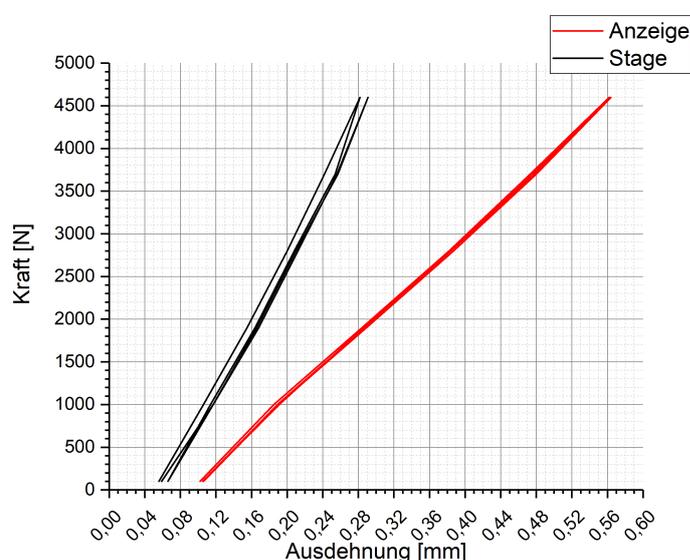


Abbildung 3.26: Differenz der Verfahrachse unter Last über die Kollimator-Methode (5 kN Kraftmessdose)

Wie bei den Messungen mit dem Messtaster wird der gesamte Lastbereich in 500 Steps abgetastet und die Anzeigewerte des Systems mit dem Verfahrweg des Hubtisches verglichen. In Abb.3.26 sind die daraus resultierenden Kurven ersichtlich. Auch hier ist eine deutliche Diskrepanz zwischen den beiden Verfahrwegen ersichtlich. Durch Vergleich der Kurve mit der Messung des Messtasters in Abb.3.23 ist zu erkennen, dass diese fast identisch sind. Die Messung mit dem Messtaster stimmt mit radioskopischen Messungen überein. Die möglichen Ursachen reduzieren sich somit auf:

1. Fehlerhafte Verfahrachse unter Last bei der 5 kN-Messdose
  - Spindelfehler
  - Fehler in der Motorsteuerung
  - Verkippen der unteren Einspannung unter Last
  - Nichtaxialität des Zuges
2. Fehler in der Kraftmessung

Um einen Fehler in der Kraftmessung auszuschließen wurde die 5 kN Messdose ausgetauscht und die Messung mit der 1 kN Messdose wiederholt. Im Ergebnis in Abb. 3.27 ist keine Diskrepanz zwischen den beiden Messreihen erkennbar. Dies weist darauf hin, dass kein Problem mit der Mechanik der Zugprüfmaschine vorliegt, sondern ein Fehler in der 5 kN Messdose. Bei genauer Betrachtung der Messdose wurde ersichtlich, dass eine Mutter an der Halterung locker war (siehe Abb.3.4). Diese lockere Verbindung sorgt für ein Spiel zwischen der Spindel und dem Stempel. Diese Annahme liefert eine Erklärung der Diskrepanz, jedoch wäre kein linearer Kurvenverlauf in Abb. 3.26 zu erwarten. Zunächst wäre eine Längenänderung ohne Kraftanstieg zu erwarten, bis das Spiel in der Verschraubung ausgeglichen ist.

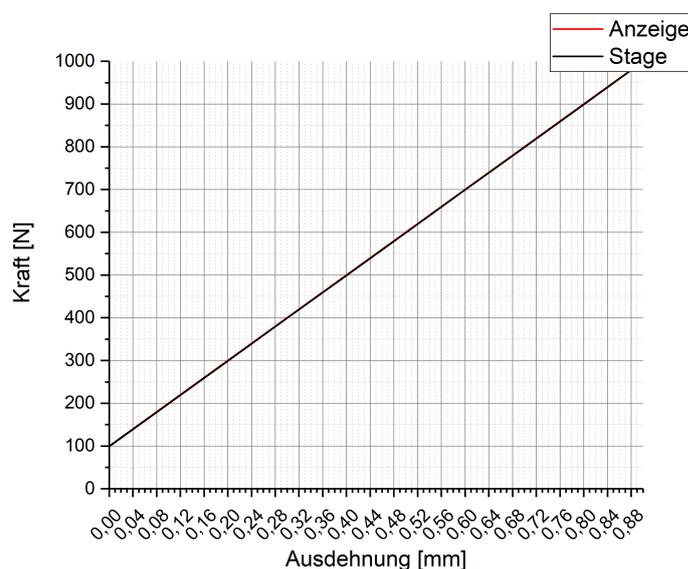


Abbildung 3.27: Differenz der Verfahrenwege unter Last über die Kollimator-Methode (1 kN Kraftmessdose)

Nach Befestigung der lockeren Verbindung wurde die 5 kN Messdose erneut eingebaut und die Kollimatormessung wiederholt.

In Abb. 3.28 ist zu sehen, dass sich nach mehreren Zyklen die Kurven wieder dem Verlauf in Abb. 3.26 annähert. Dies deutet darauf hin, dass die Kraftmessdose selber die Diskrepanz verursacht. Das Befestigen der Mutter sorgt nur kurzzeitig zu einer Versteifung des Systems. Nach weiteren Zugversuchen (Abb. 3.29) stellen sich zwei weitere Effekte im Messergebnis ein:

- Verschiebung der maximalen Dehnung zu höheren Werten
- Knick in der System-Messkurve bei 1000 N

Die Änderung des maximalen Verfahrenwegs könnte aus der Entfestigung der Probe resultieren. Diese wurde bei allen Messungen nicht ausgetauscht. Dagegen spricht, dass sich der maximale Verfahrenweg des Kollimators nicht ändert. Dies deutet darauf hin, dass sich innerhalb der Kraftmessdose eine zusätzliche Dehnung einstellt.

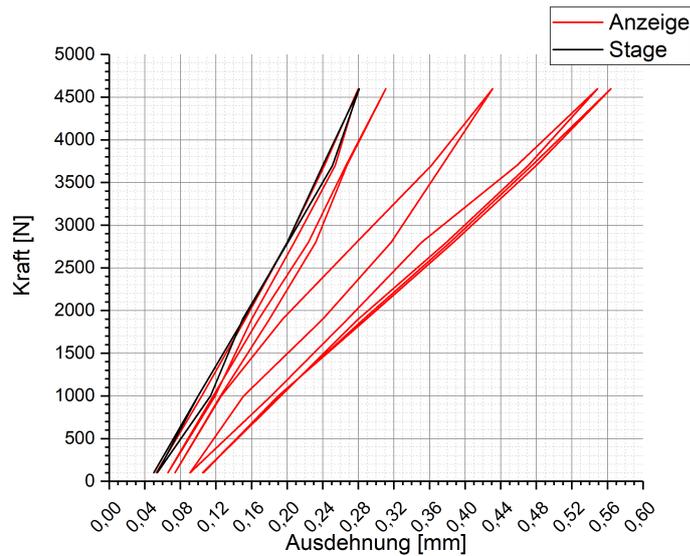


Abbildung 3.28: Differenz der Verfahrswege nach Befestigung der Schraube. Eine Driftbewegung der Verfahrachse ist erkennbar

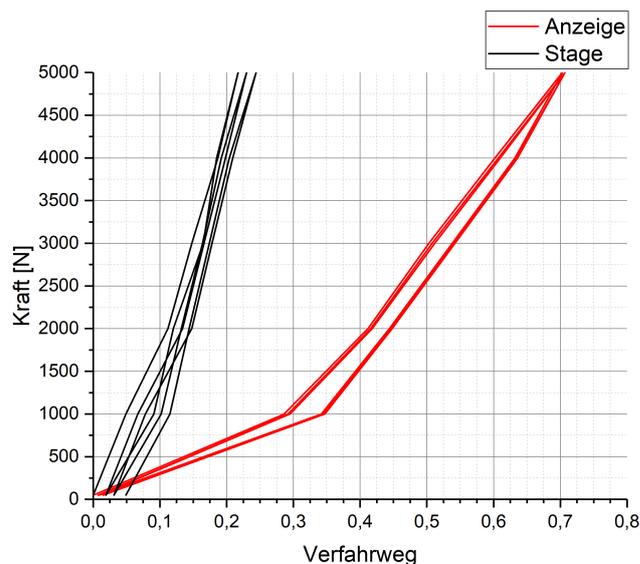


Abbildung 3.29: Messung der Differenz der Verfahrswege nach mehrmaligen Zugversuchen

Dafür spricht auch das Auftreten des Knicks in den Messkurven der Systemanzeige. Dieser Knick deutet darauf hin, dass sich innerhalb des Systems eine Änderung der Federkonstante  $D$  einstellt. Dieser Effekt lässt sich mit einem mechanischen Schaltbild anschaulich beschreiben (siehe Abb. 3.30). Bei Aufbringen einer Last im System wird bei niedriger Last zunächst die Federkonstante  $D_{Kraftmessdose}$  gedehnt. Wird ein Schwellwert der maximalen Dehnung von  $D_{Kraftmessdose}$  erreicht, überwiegt  $D_{Probe}$ . Dieses Verhalten würde auch den Kraft-Weg-Verlauf der Zugprüfmaschine erklären. Mögliche Ursachen sind:

- Spiel in der Verankerung der Kraftmessdose innerhalb der Befestigung  $\rightarrow$  Reibung zwischen Messdose und Gehäuse bewirkt zweite Federkonstante

- Zugfestigkeit des Gehäuses der Kraftmessdose für dauerhafte Last bis 5 kN nicht ausreichend → kontinuierliche Dehnung des Gehäuses
- DMS-Streifen in Kraftmessdose beschädigt

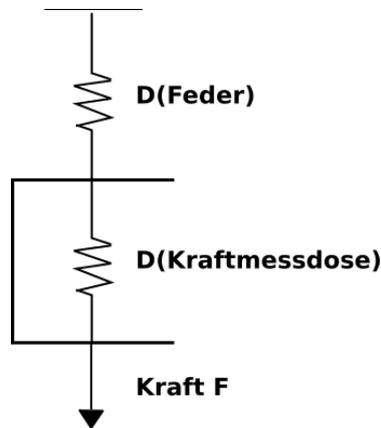


Abbildung 3.30: Mechanisches Ersatzschaltbild des Verhalten unter Last

Aus diesem Grund muss die 5 kN Messdose als fehlerhaft angesehen werden und ist somit für Zugversuche nicht geeignet. Ein Austausch der Kraftmessdose ist unerlässlich. Da sowohl die 500 N, als auch die 1 kN Messdose plausible Ergebnisse liefern, kann nur über einen Vergleich mit einer neuen 5 kN Kraftmessdose verifiziert werden, ob ein anderes Problem bei Maximallast vorliegt.

### 3.3.4 Genauigkeit Kraftmessung

Nach Herstellerangaben ist eine Kalibrierung der Kraftmessdose bereits durchgeführt worden. Fehler in der Kraftmessung führen unweigerlich zu Fehlern in der Längenänderung der Verfahrachse. Unzureichende Kraftmessung führt außerdem zu falschen mechanischen Kennwerten bei der anschließenden Auswertung der Messdaten. Zur Charakterisierung wird mit der 1 kN Kraftmessdose ein Zugversuch an einer PA-Probe durchgeführt. Dabei werden die nach DIN-EN-ISO 527 [15] vorgegebenen Rahmenbedingungen für Zugversuche an Kunststoffen verwendet.

Zunächst wurde die Dehnrage (Geschwindigkeit der Verfahrachse im Verhältnis zur Längenänderung der Probe) bestimmt. Nach [15] sollte die Dehnrage bei 1 %/min liegen. Für eine Probenlänge von 50 mm ergibt sich für 1 % Dehnung pro min eine Motorgeschwindigkeit von 0,5 mm/min. Die errechnete Vorspannung auf die Probe beträgt maximal 100 N und ergibt eine Anfangsdehnung von  $\epsilon_0=0,05$  %. Dies wird als Startpunkt des Zugversuchs definiert.

Der Zugversuch wurde bis zur Maximallast von 1000 N durchgeführt. Das aufgenommene Spannungs-Dehnungsdiagramm ist in Abb. 3.31 zu sehen.

Zur Bestimmung des Zugmoduls muss die Steigung der Gerade zwischen den aufgenommenen Punkten der Spannung für 0,05 % Dehnung und für 0,25 % Dehnung berechnet werden. Mit den ermittelten Wertepaaren kann über folgende Gleichung der Zugmodul bestimmt werden:

$$E = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\epsilon_2 - \epsilon_1} \quad (3.3)$$

Daraus ergibt sich ein Zugmodul von 2550 MPa. Nach Literaturwerten liegt der Zugmodul von trockenem PA 6 bei 2700-3500MPa. Da es sich bei der verwendeten Probe um keine getrocknete oder temperierte Probe handelt und diese bei Raumklima gelagert wurde, kann der errechnete Wert des Zugmoduls abweichen. Eine gewässerte Probe weist in Abhängigkeit des Feuchtigkeitsgehalts ein niedrigere E-Modul auf (Literatur zwischen 1600-2000 MPa bei feuchten Proben). Daher kann im Rahmen der Messungenauigkeit angenommen werden, dass die Messung den realen Werten entspricht. Daraus ist zu folgern, dass auch die Kraftmessung der Zugprüfmaschine korrekt ist und für die folgende Messungen verwendet werden kann.

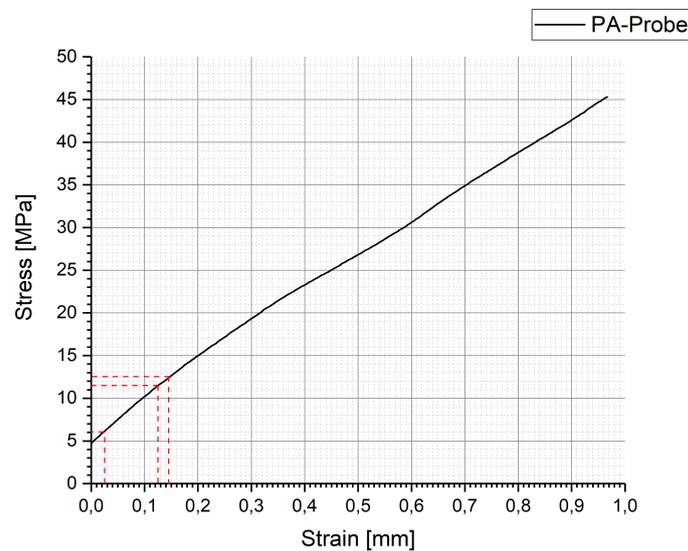


Abbildung 3.31: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der PA-Probe

# Kapitel 4

## Experimentelle Untersuchung

Das Vorgehen zur Auslegung und der Durchführung der In-Situ-Relaxationsversuche umfasst mehrere Teilschritte. Zunächst muss die Mikro-CT-Anlage „CT-Alpha“ [2] umgerüstet werden, um die Integration des Zugmoduls zu gewährleisten. Mit der „CT-Alpha“ können makroskopische Proben bis zu 120 mm Kantenlänge untersucht werden. Alle Werkstoffklassen lassen sich durch eine Beschleunigungsspannung von maximal 160 kV untersuchen. Dabei kann, abhängig von der Probengröße, eine Auflösung von 2-3  $\mu\text{m}$  erzielt werden.

Im Anschluss an den Umbau wird anhand von Vorversuchen die Probengeometrie ermittelt und das Prüfverfahren für die Relaxationsversuche erstellt.

### 4.1 Umbau CT-Alpha

Um aussagekräftige Messungen und eine gesicherte Messumgebung zu gewährleisten, muss die Mikro-CT-Anlage „CT-Alpha“ zunächst neu in Betrieb genommen werden. Bereits zu Beginn wurde ersichtlich, dass die Röntgenröhre die geforderte bzw. vorgegebene Auflösung nicht erreicht. Die Fokussierung des Elektronenstrahls innerhalb der Röhre ist somit nicht ausreichend genau und der Brennfleck zu groß bzw. die im Target erzeugte Strahlung nicht ausreichend gerichtet. Daher muss im nächsten Schritt die Fokussierung der Röhre in allen drei Modi erfolgen. Die Mikro-CT-Anlage verfügt über drei Untersuchungsmodi. Im Nanofokus wird eine Auflösung von kleiner 2  $\mu\text{m}$  erzielt, im Mikrofokus 2-3  $\mu\text{m}$  und im High-Power-Modus ca. 6-7  $\mu\text{m}$ . Die Modi unterscheiden sich durch die im Target erzeugte Strahlungsleistung.

Die Fokussierung der Feinfocus-Röhre (Abb.4.1) wird durch Anpassung des Stroms der Fokussier- und Zentrierspulen innerhalb der Röhre vorgenommen. Durch gezieltes Anpassen des Spulenstroms wird der Elektronenstrom über die Zentrierspulen auf das Target gerichtet. Über die Fokussierspulen wird die Höhe des Elektronenstroms am Target bestimmt. Die Optimierung erfolgt anhand der Projektion einer Struktur (JIMA-Maske Abb. 4.2). Die scharf abgebildeten Gitterstrukturen (vgl. Abb. 4.2 rechtes Bild) sind ein Maß für die Brennfleckgröße und folglich der erreichbaren Auflösung.

Durch Variation des Spulenstroms kann gezielt für jede einzelne Anodenspannung die Fokussierung vorgenommen werden. Die entstehende Kennlinie der Röhre wird im System hinterlegt.

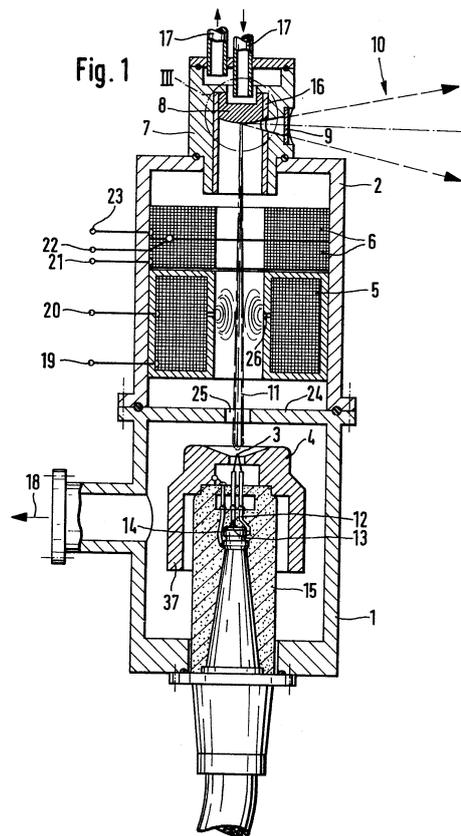


Abbildung 4.1: Aufbau der Feinfocus-Röntgenröhre mit Fokussier- (5) und Zentrierspulen (6) [22]

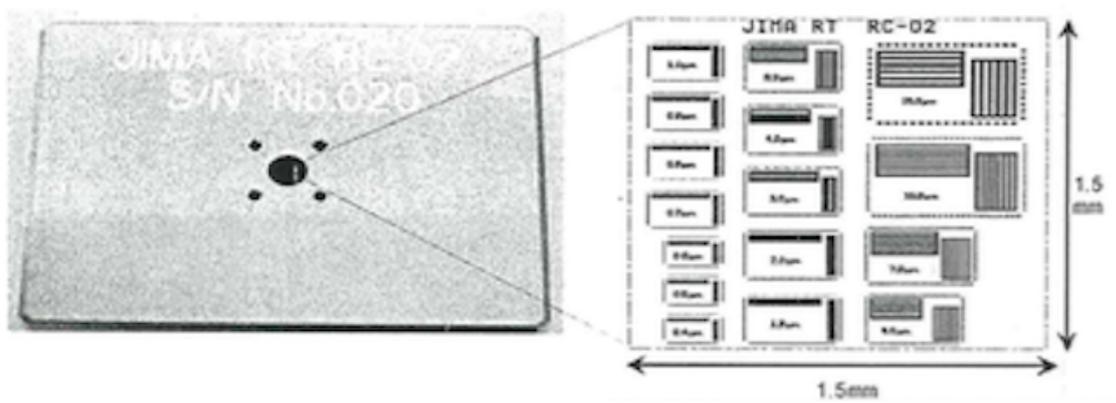


Abbildung 4.2: Jima-Maske; Definierte Strukturgrößen aus Silizium und Wolfram dienen als Justageelemente

## Integration Zugmodul

Zur Integration des Zugmoduls in die CT-Anlage, müssen die Geometrien der CT-Anlage und des Zugmoduls bestimmt werden. Zu berücksichtigen ist hierbei, dass später eine Auflösung von mindestens  $25\ \mu\text{m}$  erzielt wird, was der durchschnittlichen Faserdicke entspricht. Dies würde eine maximale Breite der Faser in der Projektion von 2 Pixeln bedeuten. Daher ist eine höhere Auflösung zu präferieren. Weiterhin muss die Höhe der beiden Zylinder beachtet werden. Die Durchlassfenster beider Zylinder müssen sich im Röntgenstrahl befinden, um komplett auf den Detektor abgebildet zu werden.

Auf Grund der Vorgaben und der Geometrie der CT-Anlage, wurden mehrere Maßnahmen getroffen. Einmal wurde ein Probenhalter (Abb.4.3 und 4.4) angefertigt, der eine sichere Befestigung des Zugmoduls auf dem Manipulator gewährleistet (mögliches Wackeln des Objekts wird verhindert). Zum anderen musste das gesamte Röhre-Detektor-System um 4 cm unterbaut werden (siehe Abb. 4.5 und 4.6). Somit ist bei eingebautem Zugmodul eine Manipulation des Objektes in z-Richtung gewährleistet und die Durchlassfenster befinden sich im Röntgenstrahl.

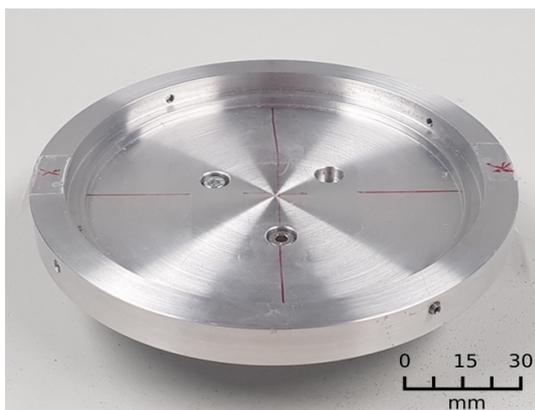


Abbildung 4.3: Probenhalter des Zugmodul für den Manipulatortisch

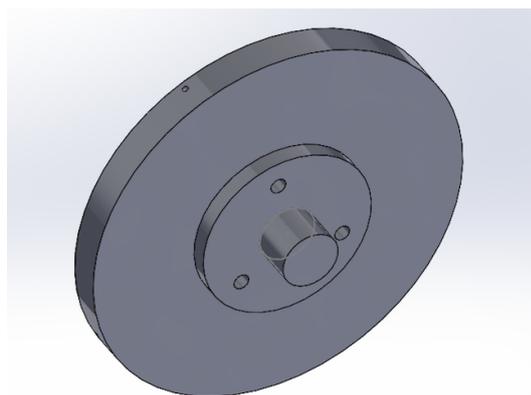


Abbildung 4.4: CAD-Zeichnung des Probenhalters, Unterseite



Abbildung 4.5: Unterbau für den Detektor

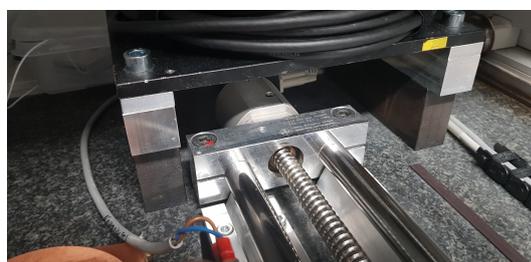


Abbildung 4.6: Unterbau für die Röhre

## 4.2 Vorversuche und Versuchsauslegung

Nach dem Einbau des Zugmoduls, wurden erste Vorversuche durchgeführt um a) die Probengeometrie zu ermitteln und b) das prinzipielle Vorgehen der Relaxationsversuche

festzulegen. Als Testproben wurden hierzu spritzgegossene PP-GFK30 (Polypropylen-Matrix mit 30 % Faseranteil) Stäbe mit 4 mm Dicke genommen. Aus den normierten Zugproben wurden kleinere Probestücke herausgeschnitten, zur Bestimmung der notwendigen bzw. maximal möglichen Vergrößerung. Zunächst wurden ohne Zugmodul CT-Messungen durchgeführt, was zusätzlich der Überprüfung der Fokussierung der Röhre und dem korrekten Umbau der Anlage dient.

Des Weiteren wurden Durchstrahlungsbilder angefertigt, deren Fokus dem Kontrast zwischen Faser und Matrix und der Anpassung der Parameter galten (Abb. 4.7).

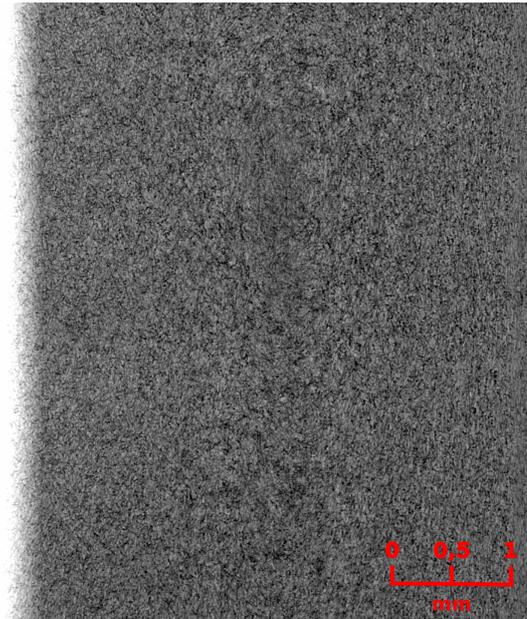


Abbildung 4.7: Radiographie-Aufnahme der PP-GFK30 Probe

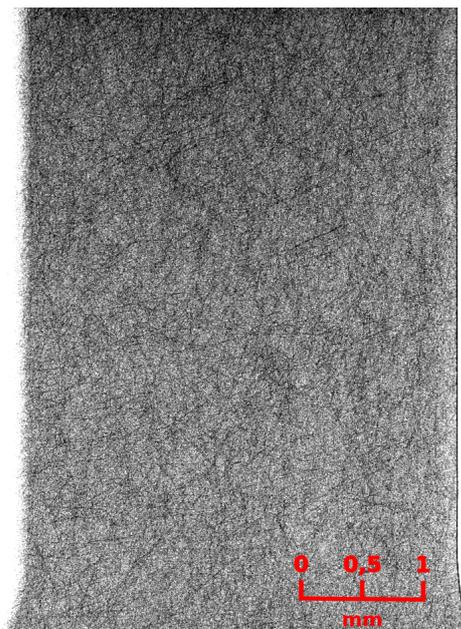


Abbildung 4.8: Radiographie-Aufnahme 2 % Spritzguss

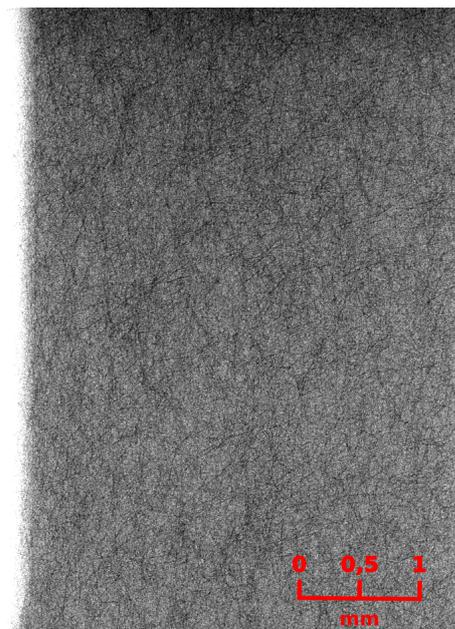


Abbildung 4.9: Radiographie-Aufnahme 5 % Spritzguss

Ergebnis dieser Messung war, dass die Überlagerung der Faserstruktur auf Grund des

hohen Faseranteils für die Durchstrahlung ungeeignet ist (siehe Abb. 4.7. Es war nicht möglich Einzelfasern in der Durchstrahlung voneinander zu unterscheiden. Daher muss der Faseranteil der späteren Proben deutlich verringert werden. Folgeversuche wurden an Spritzgussproben mit 2 bzw. 5 % durchgeführt. Eine Selektion der Einzelfaser in der Durchstrahlung war hierbei möglich (siehe Abb. 4.8 und 4.9).

Im Anschluss wurden erste 3D-CT-Aufnahmen an im Zugmodul eingespannten Proben durchgeführt. Dabei wurde zusätzlich der Einfluss des Carbonglases auf den Kontrast der Rekonstruktion bestimmt. Wie in Abb. 4.10 und 4.11 zu sehen, zeigen sich in der Rekonstruktion Doppelstrukturen.

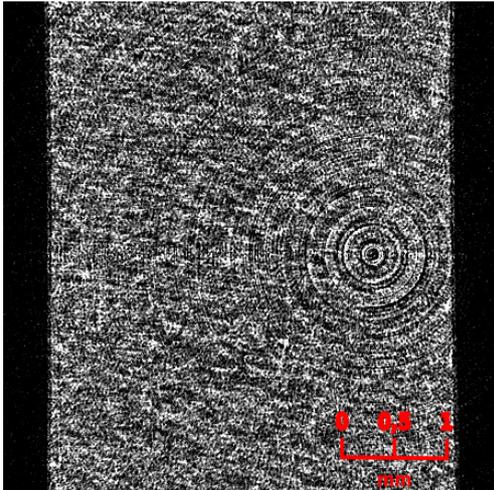


Abbildung 4.10: XY-Ansicht der GFK-Probe

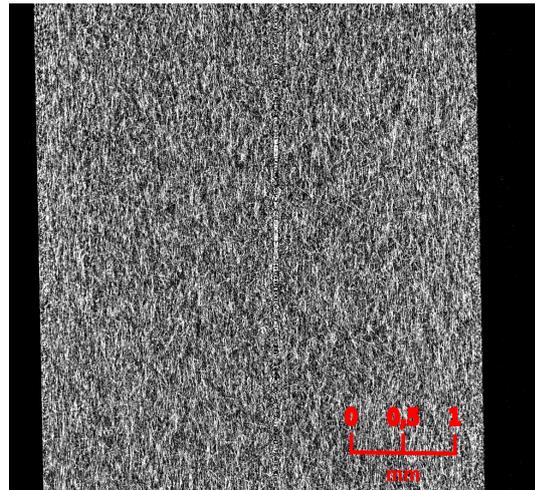


Abbildung 4.11: YZ-Ansicht der GFK-Probe

Mögliche Ursachen hierfür sind eine ungenaue Geometriebestimmung oder eine Bewegung der Probe während der Messung. Letzteres kann in erster Näherung zunächst ausgeschlossen werden, da sowohl die Probe innerhalb des Zugmoduls als auch das Zugmodul in der Halterung als fest angenommen werden kann. Eine Anpassung der im System hinterlegten Anlagengeometrie (Abstand Quelle- Detektor) führte zu keiner Verbesserung, was auf eine fehlerhafte Drehmittelpunktbestimmung hindeutet. Dieses Problem tritt ausschließlich bei integrierter Zugprüfmaschine auf. Daher wird das Gewicht des Zugmoduls (ca. 6 kg) als Ursache vermutet. Durch die Bauweise des in Abb.4.12 gezeigten Manipulatortisch kann es beim Aufsetzen des Zugmoduls zu einer Verkippung des gesamten Aufbaus kommen. Die Drehmittelpunktbestimmung wird lediglich mit Hilfe eines Drahtes durchgeführt. Durch Rotation und seitliche Verschiebung des Drahtes wird intern der Drehmittelpunkt bestimmt. Kommt es durch den Einbau des Zugmoduls zu einer Verkippung, verschiebt sich der Drehmittelpunkt horizontal auf der Drehmittelpunktachse. Durch Überprüfung ist eine Verkippung des Manipulatortisches von ca. 50  $\mu\text{m}$  festzustellen. Dies entspricht einer Verschiebung des Drehmittelpunktes von 6 Pixeln. Daraus resultieren die rotations-symmetrischen Artefakte in der Rekonstruktion (Abb. 4.10). Lösungsmöglichkeiten sind:

- a) der Umbau des Manipulatortisches
- b) Verschiebung des Drehmittelpunktes über die Rekonstruktionssoftware

Bei a) ist ein fester Unterbau des Drehtisches notwendig. Dies würde dazu führen, dass der Abstand von Quelle zu Objekt nicht mehr variiert werden kann und die Höhe des Aufbau festgelegt ist. Die Achsensteuerung und die Drehmittelpunktbestimmung müsste durch Änderung der Software angepasst werden. Um eine in b) erwähnte Anpassung des Drehmittelpunktes über die Rekonstruktionssoftware durchzuführen, müssen alle Achsen der Anlage exakt vermessen werden. Beide Maßnahmen sind sehr zeitintensiv und würden daher den zeitlichen Rahmen dieser Masterarbeit sprengen. Zum Erzielen erster Resultate wurden die folgenden Versuchsreihen an der CT-Anlage „CARL“ durchgeführt.

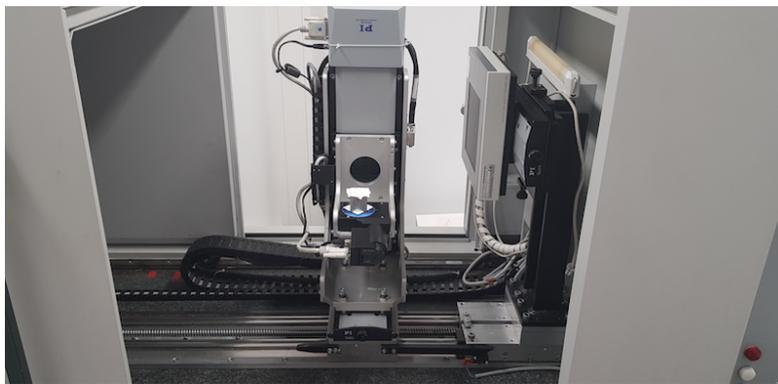


Abbildung 4.12: Aufbau des Manipulators

## Probengeometrie

Die maximale Auflösung beider Mikro-CT-Anlagen in Abhängigkeit der Ausmaße des Zugmoduls beträgt  $6 \mu\text{m}$ . Bei  $2000 \times 2000$  Pixeln auf dem Detektor ergibt dies eine detektierbare Fläche von ca.  $15 \times 15$  mm. Dies bedeutet, dass die maximale Breite der Probe ca. 7 mm beträgt. Die Länge der Zugprobe ist unabhängig, sollte jedoch kleiner 15 mm sein. Bei maximalem Zug sollte eine mögliche Strukturbewegung nicht außerhalb des Bildbereich stattfindet.

Zusätzlich zu den geometrischen Betrachtungen zur Auflösung, wurden auch mechanische Berechnungen anhand Literaturwerten angefertigt. Damit wird sichergestellt, dass mit den vorhandenen Kraftmessdosen eine ausreichende Kraftmessung und Proben-  
dehnung durchgeführt werden kann. Anhand der Kenndaten und der Anforderungen aus der Norm ISO 527 Teil 5 wurden Proben angefertigt. Zusätzlich wurde eine vom Hersteller vorgegebene Probengeometrie durch Anpassung der Breite des Zugstegs abgeändert (Abb. 4.13 und 4.14).

Auf Grundlage dieser Geometrie wurden aus den spritzgegossenen GFK-Flachstäben (2 und 5 %) Proben angefertigt. Die Probenherstellung mit Hilfe einer Spritzgussmaschine der Universität des Saarlandes statt. Erste Druckversuche der additiv gefertigten Proben mit dem am Fraunhofer IZFP befindlichen Ender-3D-Drucker zeigten im Übergangsbereich zum Zugbereich große Poren (vgl. Abb. 4.15 ).

Durch gezieltes Anpassen der Druckbewegung und Erhöhen des Füllgrades wurde

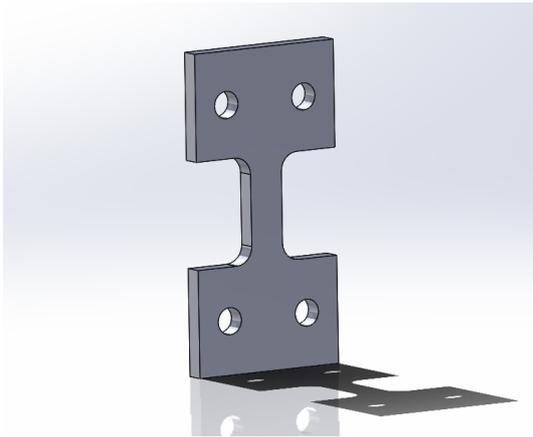


Abbildung 4.13: CAD-Zeichnung der Probengeometrie

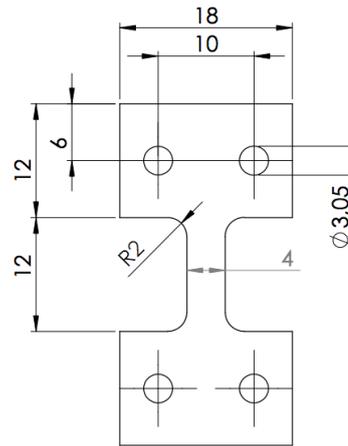


Abbildung 4.14: Konstruktionszeichnung der Probe

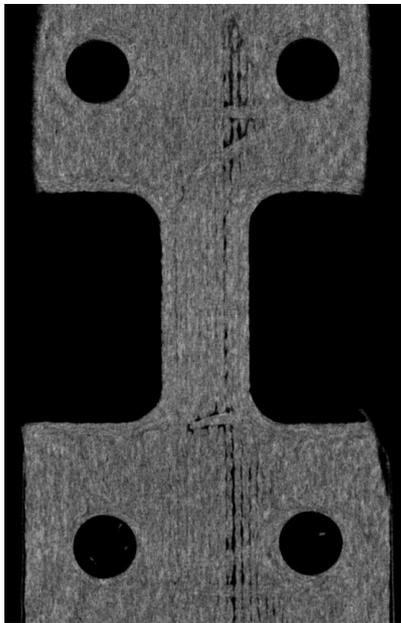


Abbildung 4.15: CT-Aufnahme der additiv gedruckten GFRK-Probe

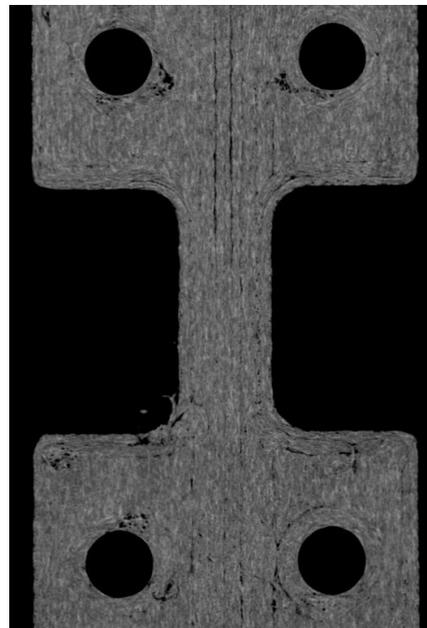


Abbildung 4.16: Nach Anpassen der Druckparameter

die Probe angepasst (Abb. 4.16). Nach dem Einstellen der Druckparameter wurden erste Durchstrahlungsaufnahmen angefertigt, um die maximale Dicke festzulegen. Zu Vergleichszwecken wurde die Dicke auf 4 mm gesetzt. Die Proben für die Radiographie wurden auf 0,1 und 0,2 mm festgelegt, was einer bzw. zwei Drucklagen entspricht. Für diese Dicke ist gewährleistet, dass die Einzelfasern in der Durchstrahlung noch voneinander unterscheidbar sind. In der Radiographie kommt es zu keiner Strukturüberlagerung der Fasern.

Die additiv gefertigten Proben werden aus glasfaserverstärktem Nylon (PA6.6)-Filament der Firma EUMAKERS gedruckt. Da EUMAKERS der einzige Hersteller für dieses Produkt ist, sind Angaben zu Faservolumengehalt, Längenverteilung und Dicke der Fasern nicht spezifiziert. Die Druckrichtung bei der Herstellung im Zugsteg

wird einmal senkrecht (Fasern in Zugrichtung) und einmal parallel (Fasern quer zur Zugrichtung) gewählt (vgl. Abb.4.17).

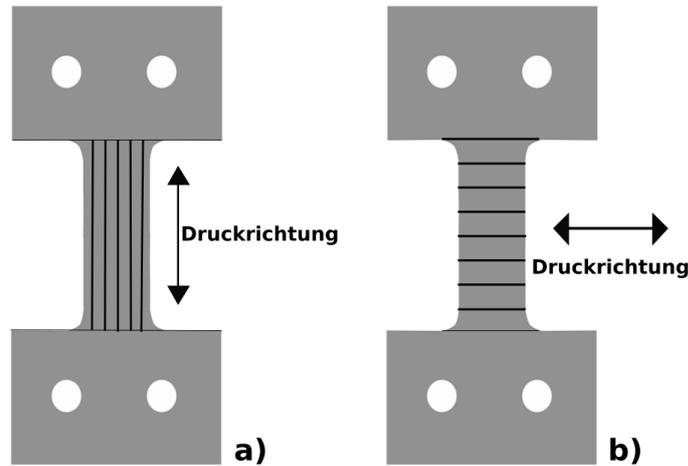


Abbildung 4.17: Druckrichtungen bei der Probenherstellung: a) senkrecht zum Zug und b) parallel zum Zug gedruckte Proben

Die Spritzgussproben werden aus einer Mischung von Polypropylen (Bormod<sup>TM</sup> HF955MO) und glasfasergefüllten Polypropylen (Fibremod<sup>TM</sup> GB205U) in einem Spritzgussprozess hergestellt. Das Mischungsverhältnis berechnet sich aus einer Reduzierung des Glasfaseranteils von 20 % des Fibremod durch Hinzugabe von reinem Polypropylen auf einen Glasfaseranteil von 2 bzw. 5 %.

### 4.3 Versuchsablauf für In-Situ-Messung unter CT und Durchstrahlung

Im ersten Schritt wird eine mechanische Charakterisierung der verschiedenen Proben durchgeführt. Nach Norm werden Zugversuche an den 0,1 mm, 0,2 mm und 4 mm (additiv gefertigte und Spritzguss 2 und 5 %) durchgeführt. Dabei werden die Proben bis zum Bruch belastet und das aufgenommene Spannungs-Dehnungs-Diagramm ausgewertet. Abgelesen werden der E-Modul, die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung. Es werden jeweils fünf identische Proben verwendet und daraus der Mittelwert bestimmt.

Die In-Situ-Prüfung der additiv gefertigten Proben wird in zwei Teile gegliedert. Zunächst werden parallel an den dünnen Proben (0,1 und 0,2 mm) CT-Messungen und Radiographien durchgeführt. Anhand der zuvor bestimmten mechanischen Kennwerte wird zunächst pro Probe die Laststufe definiert. Dabei muss sich der Lastbereich im elastischen Zugbereich befinden, damit es zu keiner Verfälschung der Faserbewegung durch plastische Verformung kommt. Der Ablauf der Relaxationsprüfung findet stets unter eingebauter Probe in der Zugprüfmaschine statt. Die Zugprüfmaschine wird bis zum Ende der Messreihe nicht bewegt. Zu statistischen Zwecken werden jeweils drei Proben gemessen. Der Messablauf sieht wie folgt aus:

1. 3D-CT-Aufnahme der Probe im unbelasteten Zustand
  - (a) Röntgenparameter: 70 kV, 300  $\mu$ A, 5 x 2 s Belichtungszeit
  - (b) 400 Projektionen
  - (c) Pixelbreite 6  $\mu$ m (Abstand Quelle-Objekt 35 mm)
2. Relaxationsversuch (wichtig: Zeit und Lasten während Durchstrahlung dokumentieren)
  - (a) Gemittelttes Bild vor Zug (30 x 2 s Belichtungszeit)
  - (b) Zug bis zur ermittelten Laststufe
  - (c) Gemittelttes Bild nach Zug (30 x 2 s Belichtungszeit)
  - (d) Nach Erreichen der Last, Zug stoppen; Probendehnung bleibt konstant; Dokumentation der Lastabnahme (Relaxation)
  - (e) nach definierter Zeit Durchstrahlungsbild nach Relaxation
  - (f) 3D-CT-Aufnahme nach Relaxation (Kraftänderung während CT dokumentieren)
  - (g) Durchstrahlungsbild nach Ende der CT-Messung
  - (h) mehrmaliges Wiederholung der Schritte b-g

Die Auswertung der Versuchsreihen erfolgt mittels der in AVIZO Thermo Scientific enthaltenen 3D-Digital-Volume-Correlation-Software (DVC). Das 3D-Verschiebungsfeld wird aus den CT-Aufnahmen ermittelt. Über die 2D-Durchstrahlungsbilder wird die Faserbewegung unmittelbar nach den Laststufen visualisiert.

Im Anschluss wird das Messprinzip auf die 4 mm-Proben übertragen. Dabei wird auf Grund der Materialdicke auf die Durchstrahlungsbilder verzichtet. Der Messablauf bleibt identisch. Aus den Ergebnissen der Messungen wird zunächst eine Korrelation zu den dünnen Proben gezogen. Danach wird ein Vergleich der additiv gefertigten Proben mit den konventionell hergestellten Spritzgussproben erstellt. Zur Überprüfung der Messergebnisse wird mittels COMSOL das Relaxationsverhalten der Proben simuliert.

# Kapitel 5

## Relaxationsverhalten mittels In-Situ CT

### 5.1 Bestimmung mechanischer Kennwerte

Im ersten Schritt werden mechanische Kennwerte der additiv gefertigten Proben bestimmt. Die mechanische Prüfung dient der Bestimmung des linear-elastischen Zugbereichs für die anschließenden Relaxationsversuche. Zum Anderen muss mit einer Reduzierung der mechanischen Kennwerte gerechnet werden, da diese auf Grund der in der additiven Fertigung entstehenden Anisotropie der Drucklagenorientierung, Lagenhaftung, dem Treppenstufeneffekt am Rand und etwaigen Fehlern beim Druck (Poren, Einschlüsse etc.) nicht den Herstellerangaben (vgl. Kapitel 4.2) entsprechen.

Auf Grund des Mischens zweier unterschiedlicher Granulate (PP-GFK20 und PP-Granulat) muss wegen inhomogener Mischung des Granulats für die Spritzgussproben eine Minderung der mechanischen Kennwerte angenommen werden. Zusätzlich treten durch die Bearbeitung (Ausfräsen der Probe) mechanische Fehler, wie z.B. Kerben, auf. Im Spritzguss-Prozess liegen auf Grund der Einspritzung der flüssigen Polymer-Faser-Schmelze in eine beheizte Form unterschiedliche Strömungsgeschwindigkeiten in der Mitte und am Rand der Probe vor. Im Randbereich liegen geringere Strömungsgeschwindigkeiten im Vergleich zum Zentrum vor, was zu einer ungleichmäßigen Ausrichtung der Kurzfasern führt. Dies bewirkt unterschiedliche Festigkeitskennwerte über die Probe.

Alle Zugversuche werden nach den in Kapitel 3 festgelegten Kriterien bei identischen Rahmenbedingungen durchgeführt. Die Dehnrates des Zugversuchs wurde anhand der Norm auf 0,2 mm/min festgelegt. Aus den ermittelten Spannungs-Dehnungs-Kurven werden die gemittelte Zugfestigkeit, Bruchdehnung und der E-Modul bestimmt. Das Bruchverhalten der einzelnen Proben ist in Abb. 5.1 zu sehen und wird in den folgenden Kapiteln erläutert.

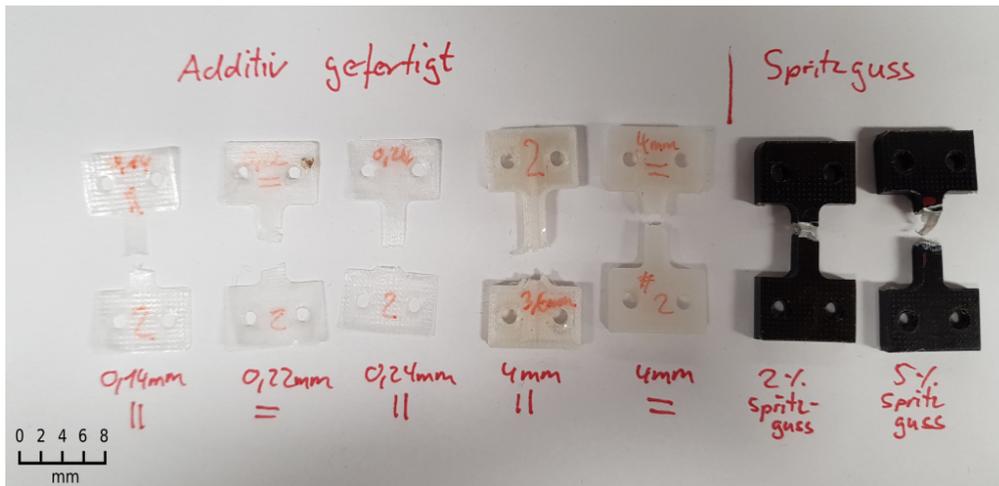
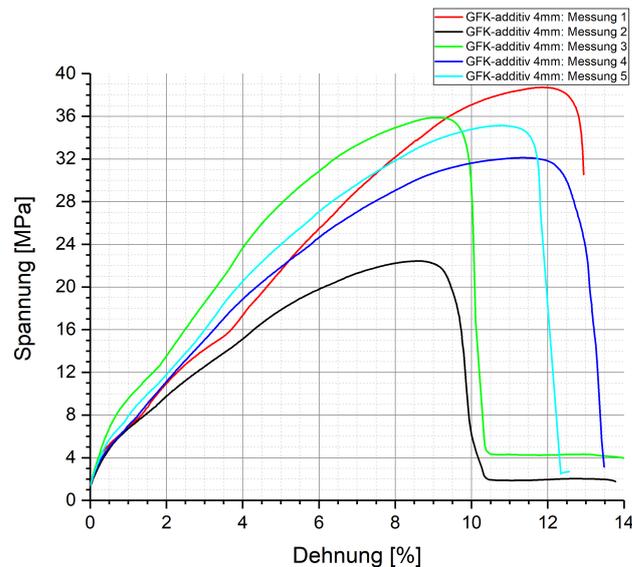


Abbildung 5.1: Bruchverhalten (Bsp.) der verschiedenen Probengeometrien

### 5.1.1 Zugversuche 4 mm GFK Proben

Abbildung 5.2:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 4 mm GFK-additiv senkrecht gedruckt

Bei den senkrecht zum Zug gedruckten 4 mm Proben ist ein Sprödbbruch erkennbar. Der Bruch findet meist in Nähe der Einspannung statt. Dies variiert zwischen oberer und unterer Einspannung, was auf eine probenbedingte Charakteristik hindeutet. Wegen der Probenherstellung (Bewegung des Druckerkopfs) ist zu vermuten, dass in diesem Bereich der Probe (Abrundung hin zur Probeneinspannung) am Rand eine Kerbwirkung entsteht. Durch den Treppenstufeneffekt wird an dieser Stelle zusätzlich eine Spannungsspitze erzeugt. Aus den  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagrammen ergibt sich gemittelt ein E-Modul von 996 MPa. Dieser liegt deutlich unter dem Literaturwert von 4000 MPa. Dies lässt sich, wie bereits erwähnt, auf Grund der Druckfehler und mangelnden Lagenhaftung erklären. Die Zugfestigkeit liegt bei 38 MPa.

Die 4 mm parallel zum Zug gedruckten Proben weisen ebenfalls ein sprödes Bruchverhalten auf. Erkennbar ist bei diesen Proben ein deutlich homogeneres Verhalten. Der

Bruchbereich befindet sich in der Mitte des Zugsteg. Die Zugfestigkeit liegt bei 47 MPa bei einer Bruchdehnung von 20 %. Damit weist der parallele Druck ein deutlich plastischeres Verhalten auf als die senkrecht gedruckten Proben. Der berechnete E-Modul liegt mit 911 MPa leicht niedriger.

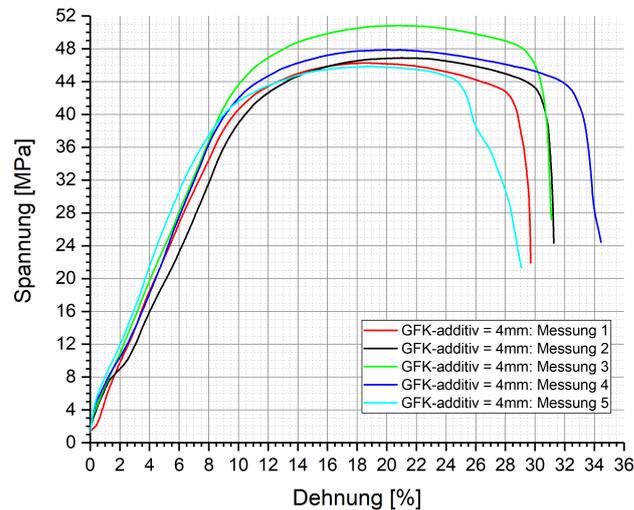


Abbildung 5.3:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 4 mm GFK-additiv parallel gedruckt

### 5.1.2 Zugversuche 0,1 und 0,2 mm Proben

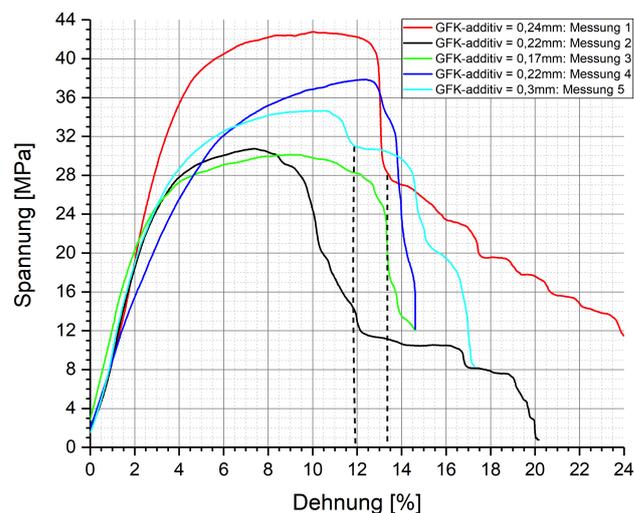


Abbildung 5.4:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 0,2 mm GFK-additiv senkrecht gedruckt; gestrichelte Linie gibt Bereich an, bei dem ein Teilbruch der Probe auftritt

Zur Auswertung der dünnen Probe wird der in ISO572-Teil 3 für Folien angewandete Sekantenmodul anstatt des E-Moduls verwendet. Die ermittelten mechanischen Kennwerte sind in Tab. 5.1 ersichtlich.

	<b>E-Modul [MPa]</b>	<b>Zugfestigkeit [MPa]</b>	<b>Dehnung [%]</b>
<b>Literatur</b>	<b>4000</b>	<b>95</b>	<b>n.A.</b>
<b>100 <math>\mu\text{m}</math></b>	1210 $\pm$ 70	40 $\pm$ 2	10 $\pm$ 2
<b>200 <math>\mu\text{m}</math></b>	1245 $\pm$ 60	36 $\pm$ 3	8 $\pm$ 1
<b>4 mm</b>	996 $\pm$ 50	38 $\pm$ 2	10 $\pm$ 2
<b>Parallel 200 <math>\mu\text{m}</math></b>	1000 $\pm$ 20	35 $\pm$ 3	11 $\pm$ 2
<b>Parallel 4mm</b>	911 $\pm$ 40	47 $\pm$ 2	20 $\pm$ 1
<b>Mittelwert</b>	<b>1100</b>	<b>35</b>	<b>10</b>

Tabelle 5.1: Literaturwerte und gemessene mechanische Kennwerte der additiv gefertigten Proben

Daraus ergibt sich für die senkrecht gedruckte 200  $\mu\text{m}$  Probe ein Wert von 1245 MPa. Die Zugfestigkeit liegt bei 36 MPa bei einer Bruchdehnung von 8 %. Das Bruchverhalten ähnelt dem der 4 mm Proben. Die Proben reißen stets in der Nähe der Einspannung. Erkennbar ist aber, dass ein zweiteiliger Bruch einsetzt. Die Probe reißt nicht spröde, sondern geht während des Risswachstums in einen plastischen Bereich über und wird dann auseinander gezogen. Dies kann damit erklärt werden, dass durch die teilweise schlechte Haftung der Einzelstränge der Riss nicht komplett durch die Probe wachsen kann. Erreicht er einen Spalt zwischen den Strängen, muss an der nächsten Lage genügend Spannung erzeugt werden, damit der Riss weiter wachsen kann.

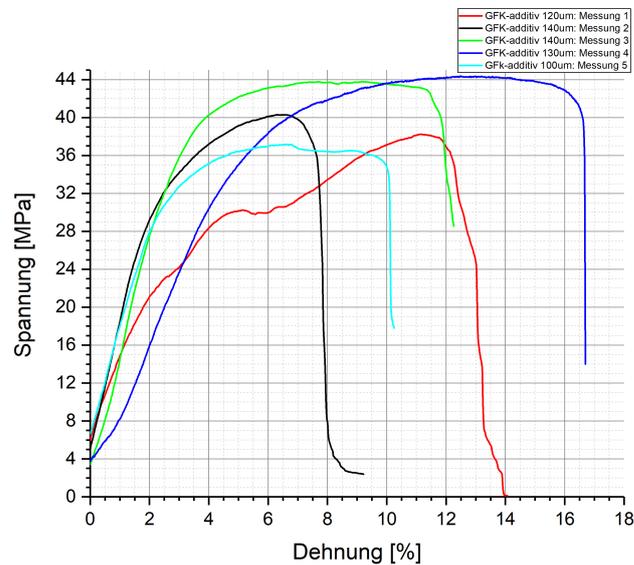


Abbildung 5.5:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 0,1 mm GFK-additiv senkrecht gedruckt

Bei den senkrecht gedruckten 100  $\mu\text{m}$  Proben ergibt sich wieder ein sprödes Bruchverhalten. Erkennbar ist jedoch, dass die Proben dieses Mal im Zentrum des Zugstegs reißen. Erklären lässt sich dies auf Grund der Monolage. Das Druckbett kann das Material ausreichend temperieren, sodass eine verbesserte Stranghaftung entsteht. Das Sekantenmodul liegt bei 1210 MPa, die Zugfestigkeit bei 40 MPa bei 10 % Dehnung. Die Werte sind vergleichbar mit den Werten der 200  $\mu\text{m}$  Proben.

Dieses Verhalten kann auch bei den parallel gedruckten 200  $\mu\text{m}$  Proben beobachtet wer-

den. Bis auf Messung 4 kommt es zu einem spröden Bruch bei ca. 11 % Dehnung. Der E-Modul liegt bei 1000 MPa.

Generell ist anzumerken, dass die mechanischen Kennwerte deutlich unterhalb der Literaturwerte liegen. Durch Betrachtung der Lagenhaftung und des Randbereichs der Proben durch den Druck, lässt sich dies anhand der entstehenden Kerbwirkung am Rand und der mangelnde Lagenhaftung im Probeninneren erklären. Trotzdem kann anhand der gemessenen Werte eine Korrelation zwischen den Proben festgestellt werden. Über alle Proben pendelt sich der E-Modul bei ca. 1100 MPa bei einer Zugfestigkeit von ca 35 MPa und 10 % Bruchdehnung ein.

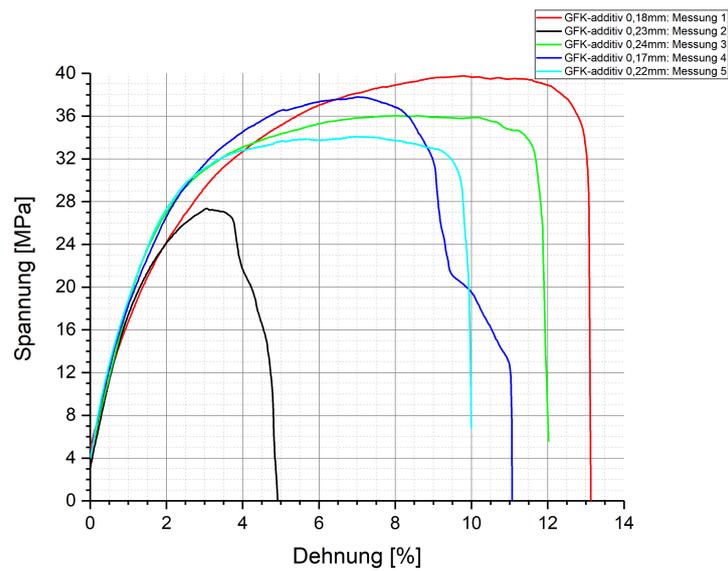


Abbildung 5.6:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 0,2 mm GFK-additiv parallel gedruckt

### 5.1.3 Mechanische Kenndaten der Spritzgussproben

Das mechanische Verhalten der Spritzgussproben muss ebenfalls überprüft werden. Durch die Zugabe von Polypropylen, zur Erhöhung des Anteils an Matrixmaterials, kommt es zu einer Abnahme der Festigkeitswerte des Fibremod<sup>TM</sup>.

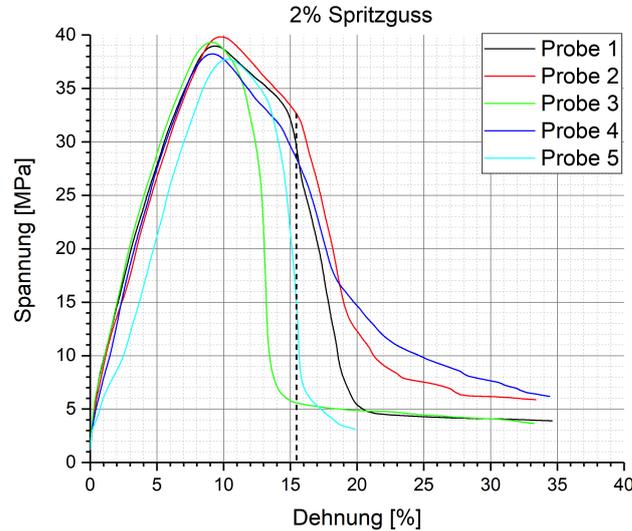


Abbildung 5.7:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 4 mm Spritzguss 2 %; gestrichelte Linie zeigt Bruchdehnung der Probe an, danach plastische Verformung des Randbereichs

Zu erwarten ist ein rein spröder Bruch der Proben. Jedoch ist zu erkennen, dass es sowohl bei den 2 % als auch bei den 5 % Proben zu keinem vollständigen Bruch kommt. Erkennbar ist, dass die Proben nach Erreichen der Zugfestigkeit bei 44 bzw. 42 MPa eine deutliche Abnahme der Spannung erfahren und sich dann in ein plastisches Fließen nahe der Anfangsspannung einpendeln. Anhand der Betrachtung der Probe nach Abbruch des Zuges ist zu erkennen, dass es im Zentrum des Probevolumens zu einem Sprödbbruch kommt. An den beiden Stirnflächen scheint sich eine Schicht Polypropylen zu befinden (siehe Abb. 5.1 Spritzgussproben). Diese erfährt reine plastische Dehnung. Es entstehen zwei Stränge, die dafür sorgen, dass die Probe zwar im Inneren einen Sprödbbruch aufweist, aber erst nach längerer Dehnung komplett versagt (vgl. Knick bei ca. 14 % Dehnung in Abb. 5.7). Grund für dieses Verhalten ist, dass durch den Spritzgussprozess die beiden Granulaten gerade im Randbereich eine schlechtere Vermischung aufweisen. Der Anpressdruck sorgt dafür, dass die Fasern ins Innere der Proben gedrückt werden und sich an der Stirnfläche reines PP ansammelt. Die unterschiedlichen Verarbeitungstemperaturen im Werkzeug, die für beide Materialien benötigt werden, führen außerdem zu einer unzureichenden Verknüpfung der Polymerstränge. Auch für den Anpress- und Haltedruck der Spritzgussanlage wurde ein Kompromiss getroffen. Dies könnte auch gerade im Randbereich zu einer unzureichenden Verdichtung geführt haben (Fibremod<sup>TM</sup> ca. 30-60 MPa; Bormod<sup>TM</sup> ca. 200-500 MPa). Dies erklärt, wieso ein Volumenbruch zu beobachten ist und zugleich eine separate plastische verformte Lage vorliegt.

Die aufgeführten mechanischen Kennwerte in Tab. 5.2 sind damit zu erklären. Die Werte lassen sich, wie bereits erwähnt, auf die Verarbeitungsparameter der Granulate

zurückführen. Somit weisen die Spritzgussproben ähnliches mechanisches Verhalten wie die additiv gefertigten Proben auf. Daher können die Spritzgussproben bei den Relaxationsversuchen auf Grund des zu erwartenden identischen Dehnungs- und Spannungsverhalten einfacher mit denen der additiv gefertigten Proben verglichen und interpretiert werden.

		<b>E-Modul [MPa]</b>	<b>Zugfestigkeit <math>\sigma_m</math> [MPa]</b>	<b>Bruchdehnung <math>\epsilon_m</math> [%]</b>
<b>2 %-Spritzguss</b>	errechnet	2460	44	6
	gemessen	1242	39	10
<b>5 %-Spritzguss</b>	errechnet	3240	56	5
	gemessen	1247	42	9

Tabelle 5.2: Errechnete und gemessene mechanische Kennwerte der Spritzgussproben

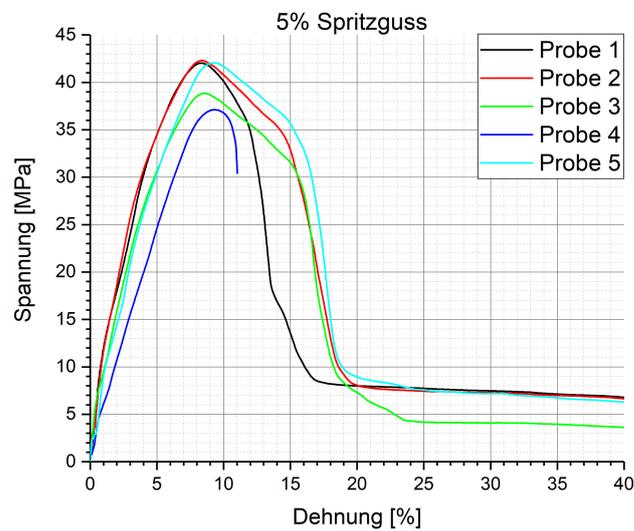


Abbildung 5.8:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 4 mm Spritzguss 5 %

## 5.2 Auswertung des Relaxationsverhalten mittels Avizo 3D-DVC

Das folgende Verhalten der Glasfasern in der Versuchsreihe ist zu erwarten (vergleiche hierzu Abb. 5.9).

1. Faserbewegung in Zugrichtung durch Aufbringen der Dehnung
2. Relaxationsbewegung der Faser entgegen der Zugrichtung
  - Ausgleich innerer Spannungen durch Verteilung auf Einzelfasern (Vergleiche Kap. 2.2.1)
  - Abnahme der Spannung durch Verschiebung der Fasern zu Gebieten höherer Spannung
3. Axialität des Zuges  $\rightarrow$  in z-Richtung (siehe Abb. 5.9) keine Faserverschiebung
4. Abnahme der Faserbewegung von Zyklus zu Zyklus  $\rightarrow$  verhältnismäßig geringerer Spannungszuwachs muss im Volumen ausgeglichen werden
5. mit zunehmender Probendicke geringere Faserbewegung, da höherer Anteil an Fasern vorhanden ist, auf die die Spannung verteilt werden kann
6. bei parallel gedruckten Fasern geringere Faserbewegung bei Relaxation
  - $\rightarrow$  parallel gerichtete Fasern können weniger Spannung auf Grund ihrer Orientierung aufnehmen als senkrecht gerichtete Fasern
  - $\Rightarrow$  Einfluss der Matrix höher

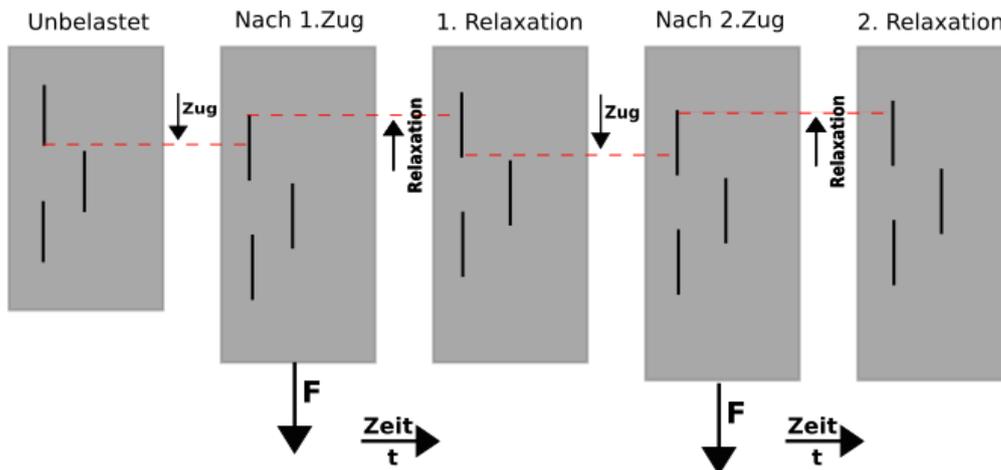


Abbildung 5.9: Theoretische Faserbewegung während der Versuchsreihe

In Abb. 5.9 ist die prinzipielle Überlegung zum möglichen Verhalten der Faser unter Last und nach der Relaxation graphisch dargestellt. Auf Grund der Axialität des Zuges und der Dehnung ausschließlich im elastischen Bereich, kann davon ausgegangen werden, dass innerhalb der Probe eine konstante und gleichmäßige Spannungsverteilung über den gesamten Zugsteg vorherrscht. Daher wird auch die Faserbewegung über

den Querschnitt der Probe gleichmäßig sein. Dies bedeutet, dass sowohl die Fasern im Randbereich als auch im Zentrum die gleiche Relaxationsbewegung vollziehen. Durch mögliche Kerbwirkungen im Randbereich werden Schubspannungen eingebracht. Dadurch finden Faserbewegungen senkrecht zur Zugrichtung statt.

Nach dem in Kapitel 4.3. definierten Vorgehen wurden die Proben auf ihr Relaxationsverhalten hin untersucht. Pro Probe werden die Versuche in drei Stufen mit identischer Zugkraft durchgeführt. Die Zugkraft richtet sich nach den ermittelten mechanischen Kennwerten. Die Zugkraft befindet sich im linear-elastischen Zugbereich. Daraus ergeben sich die in Tabelle 5.3 aufgelisteten Parameter für die Proben.

Probe	Laststufe	Relaxationszeit vor CT	Verspannung
100 $\mu\text{m}$	15 N	5 min	2 N
200 $\mu\text{m}$	20 N	6 min	2 N
4 mm	200 N	10 min	20 N
Spritzguss	200 N	10 min	20 N

Tabelle 5.3: Messparameter für die Relaxationsversuche

Die Laststufe bei den 100 und 200  $\mu\text{m}$  Proben liegt, auf Grund der Messbarkeit durch die Zugprüfmaschine, näher an der Streckgrenze. Damit kann eine ausreichend messbare Spannungsänderung von etwa 20% während der Relaxation garantiert werden, um eine detektierbare Faserbewegung zu gewährleisten.

### 5.2.1 Vergleich Durchstrahlungsprüfung mit CT der dünnen Proben

Zunächst muss der Kontrast der Radiographien im Vergleich zur CT betrachtet werden. Die Radiographie weist einen schlechten Kontrast auf. Das Signal-Rauschen-Verhältnis (SNR) liegt bei etwa 25-30. Der Kontrast  $\frac{\Delta I}{I}$ <sup>1</sup> ist auf Grund der geringen Faserdicke ( $\Delta I$  klein) gering. Der Kontrast der CT-Rekonstruktion ist im Vergleich besser. Hier liegt der SNR bei etwa 2-4. Für den Kontrast  $\frac{\Delta\mu}{\mu}$ <sup>2</sup> in der CT ist die Differenz der Absorptionskoeffizienten entscheidend. Glasfasern ( $\mu = 0,55 - 0,58$ ) weisen einen deutlich höheren Absorptionskoeffizient auf als Polyamid ( $\mu = 0,22 - 0,24$ ) und somit ist der Kontrast besser als in der Durchstrahlung.

Zur Durchführung der Versuchsreihe ist ein Kompromiss zwischen Belichtungszeit bzw. Anzahl gemittelter Bilder und der Energie der Strahlung zu wählen. Eine längere Belichtungszeit bewirkt eine Verbesserung der Auflösung der Struktur, bedeutet aber gleichzeitig eine längere Messzeit. Da die Relaxation innerhalb der Probe aber gerade zu Beginn am schnellsten abläuft, können durch eine zu lange Messzeit wichtige Faserbewegungen nicht detektiert werden.

Die Energie der Röntgenstrahlung muss für eine optimale Radiographieaufnahme hoch sein, damit das Kontrastverhältnis zwischen den Strukturen verbessert wird. Für die

<sup>1</sup> $\Delta I$ : Differenz des Intensitätsverlusts der Röntgenstrahlung an Matrix bzw. Fasern; I: Intensität der Röntgenstrahlung

<sup>2</sup> $\mu$ : Absorptionskoeffizient

parallel durchgeführte CT muss die Energie niedrig gehalten werden, damit Strahl-aufhärtungseffekte o.ä. die Auflösung nicht reduzieren. Theoretisch muss zwischen Radio-graphie und CT die Röntgenparameter geändert werden. Dies bedeutet jedoch eine Neu-Kalibrierung der CT-Anlage, was einen Ausbau oder Verschieben der Zugprüfmaschine während der Messreihe bedeutet, dies auf Grund der Messung jedoch nicht möglich ist. Dadurch treten Positionierfehler beim Wiedereinbau auf, die in der Auswertung der Auf-nahmen als Verschiebung der Faser gedeutet werden können. Eine Vergleichbarkeit der Messungen ist dann nicht mehr gegeben.

In den Vorversuchen sind bei den additiv gefertigten Proben neben den Glasfasern vom Hersteller nicht erwähnte Glaspartikel (Durchmesser von 2-4  $\mu\text{m}$ ) innerhalb der Matrix erkannt worden. Diese mindern die Auflösung der Fasern. Durch die teilweise dichte An-heftung der Partikel an die Fasern, kommt es zur Minderung der Auflösung. Zusätzlich erschwert dieser Effekt die Segmentierung der Fasern in Avizo. Eine Segmentierung der Fasern ist (mit Abstrichen) nur in der CT möglich.

Folge des fehlenden Kontrast für die Radiographieaufnahmen ist:

1. Auswertung mittels Avizo schwierig, da Faserstruktur nicht klar erkennbar  
 $\Rightarrow$  Segmentierung der Faser nicht möglich
2. Da die Auswertung der Verschiebung in Avizo über die Segmentierung bzw. Ver-gleich der Grauwerte innerhalb eines definierten Bereichs stattfindet:  
 $\Rightarrow$  fehlender Kontrast führt zu ungenauem Verschiebungsfeld

Daher kann für die Radiographieaufnahmen keine Auswertung mittels des DVC-Tools erfolgen. Eine händige Vermessung der Verschiebung muss erfolgen.

Bei den CT-Aufnahmen ist eine Segmentierung der Fasern und damit verbunden die DVC mit Avizo möglich. Trotz der Problematik kann im Anschluss eine Korrelation zwischen Radiographien und CT-Rekonstruktionen gezogen werden

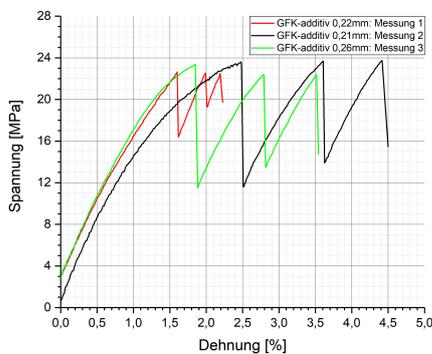


Abbildung 5.10:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Rela-tionsversuchs der 200  $\mu\text{m}$  Probe

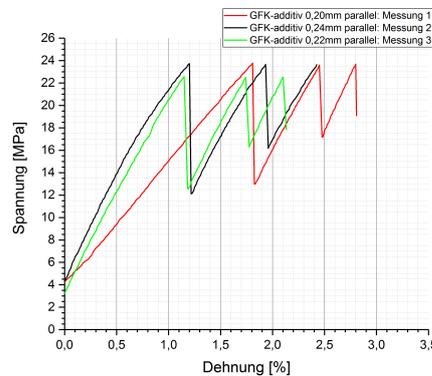


Abbildung 5.11:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Rela-tionsversuchs der 200  $\mu\text{m}$  Probe parallel

In Abb. 5.10 und 5.11 sind die  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven der Relaxationsversuche der 200  $\mu\text{m}$  Proben gezeigt. Zu sehen ist, dass die Spannungsrelaxation von Stufe zu Stufe konstant kleiner

wird. Dies bedeutet, bei gleicher Kraft, reagiert die Probe auf die aufgebrachte Spannung und passt sich dem Spannungszustand an. Bei unendlich vielen Stufen würde sich die Spannungsrelaxation dem Kraftwert des Zuges annähern. Daraus lässt sich folgern, dass die innere Spannung durch die Fasern abgebaut bzw. aufgenommen wird und eine Verschiebung der Fasern entgegen des Zuges stattfindet. Somit reagiert der Werkstoff auf die aufgebrachte Spannung und kann diese bei konstanter Dehnung halten.

Probe	Stufe	Verschiebung y-Richtung	Verschiebung x-Richtung	Richtung
100 $\mu\text{m}$ senkrecht	1	70-100 $\mu\text{m}$	30-50 $\mu\text{m}$	↗ oder ↘
	2	50-60 $\mu\text{m}$	20-40 $\mu\text{m}$	↗ oder ↘
	3	20-40 $\mu\text{m}$	10-20 $\mu\text{m}$	↗ oder ↘
200 $\mu\text{m}$ senkrecht	1	65-100 $\mu\text{m}$	30-50 $\mu\text{m}$	↗ oder ↘
	2	30-40 $\mu\text{m}$	10-30 $\mu\text{m}$	↗ oder ↘
	3	20-40 $\mu\text{m}$	10-20 $\mu\text{m}$	↗ oder ↘
200 $\mu\text{m}$ parallel	1	160-220 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↘
	2	80-110 $\mu\text{m}$	10-20 $\mu\text{m}$	↗ oder ↘
	3	50-60 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↘

Tabelle 5.4: Verschiebungsrichtung und -länge der Proben pro Stufe in den Radiographieaufnahmen; Richtung in Abhängigkeit der Einspanrichtung der Probe; Pfeile geben die zweidimensionale Verschiebungsrichtung der Fasern an

In Tabelle 5.4 sind die ermittelten Verschiebungslängen und-richtungen für die Radiographien aufgelistet. In Abb. 5.12 bis 5.20 ist beispielhaft für jede Probe die graphische Auswertung dargestellt. Alle Bilder der Auswertung sind nochmals vergrößert im Anhang Kapitel 7 zu finden.

Bei den Abbildungen handelt es sich um Subtraktionsbilder zweier Laststufen. Die schwarzen Bereiche zeigen die Ausgangslage der Faser und die weißen Bereiche die Lage der Faser nach der Relaxation. Die grauen Bereiche stellen die Matrix da. Es ist jeweils die Gesamtprobe (1), eine vergrößerte Aufnahme des oberen Randbereich (2), der linken Kante (3) und einem Bereich aus dem Zentrum der Probe (4) dargestellt. In den Abbildungen ist die angezeigten Verschiebungen (rote Linie) in Pixelwerten angegeben. Dieser Wert ist jeweils mit der in der Durchstrahlung vorliegenden Pixelgröße von ca 11  $\mu\text{m}$  zu multiplizieren. Beispielsweise entspricht die in Abb. 5.12 (2) angezeigte Verschiebung von 5,92 Pixel, einer tatsächlichen Verschiebung von ca 66  $\mu\text{m}$ . Aus der Vermessung der Verschiebung über alle Proben lässt sich generell folgern:

1. Abnahme der Faserbewegung bei der Relaxation pro Laststufe
2. Faserbewegung findet sowohl horizontal (x-Richtung) als auch parallel zur Zugrichtung (y-Richtung) statt
3. in Abhängigkeit der Materialablage bei der Probenherstellung (Druckrichtung) zur Einspannung (welche Kante der Probe befindet sich in oberer bzw. unterer Einspannung) kommt es zu einer Faserbewegung nach links oder rechts in negativer Zugrichtung
4. die 200  $\mu\text{m}$  weist etwas geringere Faserbewegung auf als die 100  $\mu\text{m}$  Probe

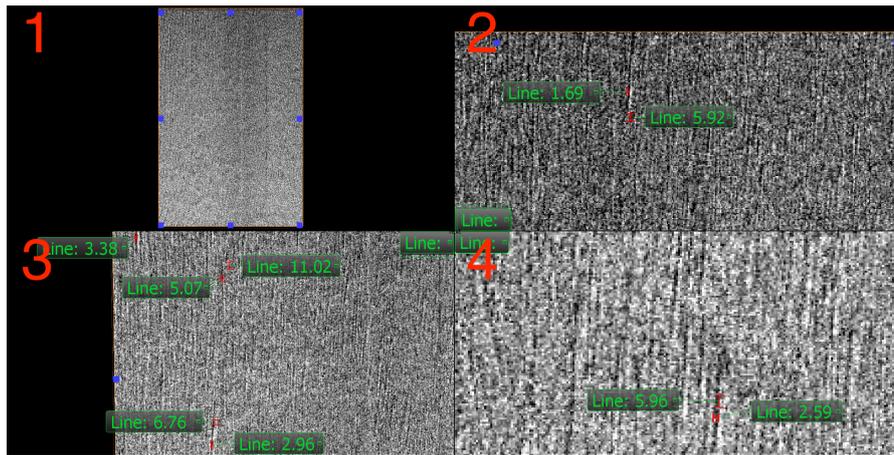


Abbildung 5.12: Subtraktionsbild der 260  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation

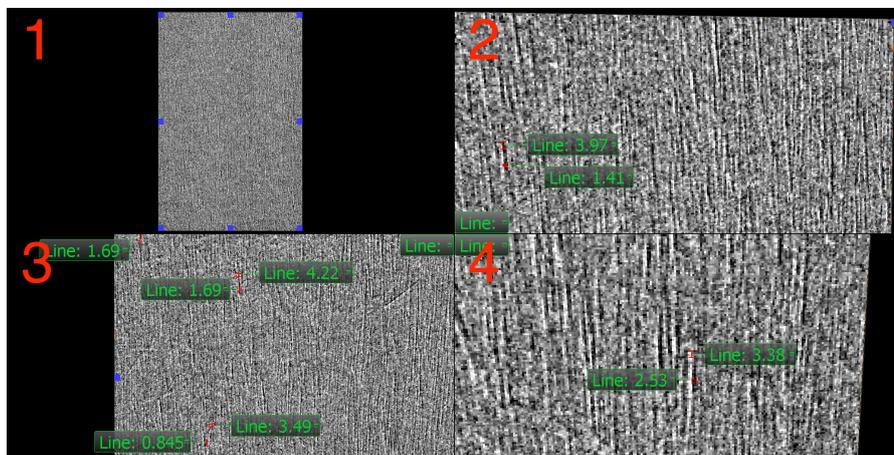


Abbildung 5.13: Subtraktionsbild der 260  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation

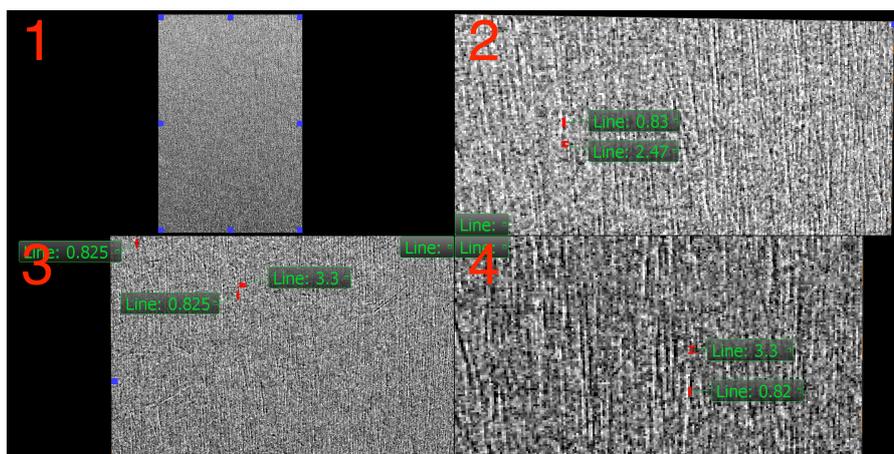


Abbildung 5.14: Subtraktionsbild der 260  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation

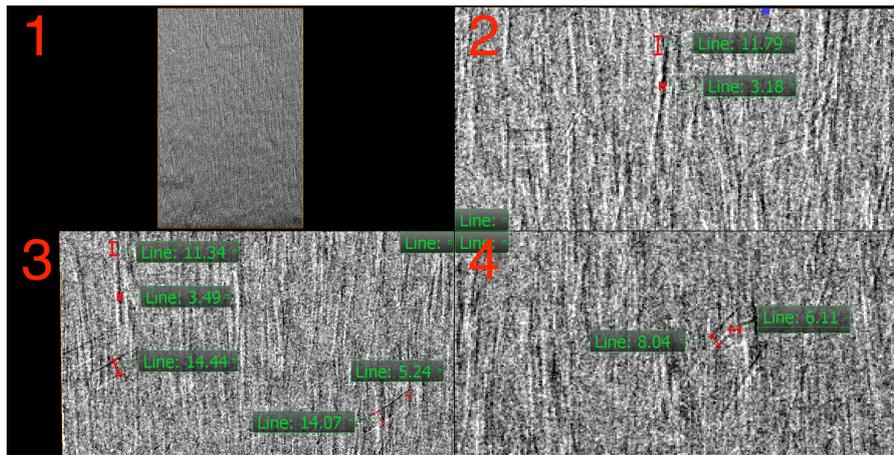


Abbildung 5.15: Subtraktionsbild der 130  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation

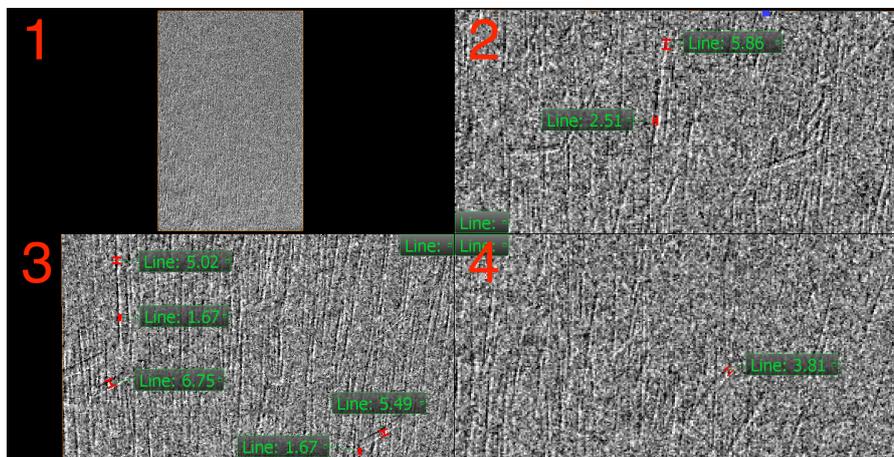


Abbildung 5.16: Subtraktionsbild der 130  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation

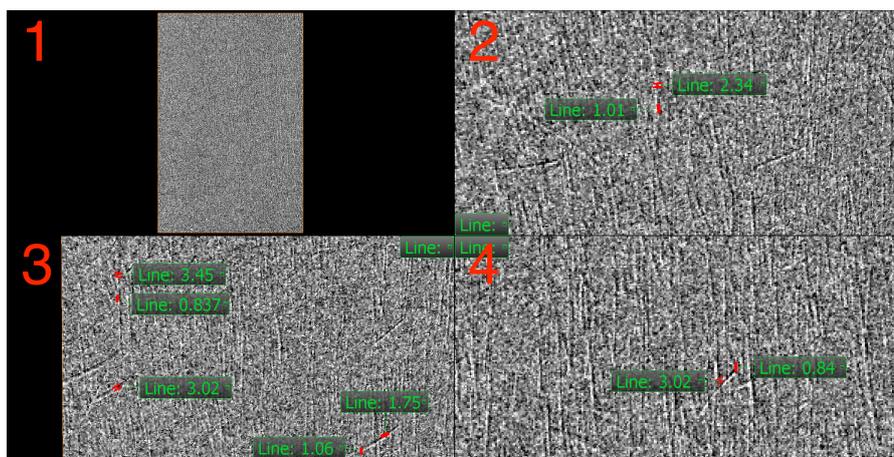


Abbildung 5.17: Subtraktionsbild der 130  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation

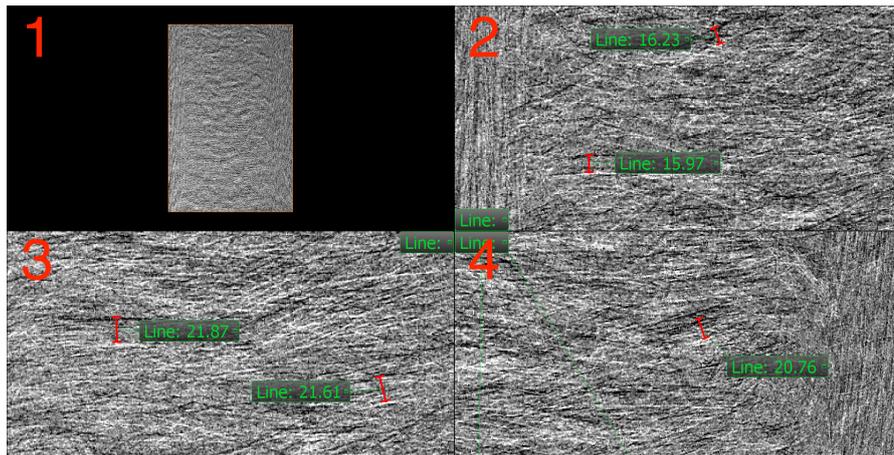


Abbildung 5.18: Subtraktionsbild der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation

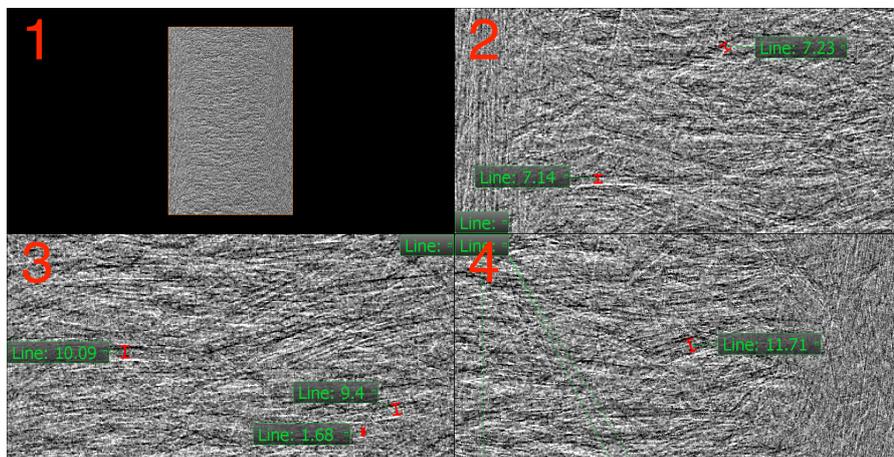


Abbildung 5.19: Subtraktionsbild der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation

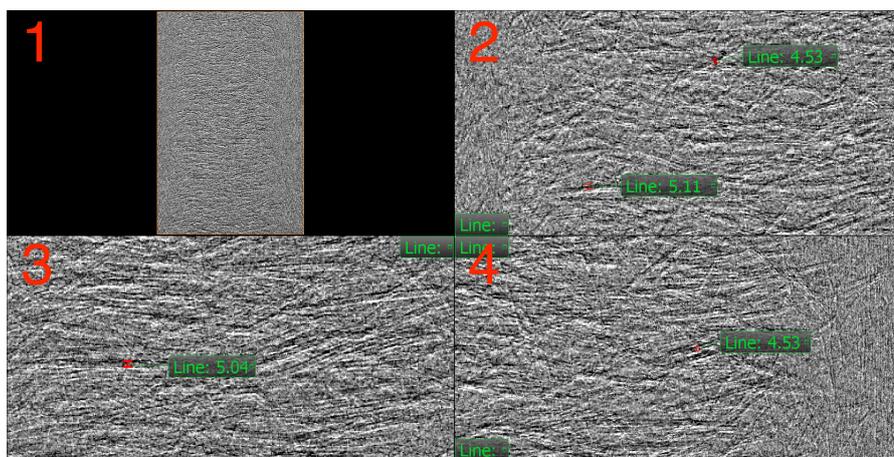


Abbildung 5.20: Subtraktionsbild der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation

Bei allen Proben findet eine konstant gerichtete Faserbewegung über alle Laststufen statt. Bei einer axialen Lasteinleitung während des Zugversuchs ist auch die Spannungsverteilung im elastischen Werkstoffbereich über die Probe konstant und somit muss auch eine axiale Faserbewegung stattfinden. Die Axialität der Krafteinleitung auf die Probe ist in Kapitel 3.3.3 überprüft worden. Eine Scherbewegung der Faser deutet auf eine Kerbwirkung innerhalb der Probe hin. Auf Grund der bereits erwähnten Materialablage bei der Probenherstellungen, können Kerben im Randbereich entstanden sein. Innerhalb der Proben sind in der Radiographie keine Fehlstellen (Poren etc.) ersichtlich. Da die Bewegung der Fasern innerhalb der Proben ausschließlich in eine Richtung stattfindet, kann darauf geschlossen werden, dass eine Kerbwirkung im Randbereich der Probe die Scherbewegung verursacht. In den durchgeführten Zugversuchen (Kapitel 5.1) kann bereits auf eine Kerbwirkung der Probe geschlossen werden. Dieses Verhalten muss in der CT-Aufnahme überprüft werden, um einen möglichen Einfluss durch Probenbewegungen während des Versuches auszuschließen. Eine Probenbewegung könnte eine seitliche Bewegung der Fasern bewirken, da die beiden Radiographien nicht mehr exakt übereinstimmen.

Die Faserverschiebung nimmt pro Laststufe ab. Dies lässt darauf schließen, dass, durch die Faserverschiebung bei der vorangegangenen Relaxation, die aufgebrachte Spannungen kompensiert wurden. Dadurch kann bei erneuter Lastzufuhr die neuen Spannungen leichter kompensiert werden.

Die senkrecht zum Zug gedruckten 100 und 200  $\mu\text{m}$  Proben weisen ein identisches Verhalten auf. Die Unterschiede der Verschiebung von 10-20  $\mu\text{m}$  können auf Messungenauigkeiten bei der Auswertung zurückgeführt werden. Die Pixelgröße liegt bei ca 11  $\mu\text{m}$ . Eine exakte Bestimmung des Beginns bzw. Endes der Faser auf ein Pixel genau, ist nicht möglich. Aus diesem Grund kann angenommen werden, dass bei beiden das selbe Relaxationsverhalten vorliegt.

Die Verschiebung innerhalb der parallel zum Zug gedruckten 200  $\mu\text{m}$  Proben scheint sehr groß zu sein. Aus der Vorüberlegung heraus, muss hier eine geringere Faserbewegung stattfinden, als bei den senkrecht gedruckten Proben. Bei der Probendicke von 200  $\mu\text{m}$  hat der senkrecht gedruckte Randbereich (Limitierung durch Druckeinstellungen; Kontur der Probe wird zuerst durch zwei kontinuierliche Stränge gedruckt) einen großen Einfluss auf das Relaxationsverhalten, da der Faseranteil ca. 1/4 des Gesamtvolumens beträgt. Ein Großteil der aufgebrachten Last wird vermutlich im Randbereich über die senkrechten Fasern ausgeglichen, da diese die aufgebrachte Spannung besser aufnehmen können. Dadurch kommt es dazu, dass die Randzone eine hohe Relaxationsbewegung aufweist und die Matrix und Fasern im Zentrum auch in Relaxationsrichtung mitbewegt werden. Hier überwiegt der Einfluss der Matrix. Des Weiteren war die Probenherstellung der dünnen parallel gedruckten Proben schwierig. Die maximale Dicke lag bei 200  $\mu\text{m}$ . Hier lag zusätzlich eine sehr hohe Fehlquote von  $\pm 50-60 \mu\text{m}$  vor. Kleiner 200  $\mu\text{m}$  war kein Druck möglich. Daher kann auch eine mangelhafte Lagenanbindung zu höherer Faserbewegung im Zentrum führen. Die Relaxationsbewegung bei der 4 mm Probe mit höherem Volumenanteil parallel gedruckter Fasern sollte aussagekräftigere Ergebnisse aufweisen.

Probe	Stufe	Verschiebung x-y-Richtung	Verschiebung z-Richtung	Richtung
100 $\mu\text{m}$ senkrecht	1	80-150 $\mu\text{m}$	60-80 $\mu\text{m}$	↗ oder ↖
	2	50-120 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	3	20-80 $\mu\text{m}$	10-20 $\mu\text{m}$	↗ oder ↖
200 $\mu\text{m}$ senkrecht	1	60-100 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	2	30-50 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	3	20-40 $\mu\text{m}$	10-20 $\mu\text{m}$	↗ oder ↖
200 $\mu\text{m}$ parallel	1	80-120 $\mu\text{m}$	70-80 $\mu\text{m}$	↑; leicht ↗
	2	30-40 $\mu\text{m}$	-	↑; leicht ↗
	3	30-40 $\mu\text{m}$	-	↑

Tabelle 5.5: Verschiebungsrichtung und -länge der Proben pro Stufe mittels DVC aus CT-Messungen; Richtung in Abhängigkeit der Einspannrichtung der Probe; Pfeile geben die Verschiebungsrichtung der Fasern an

In Tabelle 5.5 sind die Verschiebungslängen und -richtungen der durchgeführten CT-Messungen aufgelistet. Abbildungen 5.21 bis 5.29 zeigen die DVC-Auswertung der Faserbewegung (siehe auch Kapitel 7 Anhang). Pro Abbildung ist die überlagerte Segmentierung zweier aufeinanderfolgender Laststufen dargestellt. In der Auswertung wurden drei Lagen als Referenz angezeigt. Die Pfeile geben die Faserbewegung zwischen zwei Relaxationen an. Die Pfeillänge ist keine Referenz für die Länge der Verschiebung. Ausschlaggebend ist die Färbung der Pfeile. In der Legende sind die entsprechenden Werte abzulesen. Zusätzlich ist die Färbung nicht eins zu eins auf andere DVC's übertragbar. Gleiche Färbung bedeutet nicht zwangsläufig die selbe Verschiebungslänge. Alle DVC's müssen zunächst getrennt ausgewertet und dann verglichen werden. Bei der Auswertung der dünnen Proben wird ersichtlich:

1. Faserbewegung in x-y-Richtung; ähnlich zur Radiographie in Abhängigkeit der Materialablage bei der Probenherstellung zur Richtung der Einspannung
2. kaum bis keine Faserbewegung in z-Richtung (senkrecht zum Zug); Ausnahme erste Laststufe
3. größere Spanne der Faserbewegung pro Stufe
4. Abnahme der Faserbewegung von Stufe zu Stufe

Direkt ersichtlich ist, dass eine Korrelation zwischen CT und Radiographie gezogen werden kann. Sowohl Richtung der Faserbewegung, als auch die Länge der Faserbewegung der senkrecht gedruckten Proben stimmen überein. Damit ist auch belegt, dass eine Kerbwirkung im Randbereich der Probe ursächlich für die seitliche Faserbewegung sein muss. Die größere Spanne der Verschiebung in x-y-Richtung liegt daran, dass die auf die CT-Messung angewendete DVC-Messung deutlich genauer ist und auch einzelne Glaspartikel mit berücksichtigt. Gerade die Glaspartikel haben eine größere Beweglichkeit, da sie kaum Spannungen ausgleichen aber durch die umgebenden Fasern und die Einbettung in der Matrix verschoben werden. Durch Vergleich mit den Zugversuchen aus Kapitel 5.1. lässt sich erkennen, dass das Bruchverhalten der Proben

eine Kerbwirkung in der Nähe der Probeneinspannung aufweist. Diese Kerbwirkung kann auch in der DVC auf Grund der Scherbewegung der Fasern nachgewiesen werden. Der Grund für die Kerbwirkung ist die Probenherstellung. Durch den Zug auf die Probe ist die Spannung durch die Kerbwirkung in diesem Bereich höher als im Rest der Probe. Bei der Relaxation müssen die Fasern in dieser Richtung die Spannungen ausgleichen. Daher findet die Faserbewegung nicht senkrecht, sondern zur Kerbe gerichtet statt.

Bei der ersten Laststufe ist vor allem bei den  $100\ \mu\text{m}$  senkrecht gedruckten und  $200\ \mu\text{m}$  parallel gedruckten Proben eine ungerichtete Faserbewegung zwischen dem unbelasteten Zustand und dem Zustand nach der 1. Relaxation zu sehen. Dies liegt an dem hohen Anteil an parallel zum Zug liegenden Fasern. Nach der ersten Lastaufbringung findet eine Ausrichtung der Fasern statt. Die Fasern passen sich der Spannung innerhalb der Probe an. Dies bedeutet, dass es zu einer Bewegung auch seitlich zur Zugrichtung kommt. Bei den folgenden Laststufen sind die Fasern bereits gerichtet und kompensieren die neu aufgebrachte Spannung nur noch über die Verschiebung entgegen der Zugrichtung.

Bei den senkrecht zum Zug gedruckten  $100$  und  $200\ \mu\text{m}$  Proben ist wiederum eine Diskrepanz zwischen den Verschiebungslängen pro Stufe zu erkennen. Dies widerlegt die Annahme aus der Radiographie, dass Messungenauigkeiten dafür verantwortlich sind. Daher kann daraus geschlossen werden, dass bereits die Verdoppelung der Drucklagen ( $100\ \mu\text{m}$  eine Lage;  $200\ \mu\text{m}$  zwei Lagen) zu einer Reduktion der Einzelfaserbewegung führt, da mehr Fasern vorliegen, die die inneren Spannungen kompensieren.

Bei der parallel gedruckten Probe findet eine leicht geringere Faserbewegung im Vergleich zu den senkrecht gedruckten Proben statt. Dies würde die Annahme bestätigen, dass hier weniger Spannungen über die Faser abgebaut werden. Der Unterschied zu den senkrecht gedruckten Proben ist daher so gering, da ein Einfluss der senkrecht gerichteten Fasern in der Randzone vorliegt.

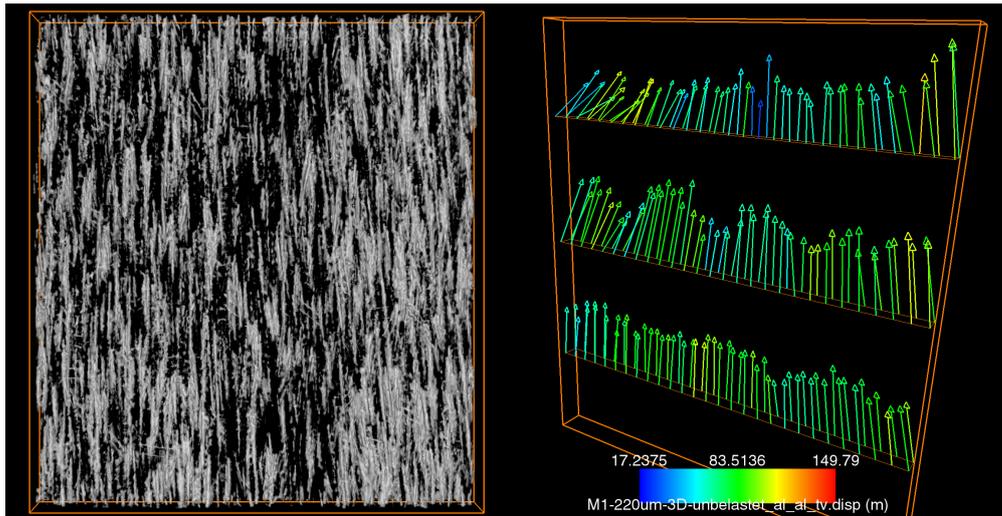


Abbildung 5.21: DVC der 260  $\mu\text{m}$  Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

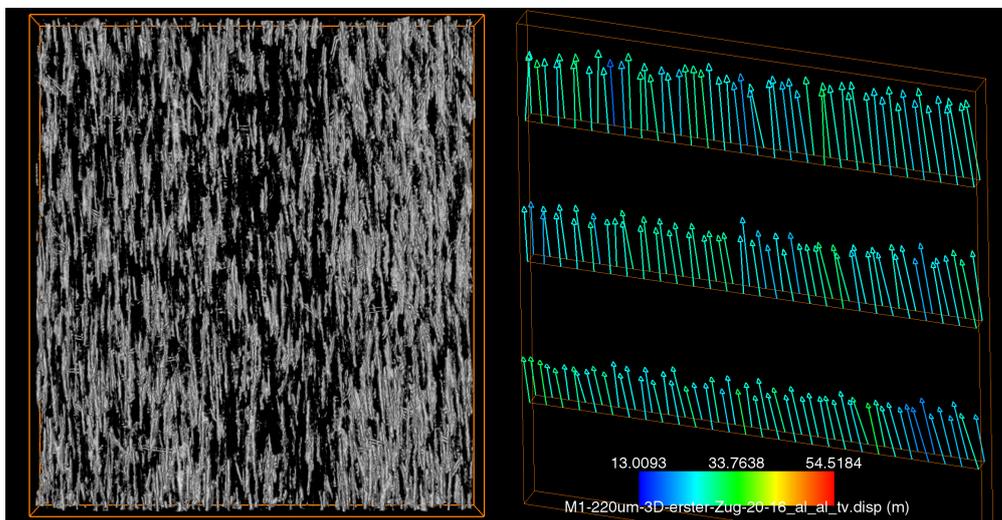


Abbildung 5.22: DVC der 260  $\mu\text{m}$  Probe. 1. und 2. Relaxation

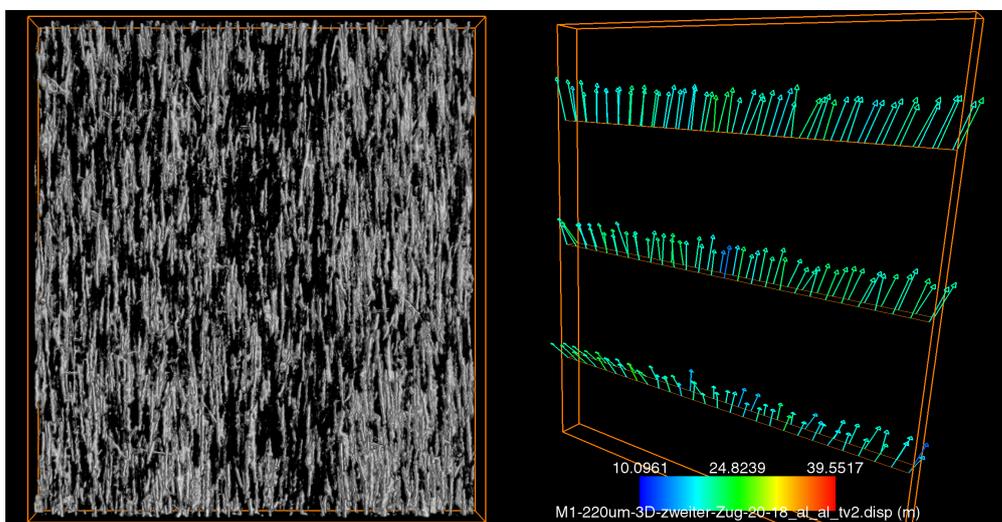


Abbildung 5.23: DVC der 260  $\mu\text{m}$  Probe. 2. und 3. Relaxation

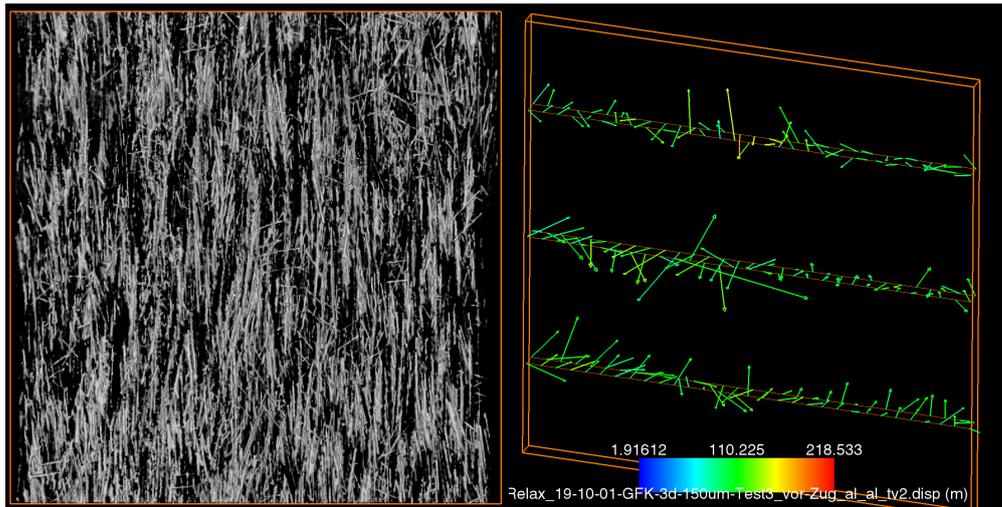


Abbildung 5.24: DVC der 130  $\mu\text{m}$  Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

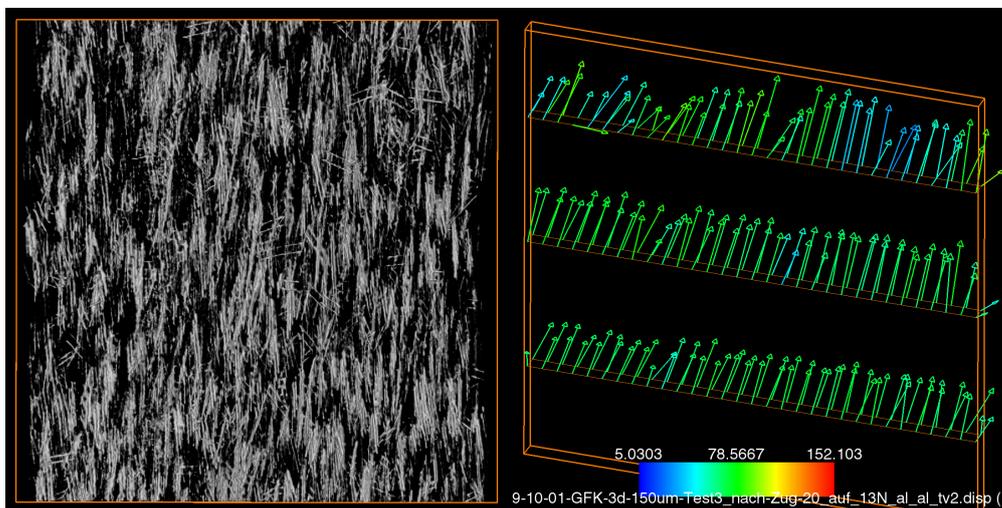


Abbildung 5.25: DVC der 130  $\mu\text{m}$  Probe. 1. und 2. Relaxation

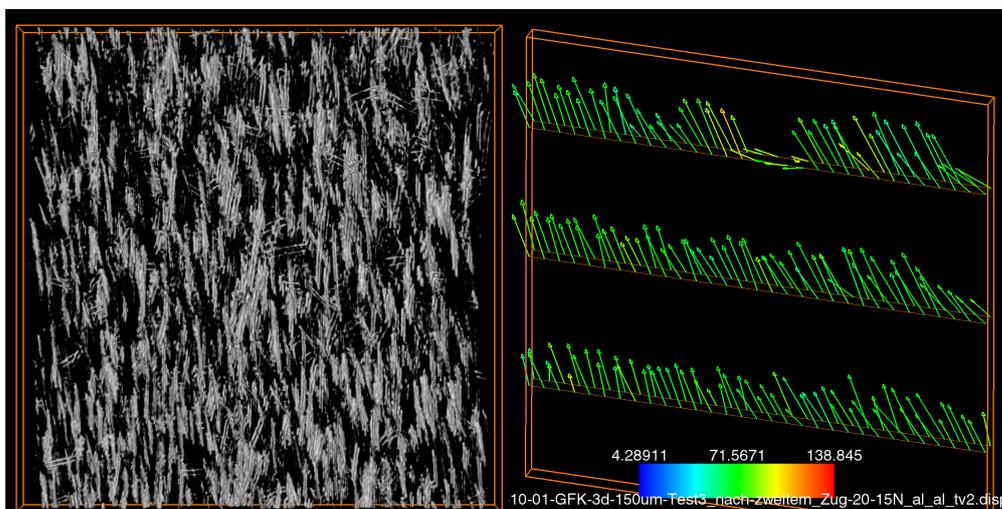


Abbildung 5.26: DVC der 130  $\mu\text{m}$  Probe. 2. und 3. Relaxation

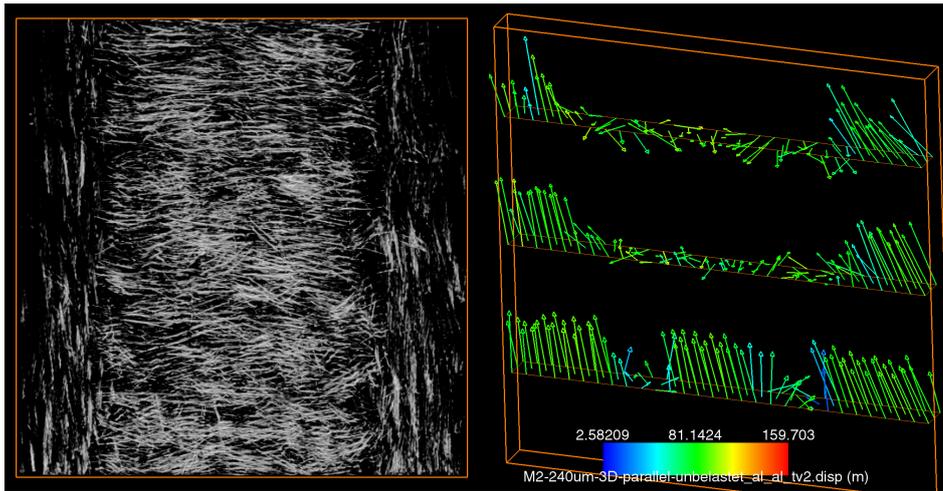


Abbildung 5.27: DVC der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

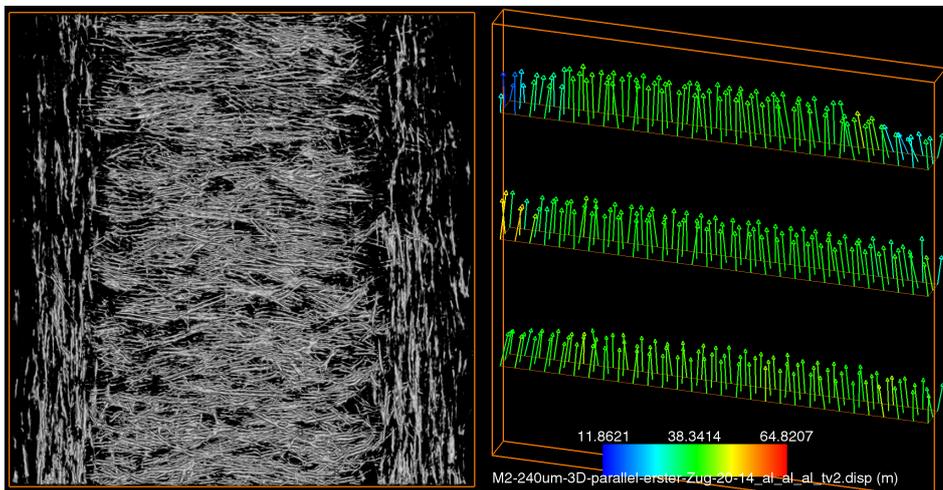


Abbildung 5.28: DVC der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. 1. und 2. Relaxation

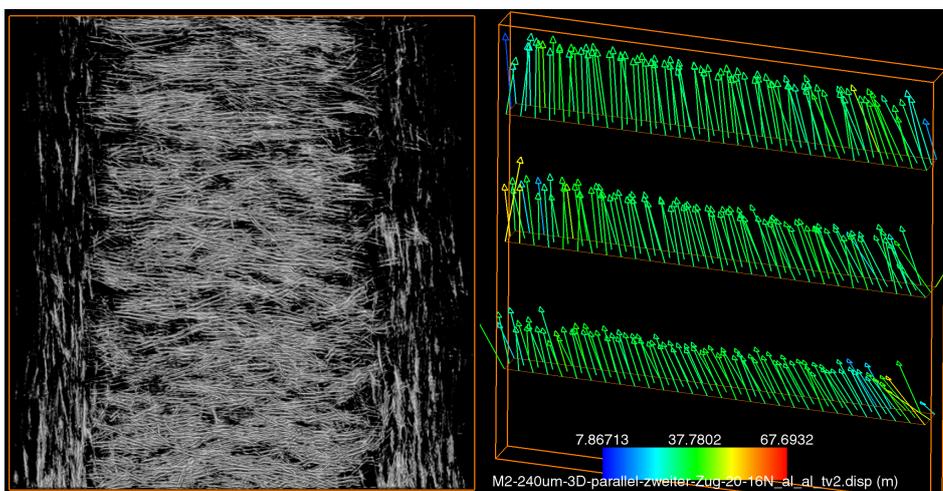


Abbildung 5.29: DVC der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckte Probe. 2. und 3. Relaxation

### 5.2.2 Vergleich der bisherigen Erkenntnisse mit CT's der 4 mm Proben

Im nächsten Schritt wird eine Korrelation der Ergebnisse zu den 4 mm dicken senkrecht und parallel gedruckten Proben erstellt. Zusätzlich wird ein Vergleich dieser Ergebnisse zum Relaxationsverhalten der spritz-gegossenen Proben gezogen. Zu erwarten ist:

1. vergleichbare Faserbewegung innerhalb der Probe auf Grund der Kerbwirkung im Randbereich
2. durch höheren Faseranteil (größeres Probenvolumen) kleinere Faserbewegung bei der Relaxation
3. auf Grund der Axialität der Zugkraft keine Faserbewegung in z-Richtung
4. senkrechte Faserbewegung (y-Richtung) bei den parallel gedruckten Proben
5. vergleichbares Verhalten der additiv gefertigten Proben zu den Spritzgussproben

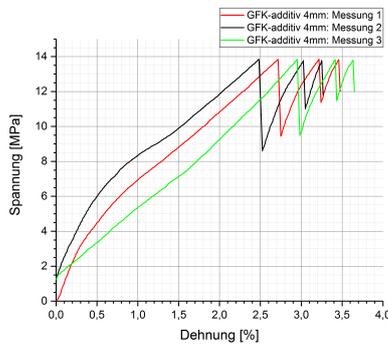


Abbildung 5.30:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 4 mm senkrecht gedruckten Probe

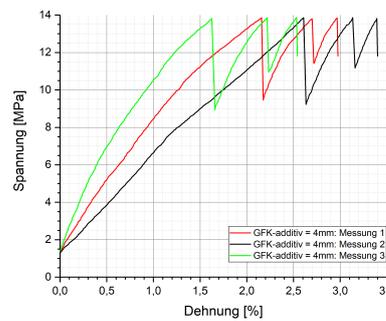


Abbildung 5.31:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 4 mm parallel gedruckten Probe

Aus den aufgenommenen  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven in Abb. 5.30 und 5.31 für die 4 mm Proben lässt sich ein vergleichbares mechanisches Verhalten während und zwischen der Relaxation im Vergleich zu den 100 und 200  $\mu\text{m}$  Proben erkennen. Daraus lässt sich folgern, dass auch das Verhalten der Fasern im Volumen ähnlich sein muss. In Tab. 5.6 sind die Verschiebungslängen und Richtungen der Fasern aufgelistet. Zu erkennen ist:

1. Faserbewegung/-richtung korreliert mit denen der dünnen Proben
2. Faserbewegung der 4 mm Proben 20-40  $\mu\text{m}$  geringer als bei 200  $\mu\text{m}$  Proben
3. keine Faserbewegung in z-Richtung messbar
4. 4 mm parallel gedruckte Proben etwas geringere Faserbewegung als 4 mm senkrecht gedruckte Proben
5. Spritzgussproben weisen trotz unterschiedlichem Fasergehalt vergleichbares Verhalten auf
6. Verhalten der additiv gefertigten Proben korreliert mit dem der Spritzgussproben

Probe	Stufe	Verschiebung x-y-Richtung	Verschiebung z-Richtung	Richtung
4 mm senkrecht	1	40-60 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	2	30-50 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	3	5-25 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
4mm parallel	1	30-50 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	2	30-40 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	3	20-30 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
2% Spritzguss	1	40-70 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	2	30-40 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	3	30-40 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
5% Spritzguss	1	30-40 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	2	30-40 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖
	3	15-20 $\mu\text{m}$	-	↗ oder ↖

Tabelle 5.6: Verschiebungsrichtung und -länge der Proben pro Stufe mittels DVC aus CT-Messungen; Richtung in Abhängigkeit der Einspannrichtung der Probe bzw. beim Spritzguss in Abhängigkeit der Faserorientierung

Das Verhalten der 4 mm Proben entspricht im wesentlichen der Vorüberlegung. Die Korrelation zu dünneren Proben kann gezogen werden. Die Abnahme der maximalen Verschiebung pro Laststufe im Vergleich zu den dünnen Proben ist durch den höheren Faseranteil zu erklären. Die Spannungen verteilen sich gleichmäßig auf die Fasern, was dazu führt das jede Einzelfaser weniger Spannungen ausgleichen muss.

Nach der ersten Laststufe (Abb. 5.32 und 5.35) ist wegen der ungerichteten Faserbewegung zu erkennen, dass eine Ausrichtung der Fasern durch die Lasteintragung stattfindet. Auf Grund des höheren Anteils an Fasern als bei den dünnen Proben, ist bei den senkrecht zum Zug gedruckten 4mm Proben bereits eine eindeutige Scherbewegung der Faser hin zur Kerbwirkung ersichtlich. Bei den 4 mm parallel gedruckten Proben fällt die Scherbewegung um 10 - 20  $\mu\text{m}$  geringer aus, ist aber zu erkennen. Ersichtlich ist, dass im Vergleich zu den 200  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Proben (Abb. 5.27) ein Einfluss der Randzone (durch Materialablage bei der Probenherstellung bedingte senkrechte Drucklage in der Randzone) nach der ersten Laststufe nicht erkennbar ist.

Die gleichmäßige Verschiebung der Fasern bei weiteren Laststufen innerhalb der Probe deutet wiederum darauf hin, dass eine konstante Spannungsverteilung innerhalb der Probe vorliegt. Daher trifft das bereits bei den dünnen Proben beschriebene Verhalten der Faser auch auf die 4 mm Proben zu. Eine Korrelation zu den 100 und 200  $\mu\text{m}$  Proben kann gezogen werden. Dies impliziert weitergehend, dass auch die Parallele zur Durchstrahlungsprüfung vorliegt. Mit Ausnahme der z-Richtung (keine Volumeninformation in Durchstrahlung detektierbar) kann die Faserbewegung auch in der Durchstrahlung mit  $\pm 10\text{-}20 \mu\text{m}$  exakt bestimmt und verfolgt werden. Die CT-Messungen belegen folglich die Richtigkeit Auswertung der Durchstrahlungsbilder. In-Situ-Messungen von dynamischen Prozessen innerhalb der additiv gefertigten GFK-Proben können durchgeführt werden

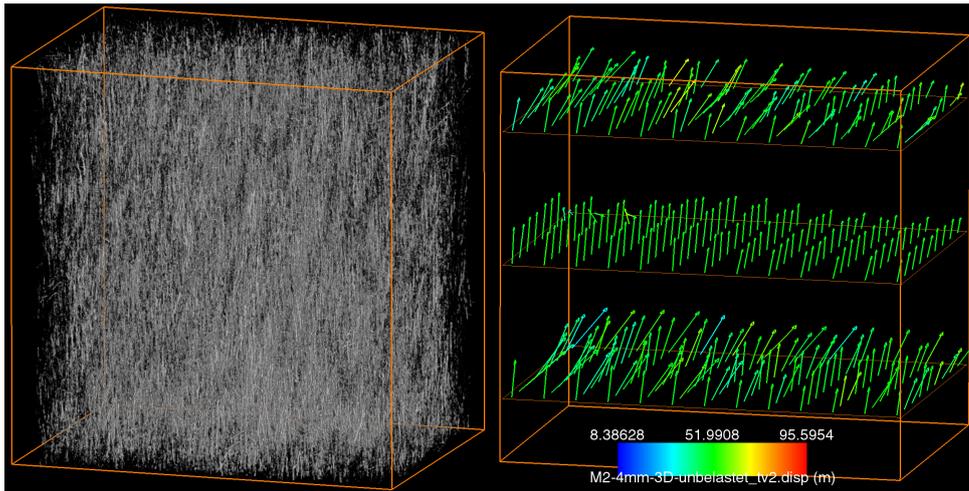


Abbildung 5.32: DVC der 4 mm Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

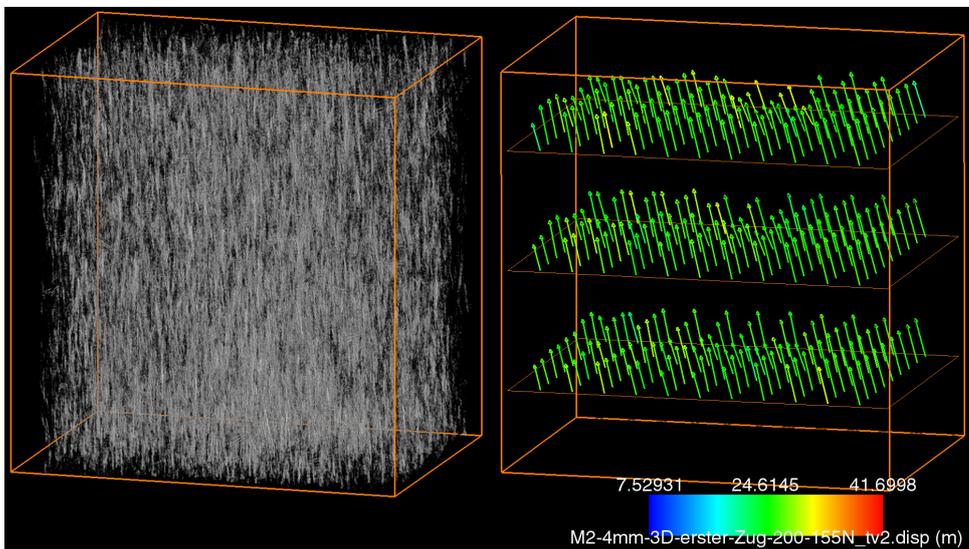


Abbildung 5.33: DVC der 4 mm Probe. 1. und 2. Relaxation

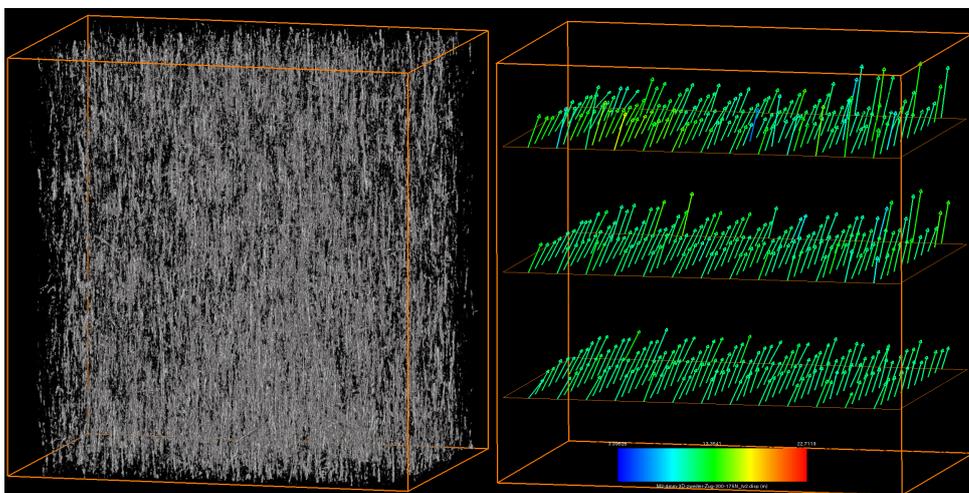


Abbildung 5.34: DVC der 4 mm Probe. 2. und 3. Relaxation

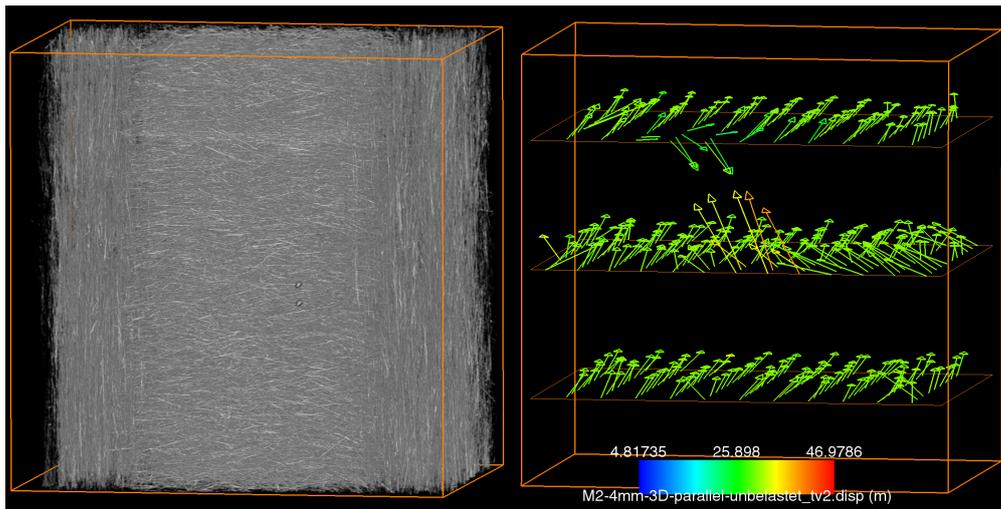


Abbildung 5.35: DVC der 4 mm parallel gedruckten Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

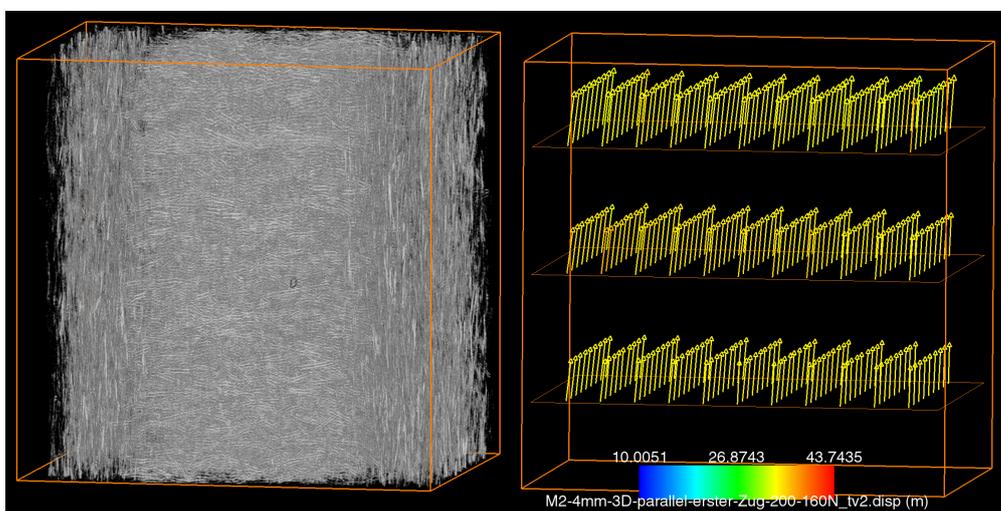


Abbildung 5.36: DVC der 4 mm parallel gedruckten Probe. 1. und 2. Relaxation

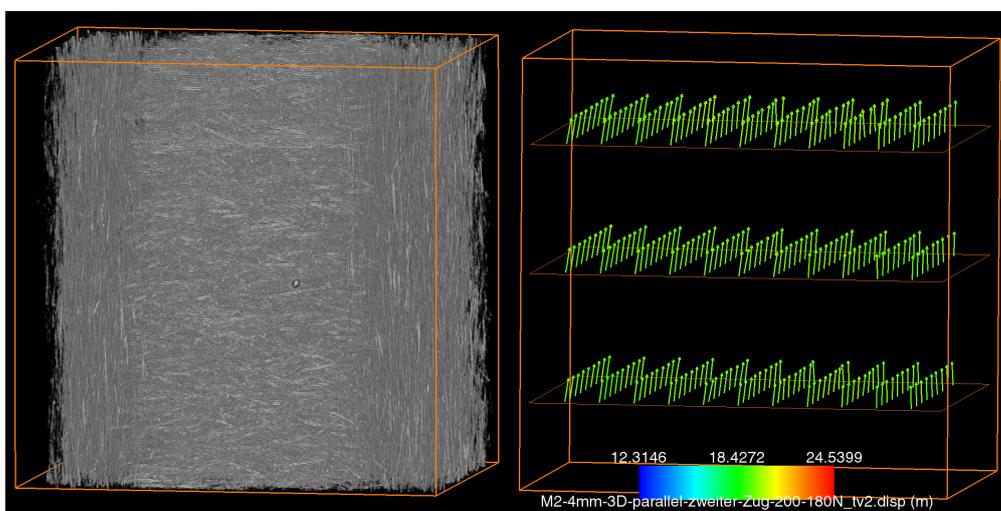


Abbildung 5.37: DVC der 4 mm parallel gedruckten Probe. 2. und 3. Relaxation

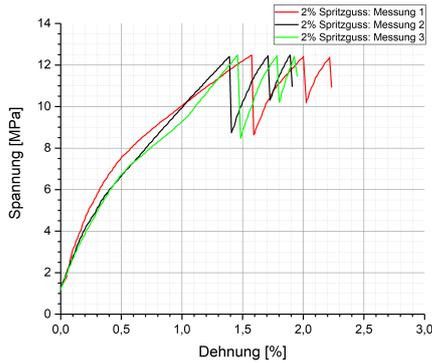


Abbildung 5.38:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 2 % Spritzguss-Probe

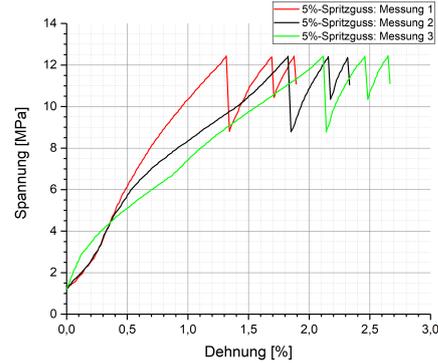


Abbildung 5.39:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 5 % Spritzguss-Probe

Als Referenz wurde das Relaxationsverhalten der 2 und 5 % Spritzgussproben bestimmt. Auch hier lässt sich eine Parallele zu den additiv gefertigten Proben erkennen. Die Spritzgussproben weisen eine ähnliche Faserbewegung auf. Erkennbar ist, dass in den Spritzgussproben die Faserorientierung willkürlich, also nicht gerichtet ist. Somit können sowohl senkrecht, als auch parallel zum Zug gerichtete Fasern beobachtet werden. Der Anteil der senkrecht gerichteten Fasern überwiegt, so dass das Verhalten vergleichbar mit den additiv gefertigten senkrecht gedruckten Proben ist. Die generelle Faserbewegung innerhalb der Spritzgussproben weist wieder die Axialität zur Zugrichtung auf. Es findet keine Faserbewegung in z-Richtung statt. Eine Ausnahme ist auch hier nach der ersten Laststufe zu beobachten. Eine ungerichtete Faserbewegung zu erkennen. Der Grund hierfür ist derselbe wie bei den additiv gefertigten Proben, d.h. die Fasern müssen sich zunächst an die eingebrachte Spannung anpassen, bevor eine Faserbewegung zum Spannungsausgleich stattfinden kann. Betrachtet man die Verschiebung in Abb. 5.40 ist zu sehen, dass senkrecht zum Zug liegende Fasern (horizontale Ausrichtung) eher eine Bewegung in z-Richtung vollziehen. Parallel zum Zug liegende Fasern (vertikale Ausrichtung) zeigen kaum Bewegung in z-Richtung und zeigen bereits in dieser Stufe die Tendenz auf, sich in Richtung der Kerbwirkung auszurichten. Dies belegt die Annahme, dass Fasern in Zugrichtung Spannungen eher ausgleichen können als Fasern senkrecht zum Zug. Bei diesen muss zunächst eine Ausrichtung stattfinden, bevor diese die Fähigkeit aufweisen, innere Spannungen zu kompensieren.

Auch bei den Spritzgussproben treten Scherkräfte auf, die eine seitliche Verschiebung der Fasern bewirken. Mit 5-10  $\mu\text{m}$  Verschiebung in x-Richtung fällt diese aber kleiner aus, als bei den additiv gefertigten Proben. Diese leichten Scherkräfte können durch Kerben im Randbereich auftreten, die durch die Bearbeitung beim Herausfräsen entstanden sind. Aber auch im Übergangsbereich vom Zugsteg zur Probeneinspannung kann, auf Grund der Probengeometrie, eine höhere Spannungskonzentration auftreten. Das bestätigen die Zugversuche und das daraus resultierende Bruchverhalten der Spritzgussproben. Das Bruchereignis fand nahe der Einspannung statt. Da diese Kerben im Gegensatz zu den additiv gefertigten Proben in der Radiographie oder CT nicht erkennbar sind, sind die dadurch resultierenden Scherkräfte kleiner als in den additiv gefertigten Proben. Daher fällt auch die Scherbewegung der Fasern geringer aus.

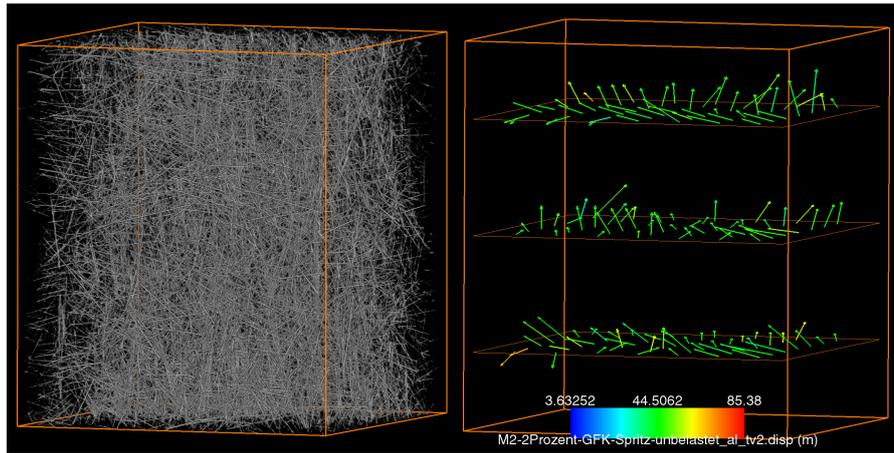


Abbildung 5.40: DVC der 2 % Spritzguss-Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

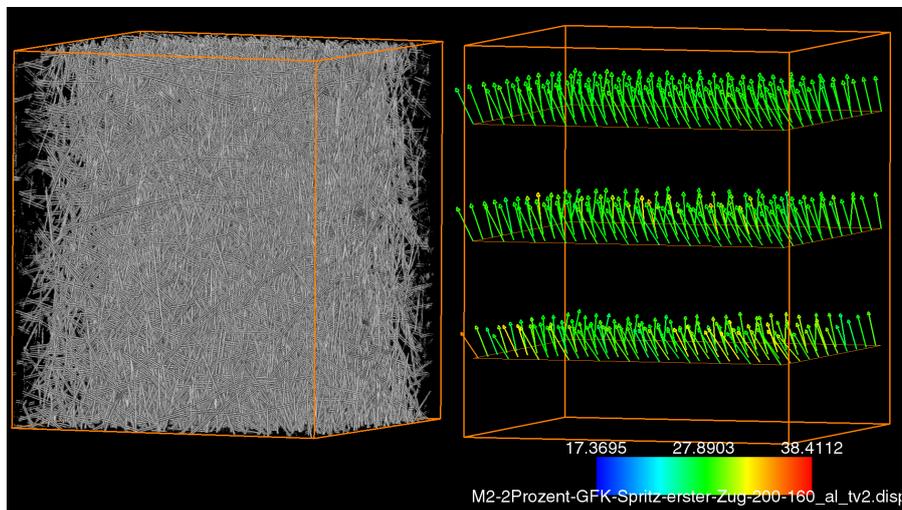


Abbildung 5.41: DVC der 2 % Spritzguss-Probe. 1. und 2. Relaxation

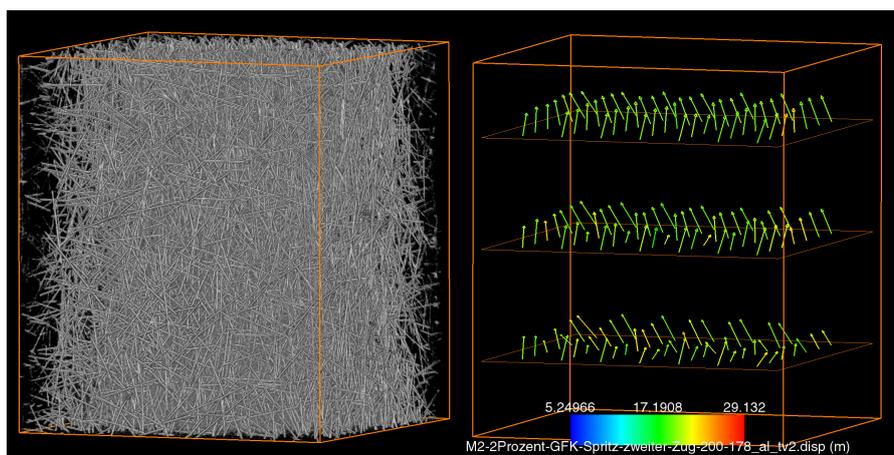


Abbildung 5.42: DVC der 2 % Spritzguss-Probe. 2. und 3. Relaxation

### 5.3 Simulation der Verschiebung mittels COMSOL

Zur Simulation des Relaxationsverhaltens der additiv gefertigten Proben wurde die Software COMSOL *Multiphysics*<sup>®</sup> verwendet. Die erstellte CAD-Zeichnung (siehe Kap. 4.2, Abb. 4.14) der Probe wurde in das Programm geladen. Zur Materialgenerierung mussten die im Material-Datenblatt angegebenen Kennwerte angegeben werden. Der Hersteller EUMarkers gibt in seinem Produktdatenblatt nicht alle Materialkennwerte an, sodass keine vollständige Parametrisierung möglich war. Vor allem die fehlende Angabe des E-Moduls, der Faserverteilung und der Wärmeleitfähigkeit waren entscheidend. Zusätzlich ergab sich das Problem, dass COMSOL kurzfaserverstärktes Material als isotrop annimmt. Dies hat zur Folge, dass keine differenzierte, qualitative Betrachtung der Faserbewegung stattfinden kann, sondern nur das Dehnungsverhalten bzw. die Spannungsverteilung der gesamten Probe betrachtet werden kann. Eine direkte Korrelation der Faserbewegung zu den Röntgen-Messungen kann daher nicht gezogen werden. Bei bekannter Wärmeleitfähigkeit wäre eine Verfolgung der Faserbewegung möglich gewesen. Auf Angabe eines Referenzwertes aus der Literatur wurde, wegen fehlender Vergleichbarkeit der Simulation, verzichtet. Die allgemeine Simulation wurde trotzdem durchgeführt, um den Spannungsverlauf über die Probe zu simulieren. Damit wird die Annahme überprüft, dass eine homogene Spannungsverteilung über den gesamten Zugbereich vorliegt. Eine quantitative Folgerung über die Faserverschiebung während der Relaxation kann gezogen werden. Die im Experiment ermittelten Daten werden somit anhand des Spannungsverlaufs überprüft.

Zur Berechnung des Verschiebungsfeldes wurde nur der Zugsteg der Probe verwendet. Trotzdem muss beachtet werden, dass bei realen Zugversuchen durch den Bereich der Einspannung Einfluss auf das Zugverhalten der Probe entstehen kann.

Die Implementierung eines Relaxationsversuches mittels COMSOL ist leider nicht trivial. Um eine einfachere Variante zu erhalten, wurde der Relaxationsversuch mittels eines unterbrochenen Last-Wechsel-Versuch gefahren. D.h. es wurde bis zum gewünschten Wert von 200 N belastet und die Spannung im Anschluss bis auf den im Versuch ermittelten Wert von 170 N (erste Relaxationstufe) entlastet und die Simulation im Anschluss gestoppt. Darüber kann in Näherung ein Relaxationsversuch simuliert werden.

In Abb. 5.43 ist das Ergebnis der Simulation dargestellt. Die Spannungen über die Probe liegen an der Oberfläche zwischen 0,5 bis 2 N/mm<sup>2</sup>. Im unteren Bereich des Zugstegs liegt eine leicht höhere Spannung vor als im oberen Bereich. Jedoch kann von einer homogenen Spannungsverteilung über die Probe ausgegangen werden. Die Bereiche unterschiedlicher Spannungen rühren von der nicht definierbaren Verteilung der Fasern in der Probe her. Da wir das Material in der Simulation nur im Gesamten definieren können, lässt sich keine homogene bzw. gerichtete Faserverteilung generieren. Daher ist zu vermuten, dass in diesen Bereichen eine höhere Faserkonzentration vorliegt. Weitere Fehlerquellen sind:

- Keine exakte Simulation eines Relaxationsversuchs
- Fehlende Materialkenndaten

- Material als isotrop angenommen
- keine Simulation von Materialfehler möglich, die in additiver Fertigung entstehen  
⇒ Probenspezifische Fehler können nicht beurteilt werden

Die homogene Spannungsverteilung untermauert trotzdem die Ergebnisse der Versuchsreihe. Eine konstante Spannungsverteilung folgert eine gleichmäßige Faserverschiebung innerhalb der Probe.

Die Simulation führt jedoch nicht zu direkt verwendbaren Ergebnissen. In der Literatur sind bereits Simulationen von GFK-Materialien unter Zug durchgeführt worden, die auch mit Ergebnissen aus CT-Messungen vergleichbar waren. Hierbei handelte es sich aber um uni- bzw. bidirektionale Gewebe. COMSOL *Multiphysics*<sup>®</sup> kann die Faserbewegung hierfür gesondert berechnen und darstellen. Daher wäre es theoretisch möglich für Langfaser-Materialien Relaxationsversuche zu simulieren und die Faserbewegung zu zeigen. Ob es eine Möglichkeit gibt, Kurzfasern gesondert zu betrachten, ist leider nicht bekannt. Daher wird dies in dieser Arbeit nicht weiter verfolgt.

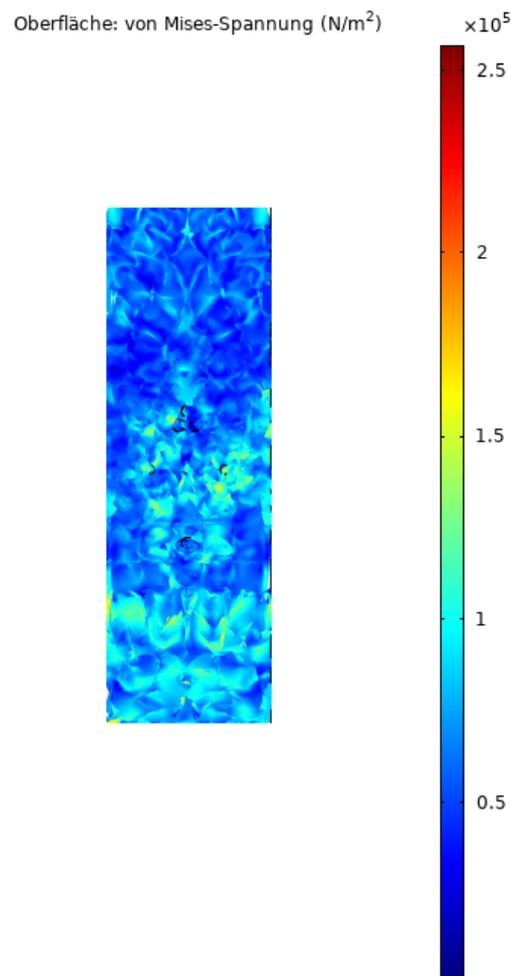


Abbildung 5.43: Simulierter Spannungsverlauf der 4 mm Probe bei Relaxation von 200 N auf 170 N Last

## Kapitel 6

# Zusammenfassung und Ausblick

Die Versuchsreihe zu Relaxationsversuchen additiv gefertigter GFK-Proben zeigt das Potential der In-Situ-Messung mittels Röntgenverfahren auf.

Auf Grund des Gewichts des Zugprüfsystems CT-5000N der Firma Deben UK war der Einbau in die Mikro-CT-Anlage „CT-Alpha“ wegen der Verkippung des Manipulatorisches problematisch. Die Versuchsreihe wurde daher an der Mikro-CT-Anlage „CARL“ des Fraunhofer IZFP durchgeführt. Die Charakterisierung des Zugprüfsystems hat die Funktionsfähigkeit zur Durchführung stabiler und reproduzierbarer Versuche belegt.

Für die Relaxationsversuche wurde eine Prüfanweisung erarbeitet. Das Relaxationsverhalten der Fasern kann sowohl über Radiographie als auch über CT-Messungen erfasst und graphisch ausgewertet werden. Mit Hilfe geeigneter Simulationssoftware wie Avizo kann das Verschiebungsfeld berechnet werden. Eine Korrelation zwischen Radiographie und CT-Messungen kann gezogen werden. Sowohl die dünnen 100 und 200  $\mu\text{m}$  Proben, als auch die 4 mm Proben zeigen das zu erwartende Werkstoffverhalten auf. Die Faserbewegung während der Relaxation richtet sich entgegen der aufgebrachten Zuglast. Zusätzlichen Einfluss durch z.B. Kerbwirkung machen sich durch Scherbewegungen der Fasern während der Relaxation bemerkbar. Mit zunehmender Dicke nehmen die Relaxationsbewegungen auf Grund des höheren Fasergehalts ab. Die Axialität der Bewegung ist zu erkennen, was zusätzlich für die Genauigkeit der Zugprüfmaschine spricht. Der Unterschied zwischen parallel und senkrecht zur Zugrichtung ausgerichteten Fasern ist bei den additiv gefertigten Proben recht gering. Dies liegt an der durch die Druckparameter bedingte Geometrie des Randbereichs der parallel gedruckten Proben. Die senkrecht ausgerichteten Fasern mindern durch den stärkeren Einfluss auf die Zugkraft den Unterschied. Eine Tendenz ist jedoch ersichtlich.

Über den Vergleich mit den spritz-gegossenen Proben kann die Faserbewegung der additiv gefertigten Proben belegt werden. Da bei den spritz-gegossenen Proben sowohl senkrecht als auch parallel zum Zug gerichtete Fasern vorliegen, konnten beide Verhalten veranschaulicht werden.

Ein Vergleich des Relaxationsverhaltens der Versuchsreihe mit einer Simulation über COMSOL *Multiphysics*<sup>®</sup> zeigt eine homogene Spannungsverteilung innerhalb der Probe. Die Bewegung einzelner Fasern konnte in der Simulation nicht betrachtet und somit keine direkte Korrelation zu den Messergebnissen in Avizo hergestellt werden. Der simulierte Spannungsverlauf belegt aber die zu erwartende und gemessene Faserbewegung.

Optimierungsbedarf ist beim vorhandenen Zugprüfsystem, der additiven Probenherstellung und der Verbesserung des Kontrastverhältnisses gegeben.

Die 5 kN Kraftmessdose muss ausgetauscht werden und ggf. das Verhalten des Zugsystems unter Last bis zu 5 kN erneut untersucht werden. Ansonsten entspricht das Zugprüfsystem den geforderten Rahmenbedingungen und liefert verlässliche und aussagekräftige Ergebnisse. Für den Einbau in die Mikro-CT-Anlage „CT-Alpha“ kann über die mittlerweile vorhandene Rekonstruktionssoftware die Verkippung der Drehachse korrigiert werden und die Artefakte durch unzureichende Geometriebestimmung korrigiert werden. Damit ist auch ein wissenschaftlicher Einsatz in dieser Anlage möglich.

Das Kontrastverhältnis zwischen Faser und Matrix muss noch verbessert werden. Daher muss für zukünftige Messungen im Vorfeld klar definiert werden, ob eine kontinuierliche Messung (In-Situ) der Verschiebung über Radiographie-Aufnahmen möglich ist (Wichtig: Dicke der Probe klein genug; geringe Strukturüberlagerung) oder ob ein unterbrochener Zugversuch mit anschließender CT-Messung durchgeführt wird. Dementsprechend müssen die Röntgenparameter (Belichtungszeit, Energie usw.) angepasst werden, so dass eine bessere Auflösung erzielt werden kann. Auch die Verwendung des Nano-Fokus-Modus der „CT-Alpha“ kann zu einer Verbesserung der Auflösung führen. Kleinere Fasern oder Strukturen bis 3  $\mu\text{m}$  können abgebildet werden.

Die Druckparameter für die additiv gefertigten Proben müssen optimiert werden. Teilweise war die Lagenhaftung bzw. Haftung der Einzelstränge mangelhaft. Durch den Druckvorgang und den definierten Startpunkt hat sich im Randbereich eine Kerbwirkung eingestellt. Dies führt einmal zu einer Abnahme der mechanischen Festigkeitskennwerte, aber auch zu einer Scherbewegung der Fasern während des Zugversuchs. Vorteil daran war jedoch, dass dadurch seitliche Faserbewegung aufgetreten sind und somit auch der Nachweis der Detektierbarkeit von Scherkräften getätigt werden konnte. Da das Glasfaser-Filament für die kommerzielle additive Fertigung noch recht neu ist, ist hier noch Optimierungspotential zur Herstellung technischer Objekte zu sehen.

Eine Verbesserung der Auswertung mit Avizo ist möglich. Eine Segmentierung der Fasern und Auswertung ist über das Tool „Fibre Analysis“ von Avizo möglich. Darüber können z.B. unerwünschte Partikel eliminiert werden und rein die Faser betrachtet werden. Die Faserbewegung kann in diesem Tool simuliert werden, was die Veranschaulichung der Ergebnisse verbessert. Eine Anschaffung der Software sollte in Betracht gezogen werden, falls größerer Bedarf zur Prüfung von FVK-Materialien besteht.

Generell lässt sich sagen, dass Relaxationsversuche mittels In-Situ-CT realisierbar sind. Materialunabhängig kann das Verhalten unter Zug untersucht werden und Strukturbewegungen nachgewiesen werden. Die Verwendung von Kontrastverbesserung und höherer Auflösung (durch Verwenden des Nano-Fokus) kann auch für die Untersuchung anderer mikroskopischer Strukturen hilfreich sein. Die Kombination mit evtl. Phasenkontrast und Zugversuchen unter CT kann zu interessanten Erkenntnissen führen. Interessant sind ebenfalls Anwendungen unter Druckbelastung. Über Messungen in Kombination mit Scherversuchen kann z.B. das Verhalten von Klebstoffen untersucht werden. Meine Masterarbeit zeigt die Anwendbarkeit dieser Methode für werkstoffwissenschaftliche Untersuchungen.

**Kapitel 7**

**Anhang**

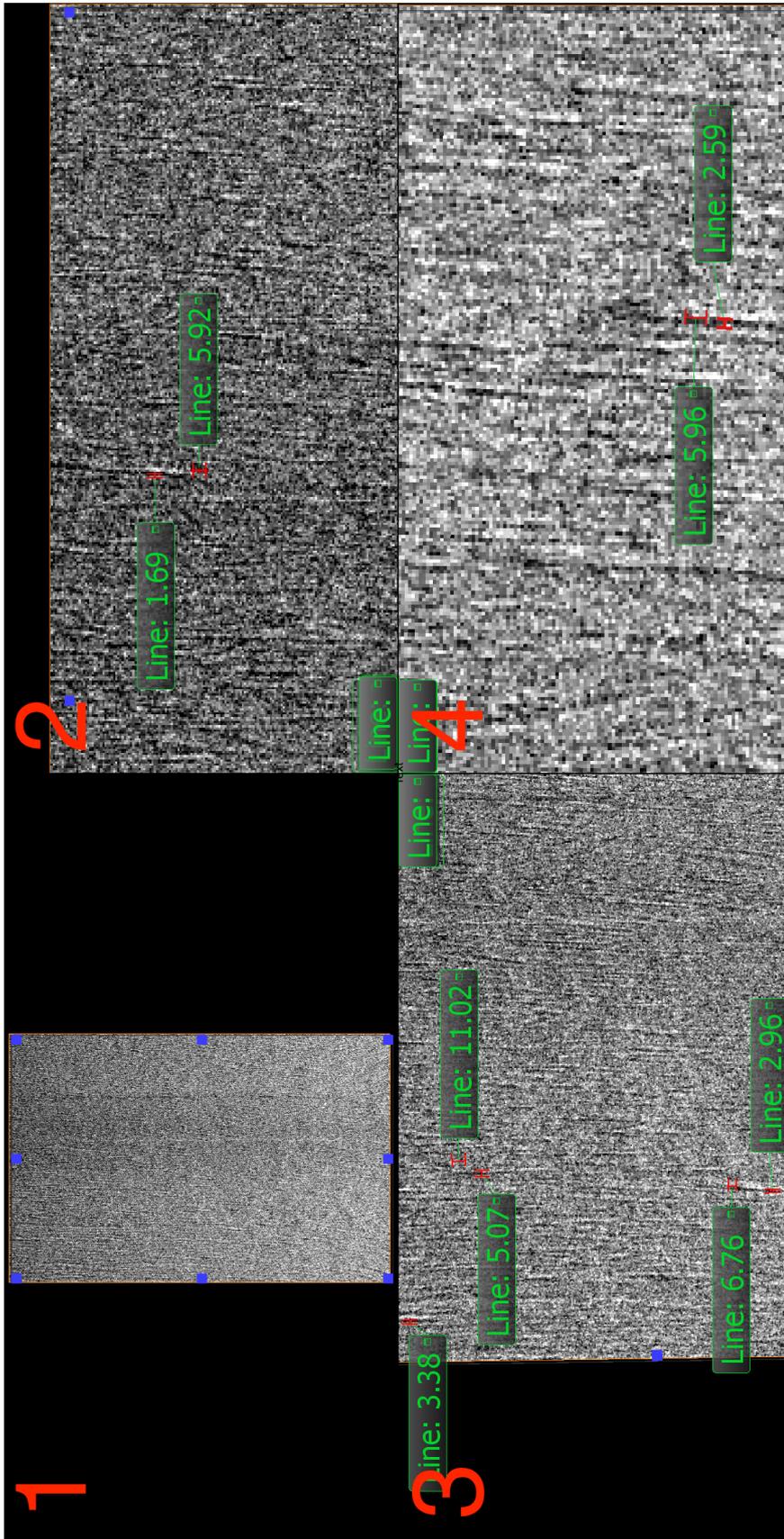


Abbildung 7.1: Subtraktionsbild der 260  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation

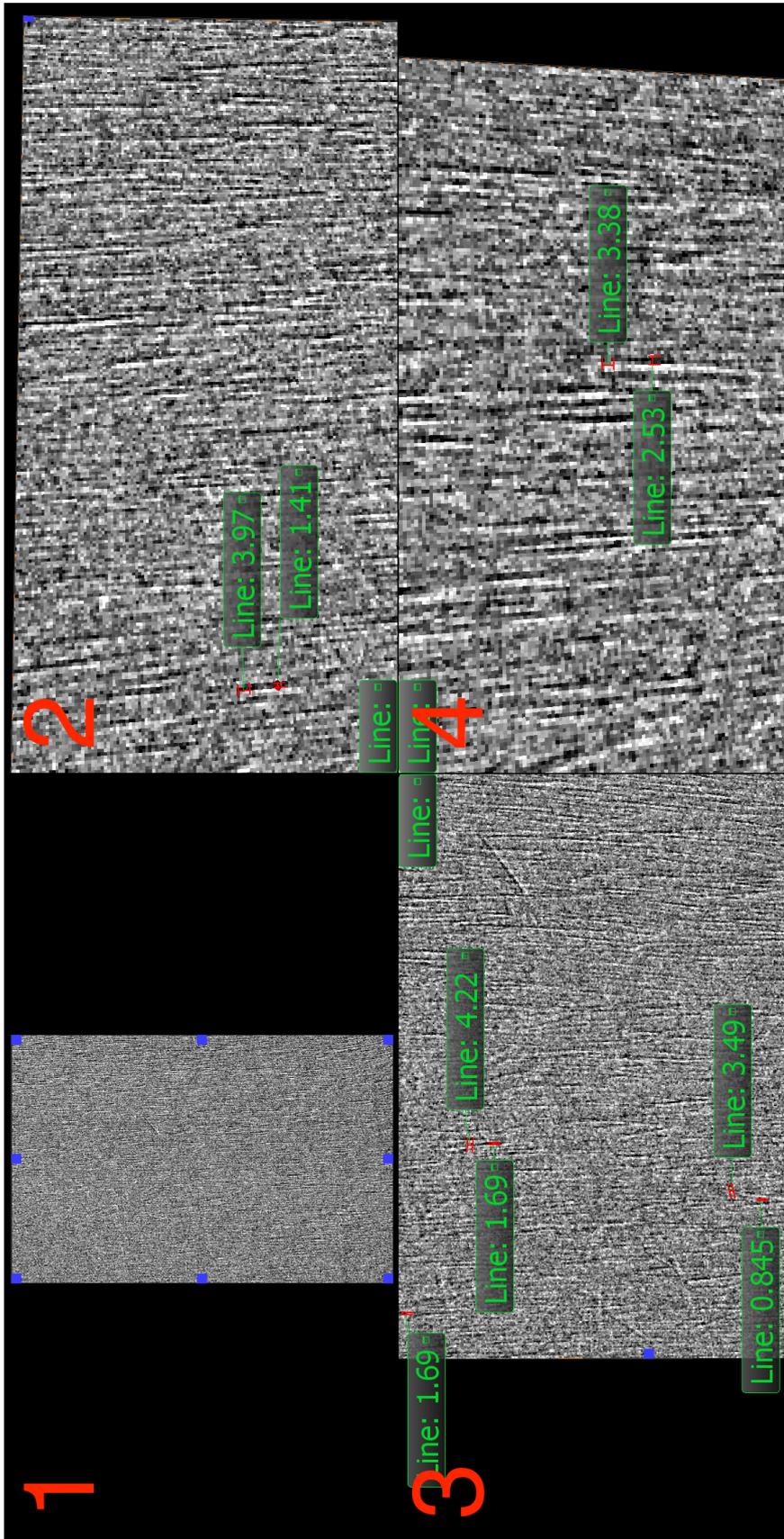


Abbildung 7.2: Subtraktionsbild der 260  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation

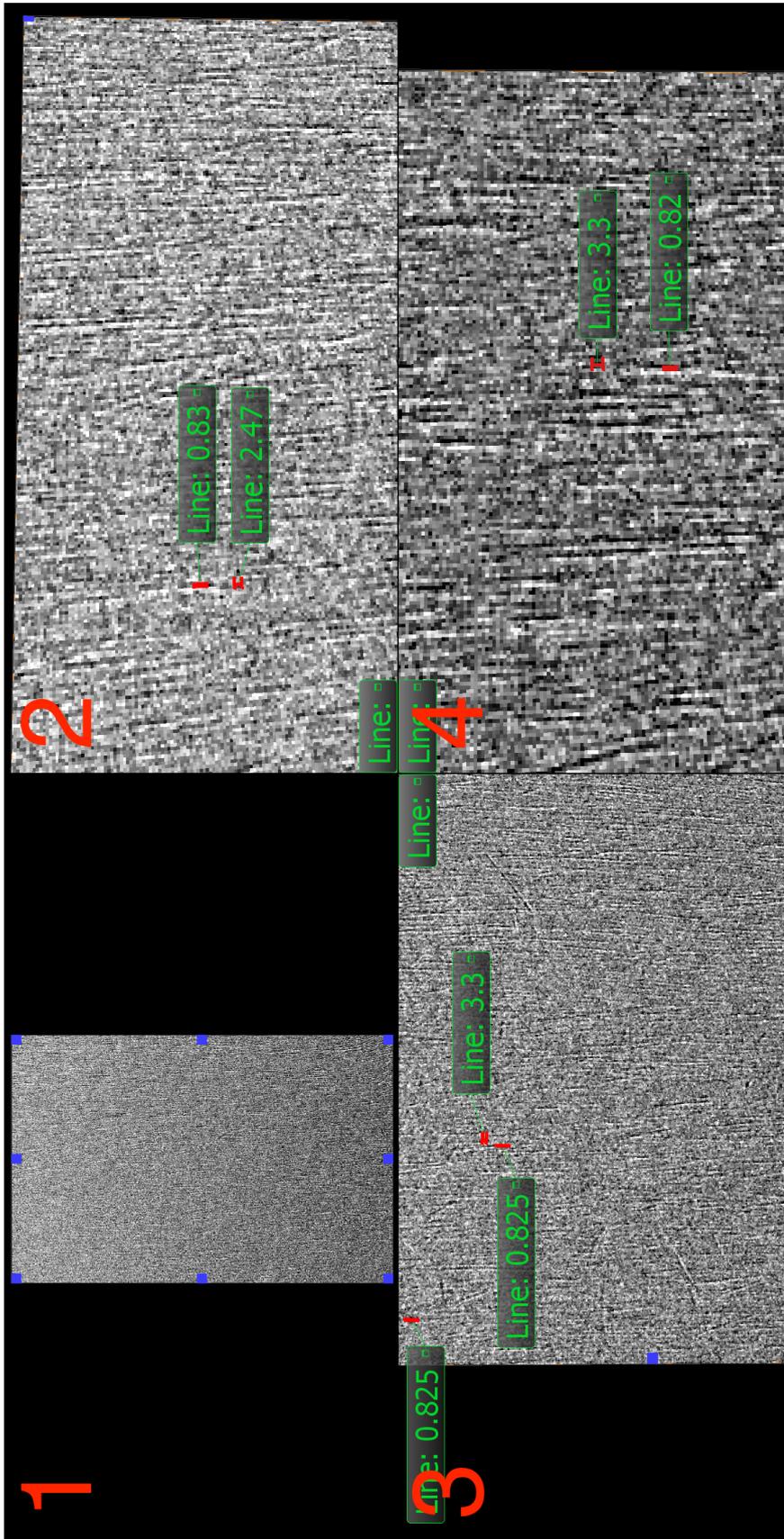


Abbildung 7.3: Subtraktionsbild der 260  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation

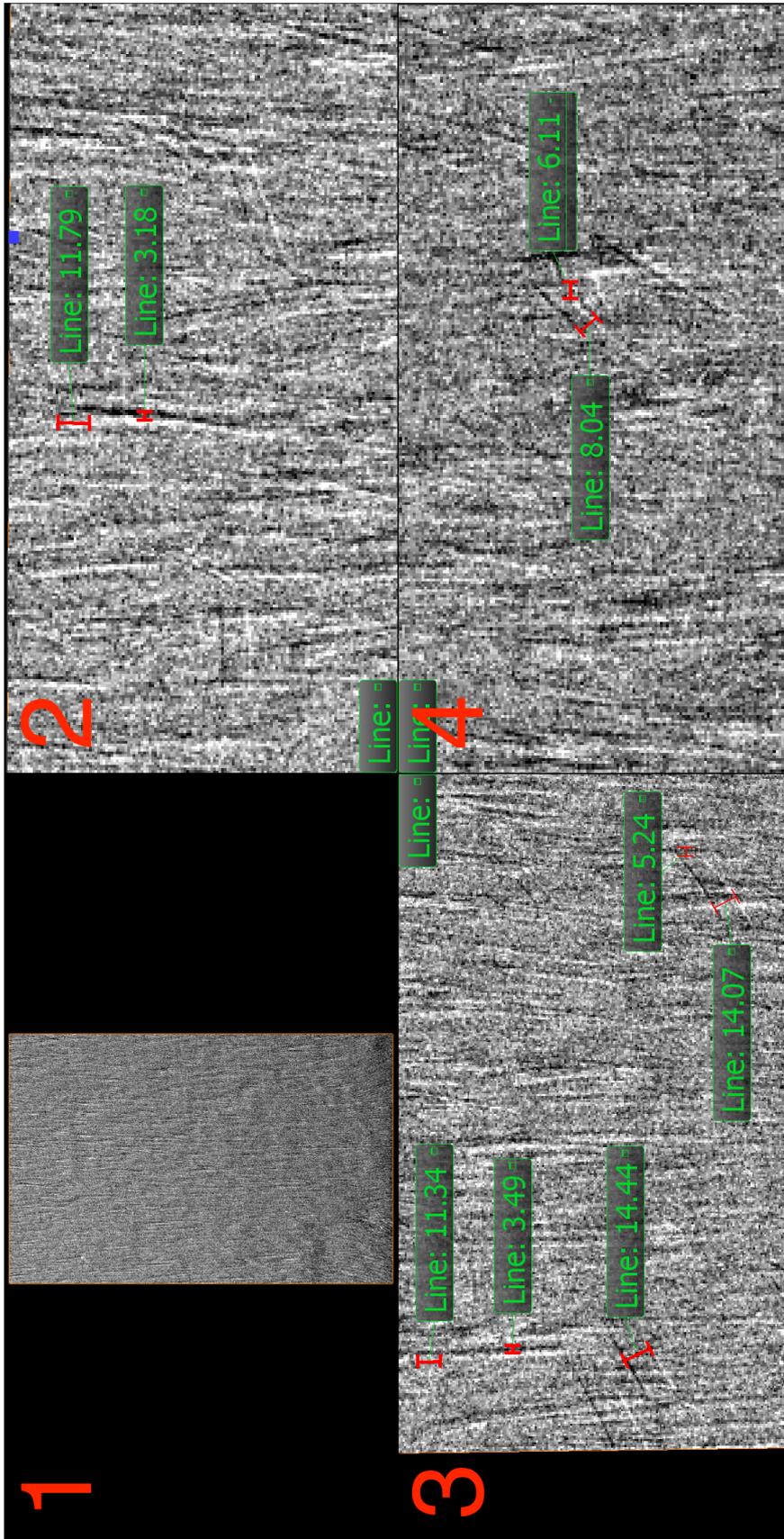


Abbildung 7.4: Subtraktionsbild der 130  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation

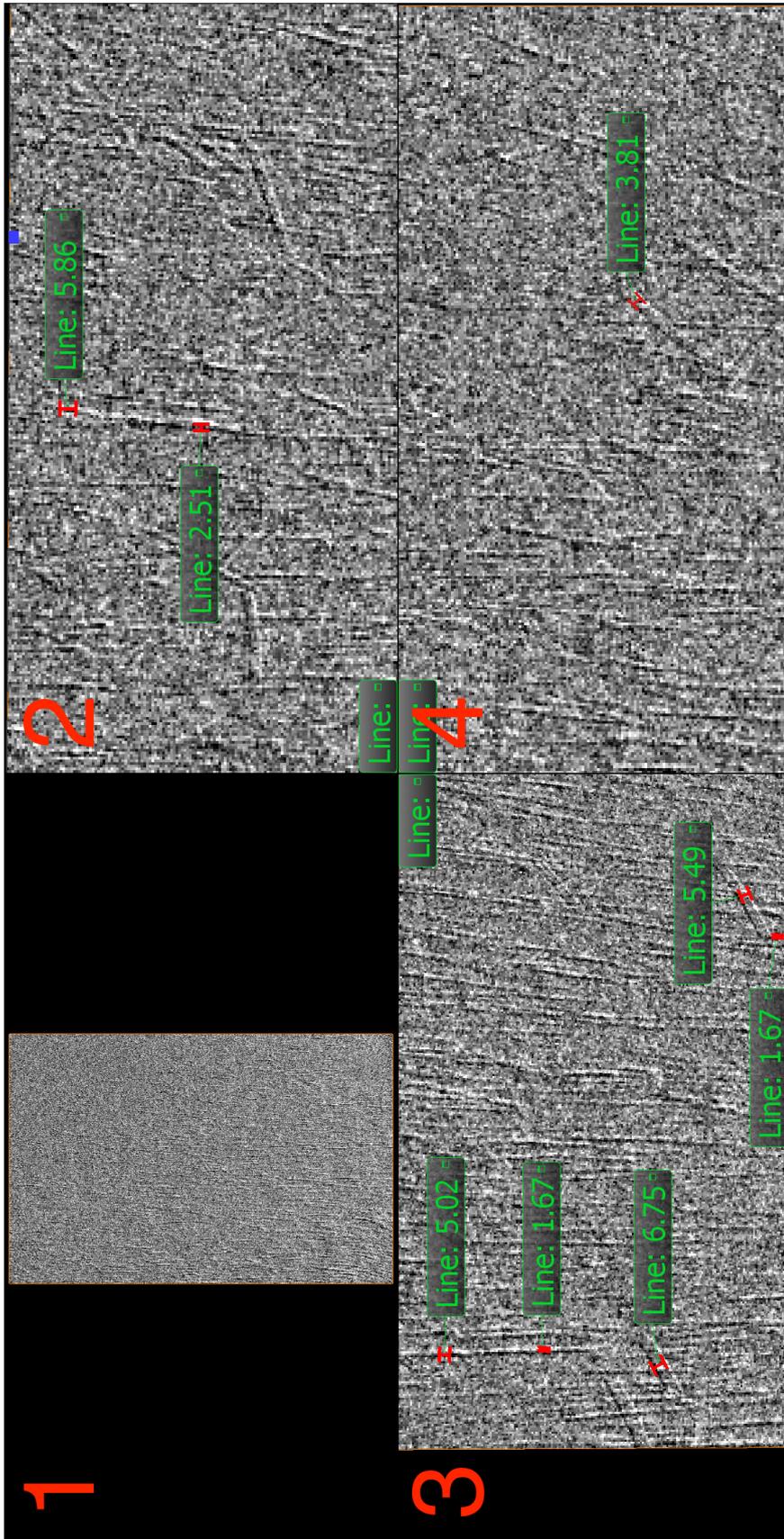


Abbildung 7.5: Subtraktionsbild der 130  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation

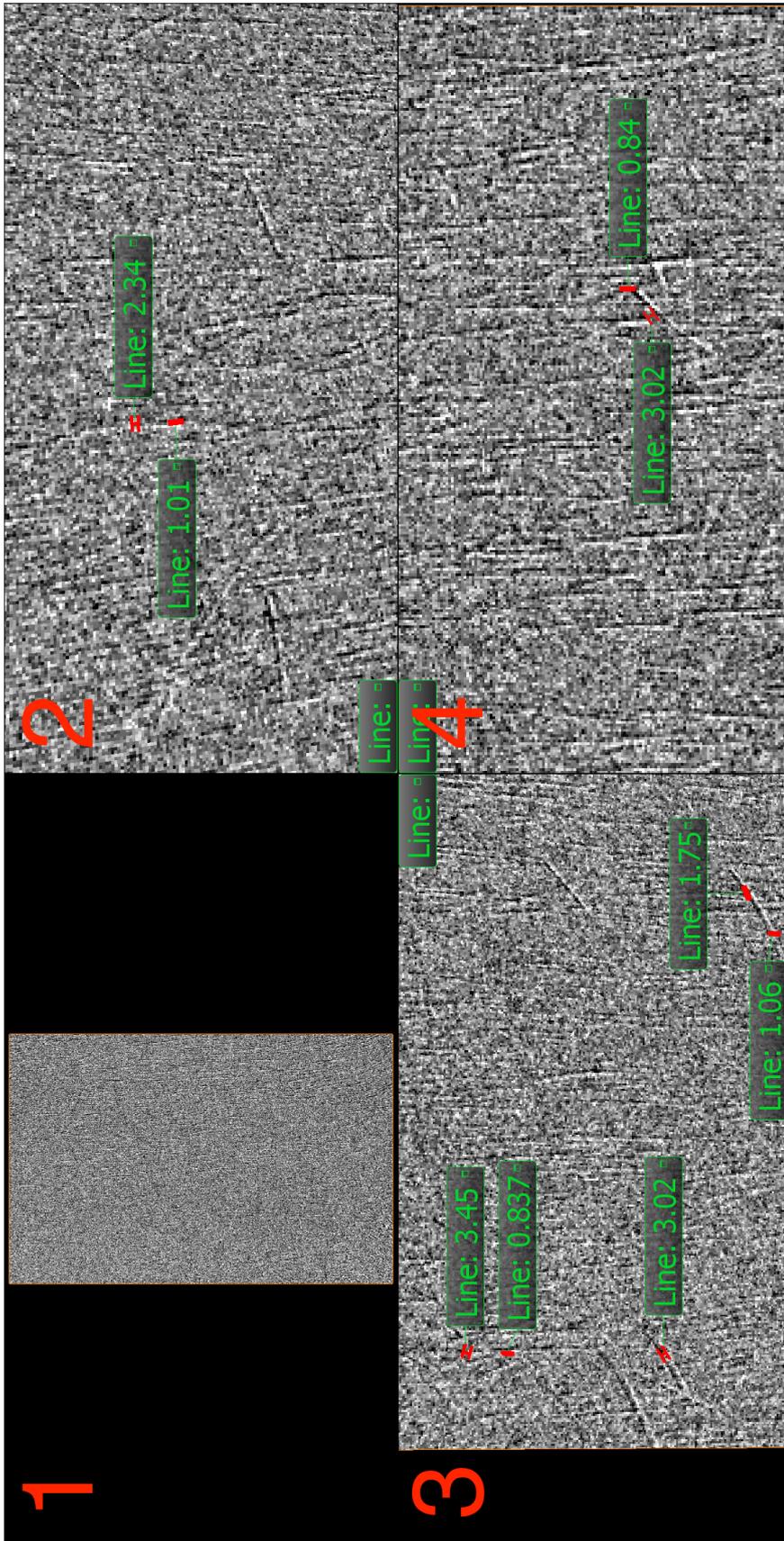


Abbildung 7.6: Subtraktionsbild der 130  $\mu\text{m}$  senkrecht gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation

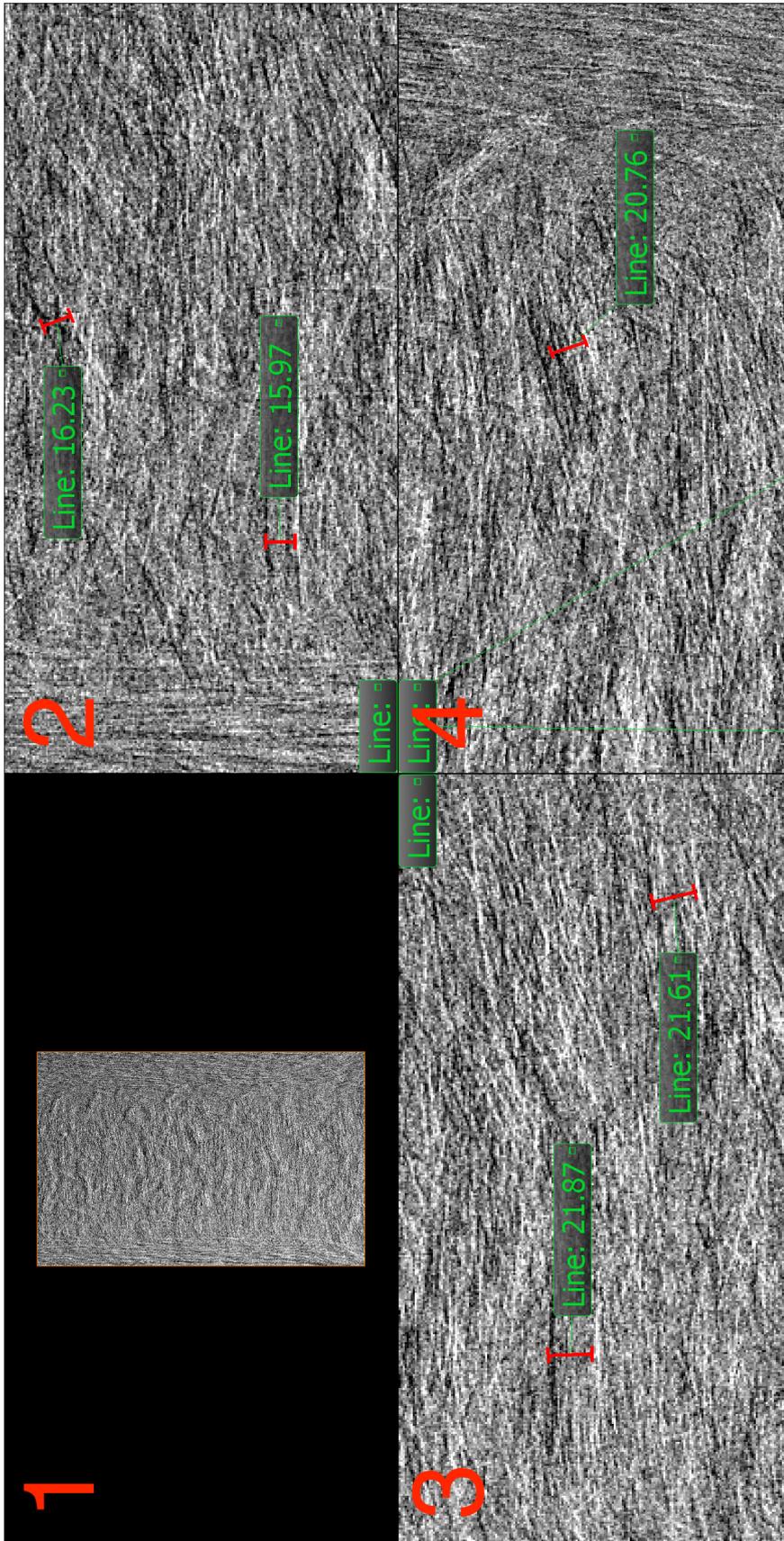


Abbildung 7.7: Subtraktionsbild der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation



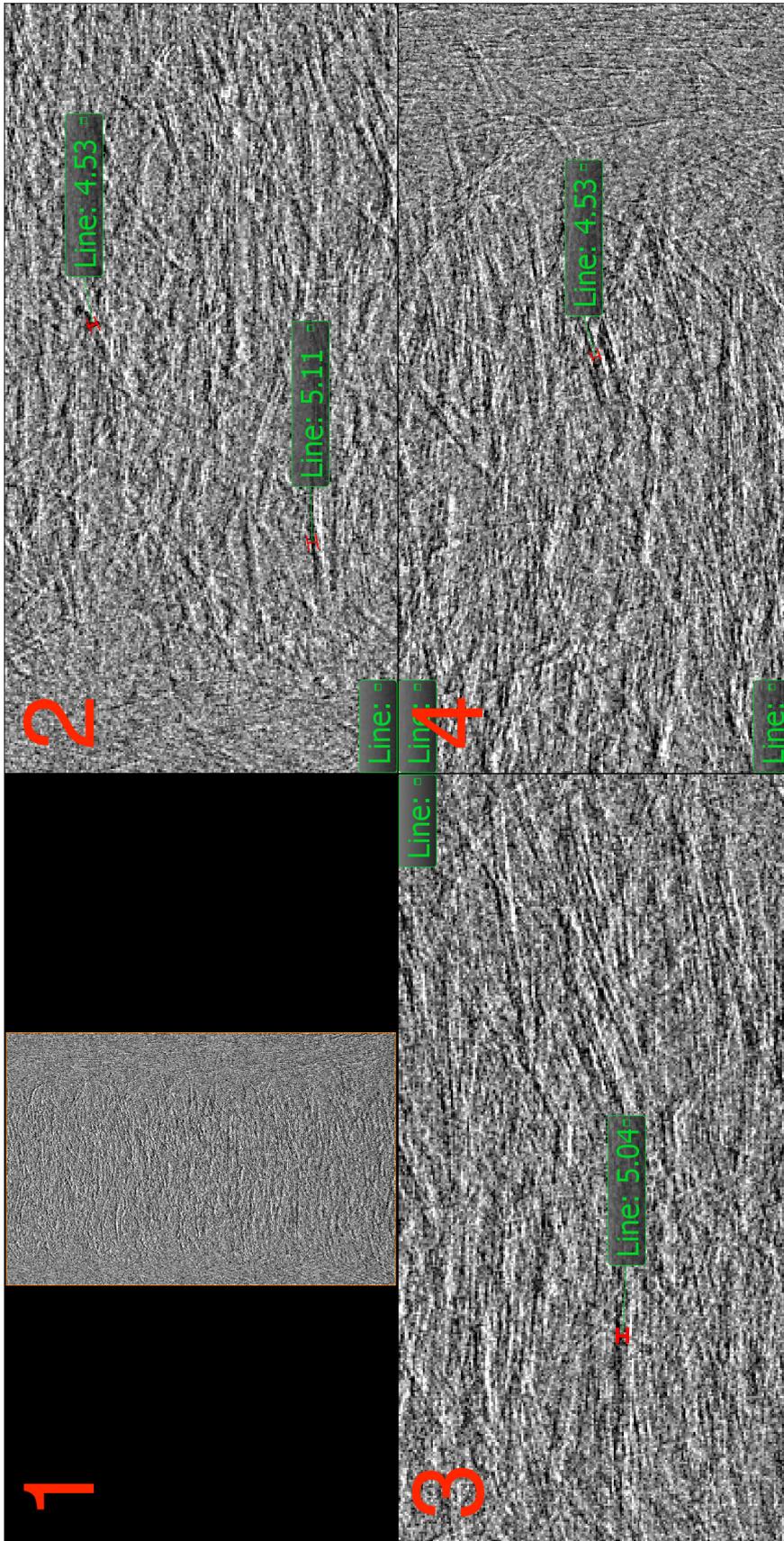


Abbildung 7.9: Subtraktionsbild der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation

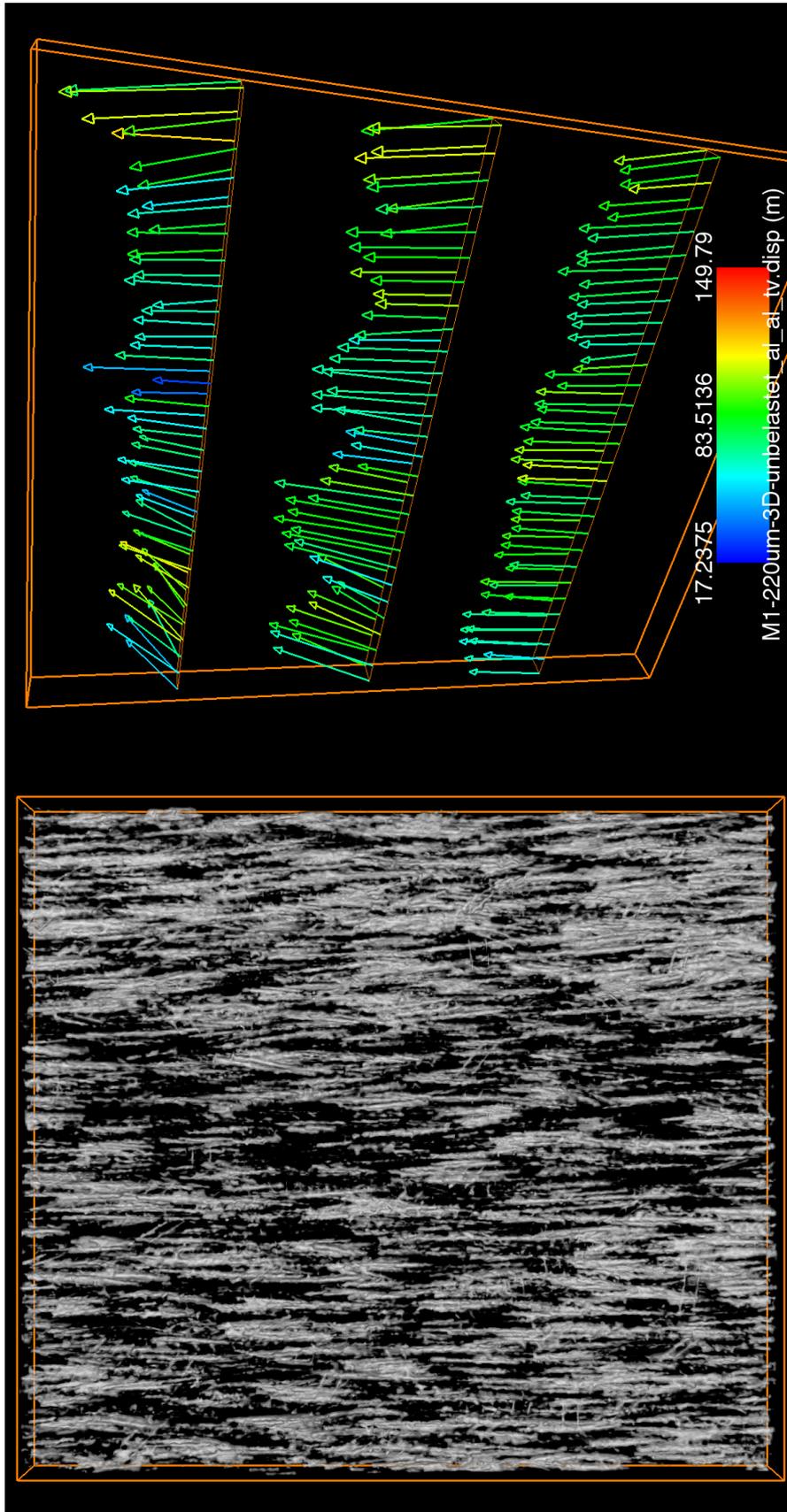


Abbildung 7.10: DVC der 260  $\mu\text{m}$  Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

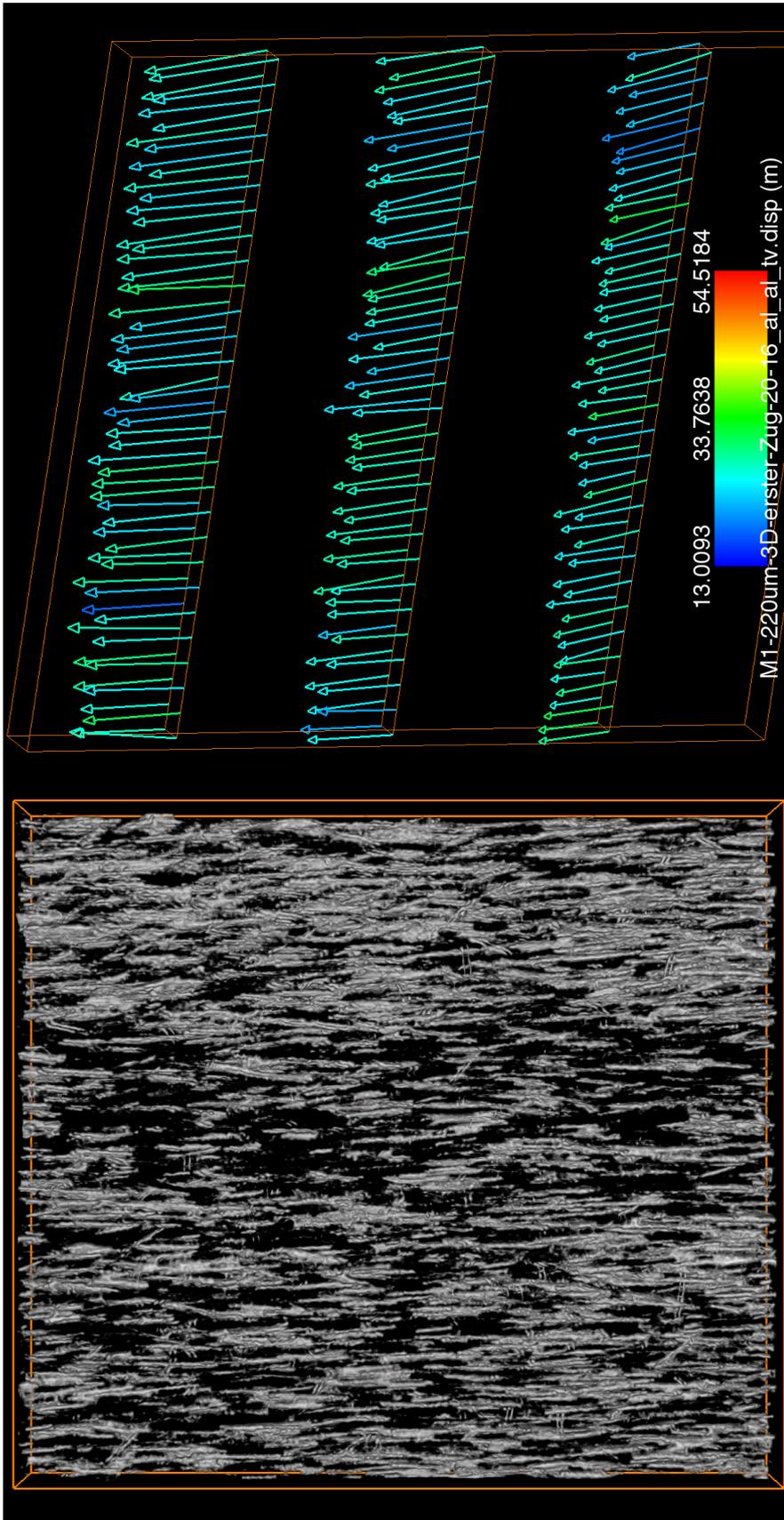


Abbildung 7.11: DVC der 260  $\mu\text{m}$  Probe. 1. und 2. Relaxation

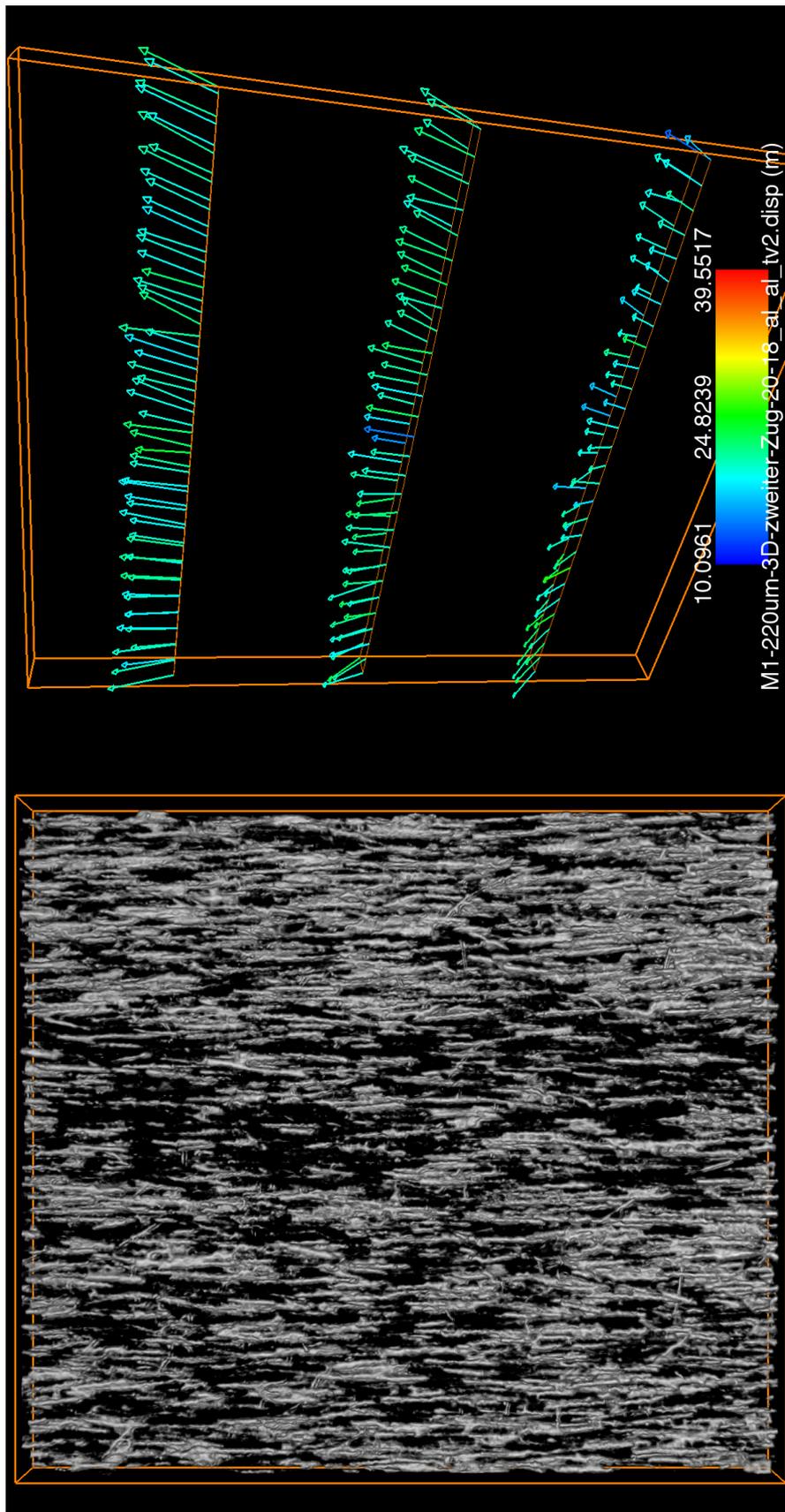


Abbildung 7.12: DVC der 260  $\mu\text{m}$  Probe. 2. und 3. Relaxation

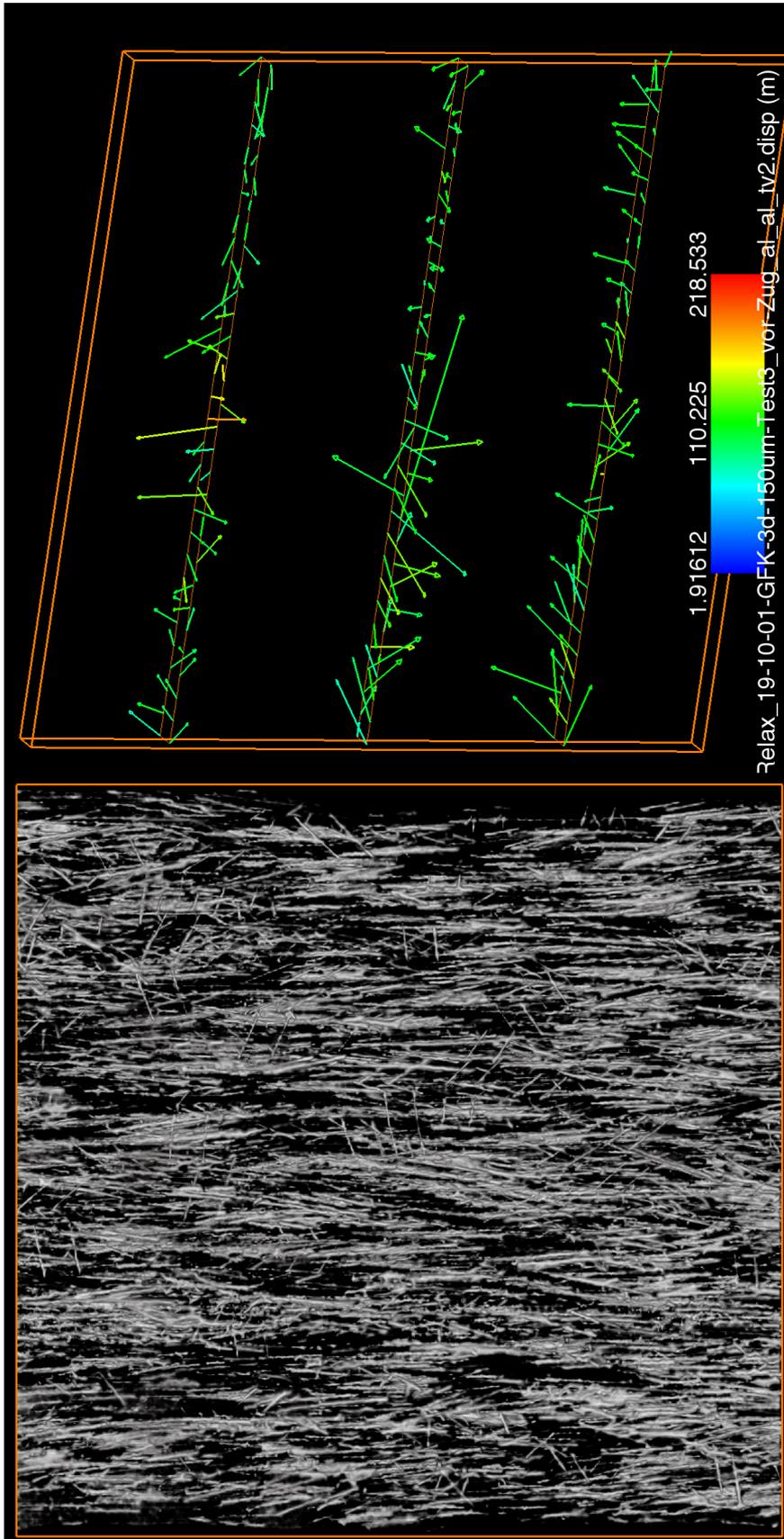


Abbildung 7.13: DVC der 130  $\mu\text{m}$  Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

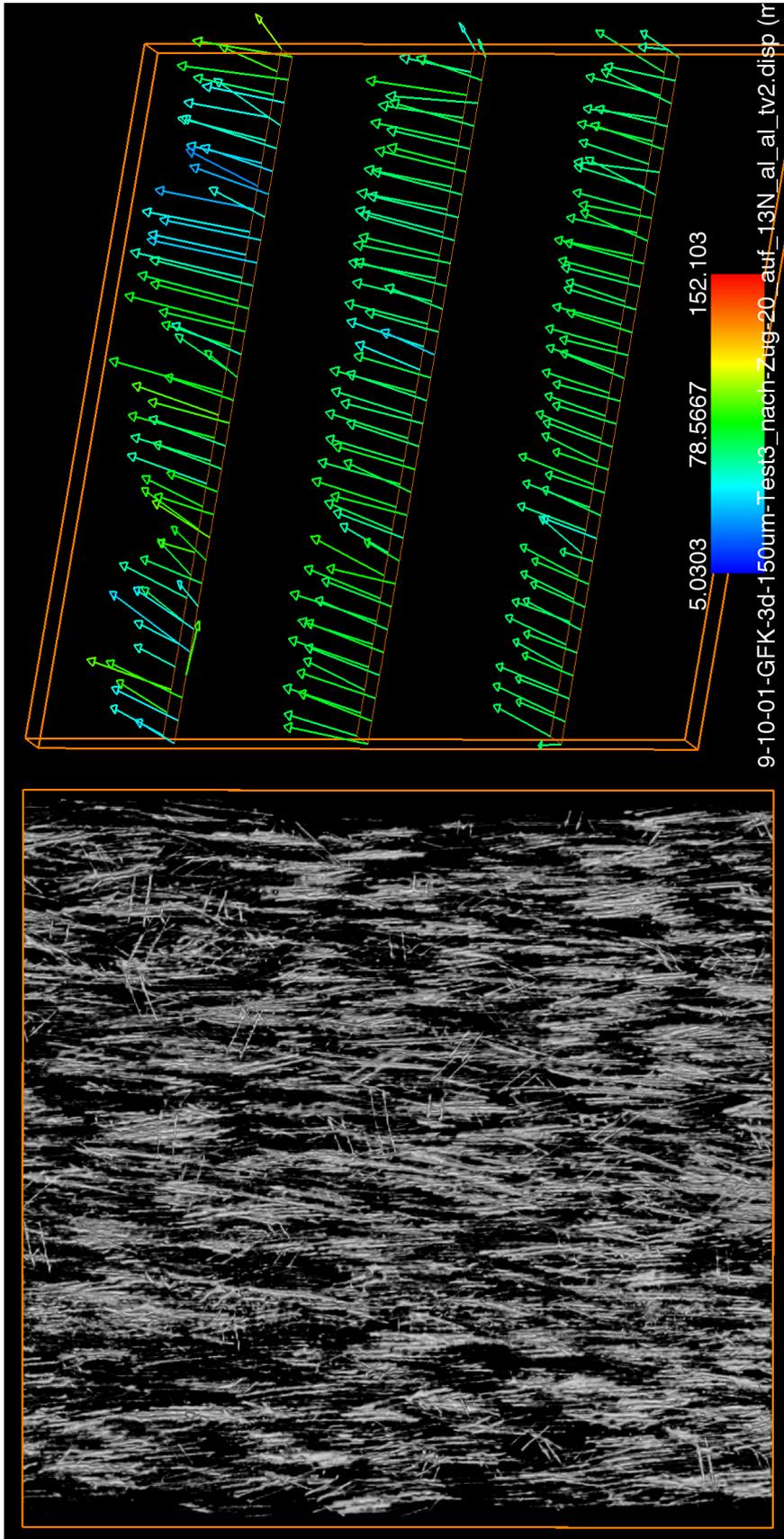


Abbildung 7.14: DVC der 130  $\mu\text{m}$  Probe. 1. und 2. Relaxation

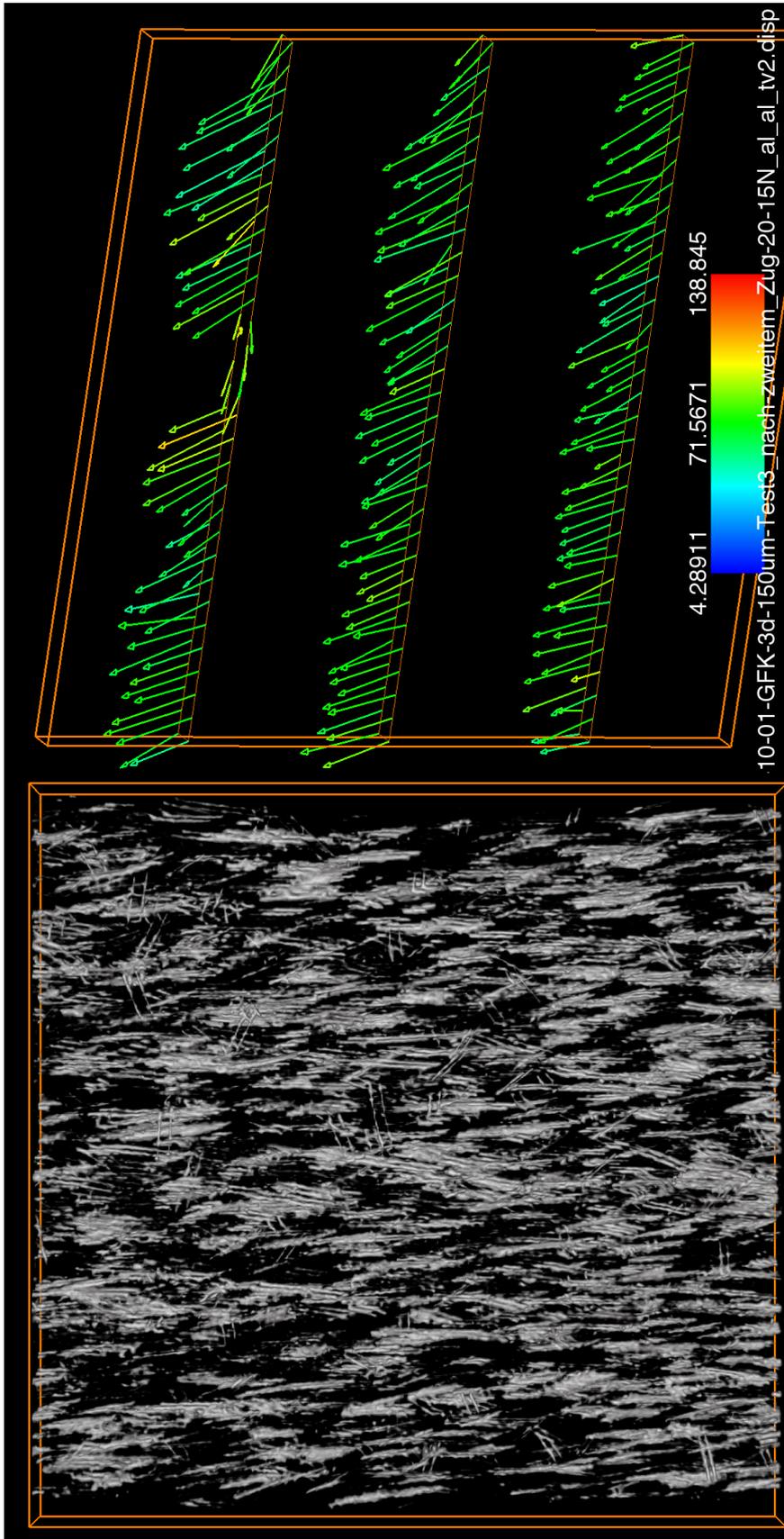


Abbildung 7.15: DVC der 130  $\mu\text{m}$  Probe. 2. und 3. Relaxation

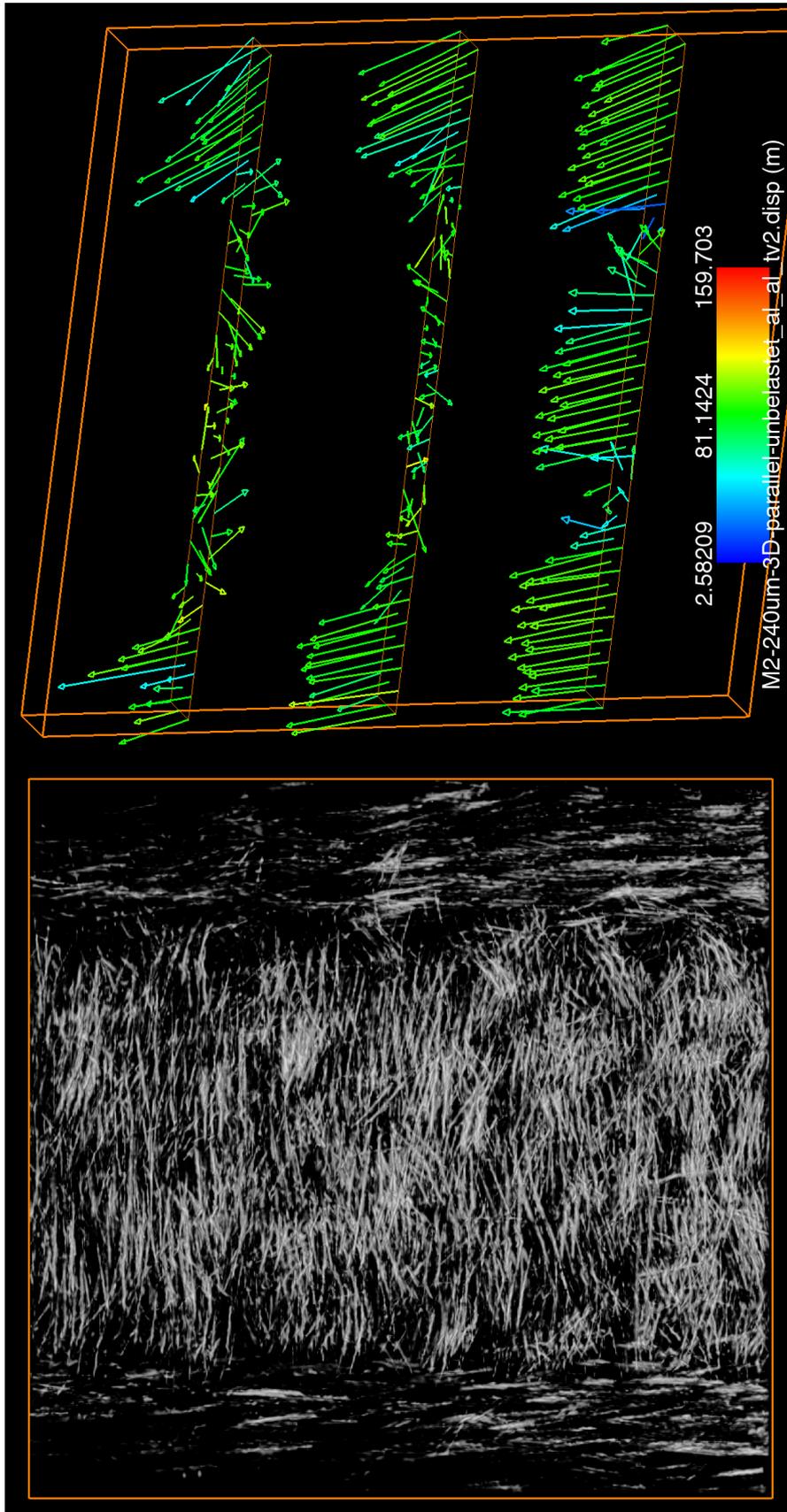


Abbildung 7.16: DVC der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

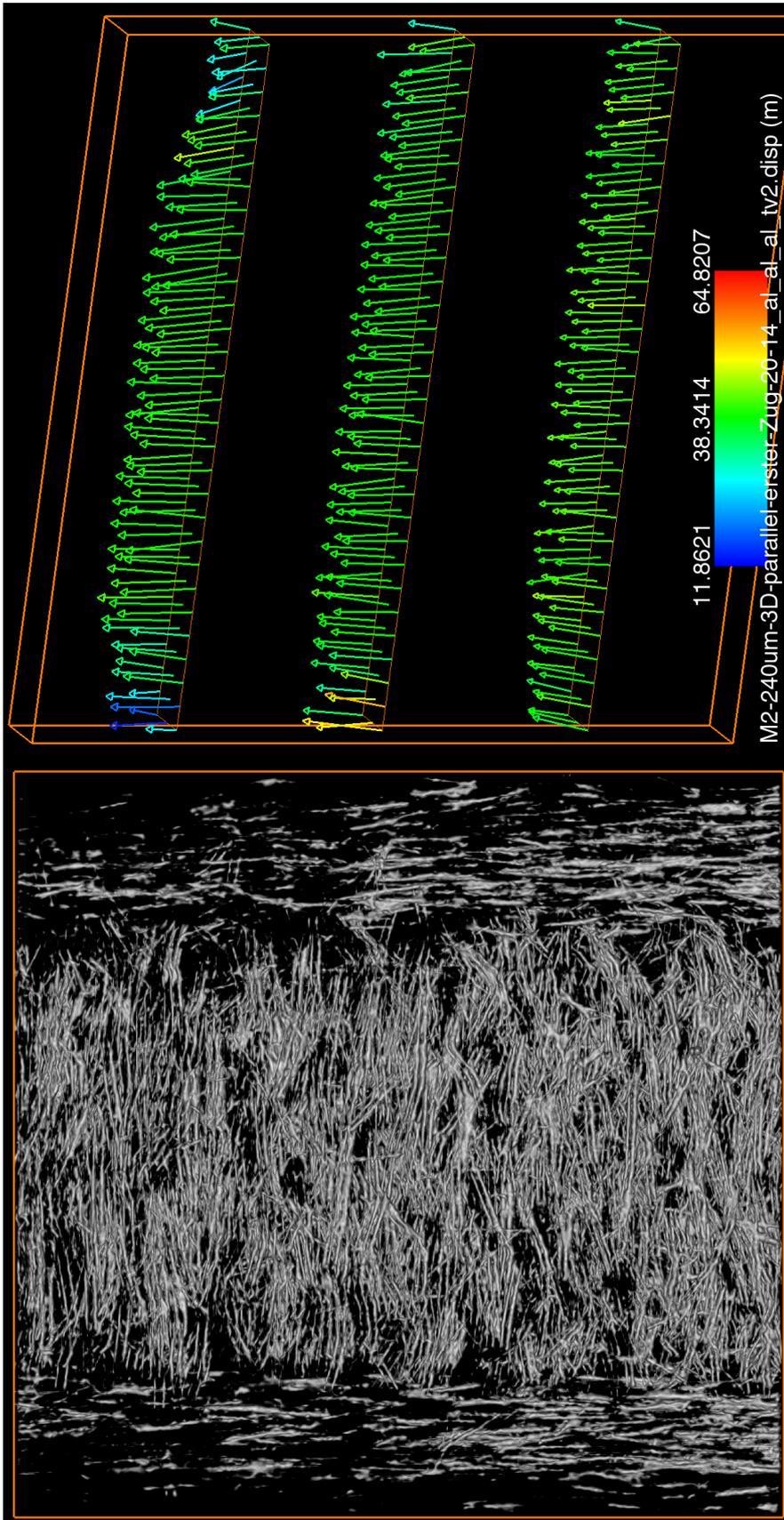


Abbildung 7.17: DVC der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckten Probe. 1. und 2. Relaxation

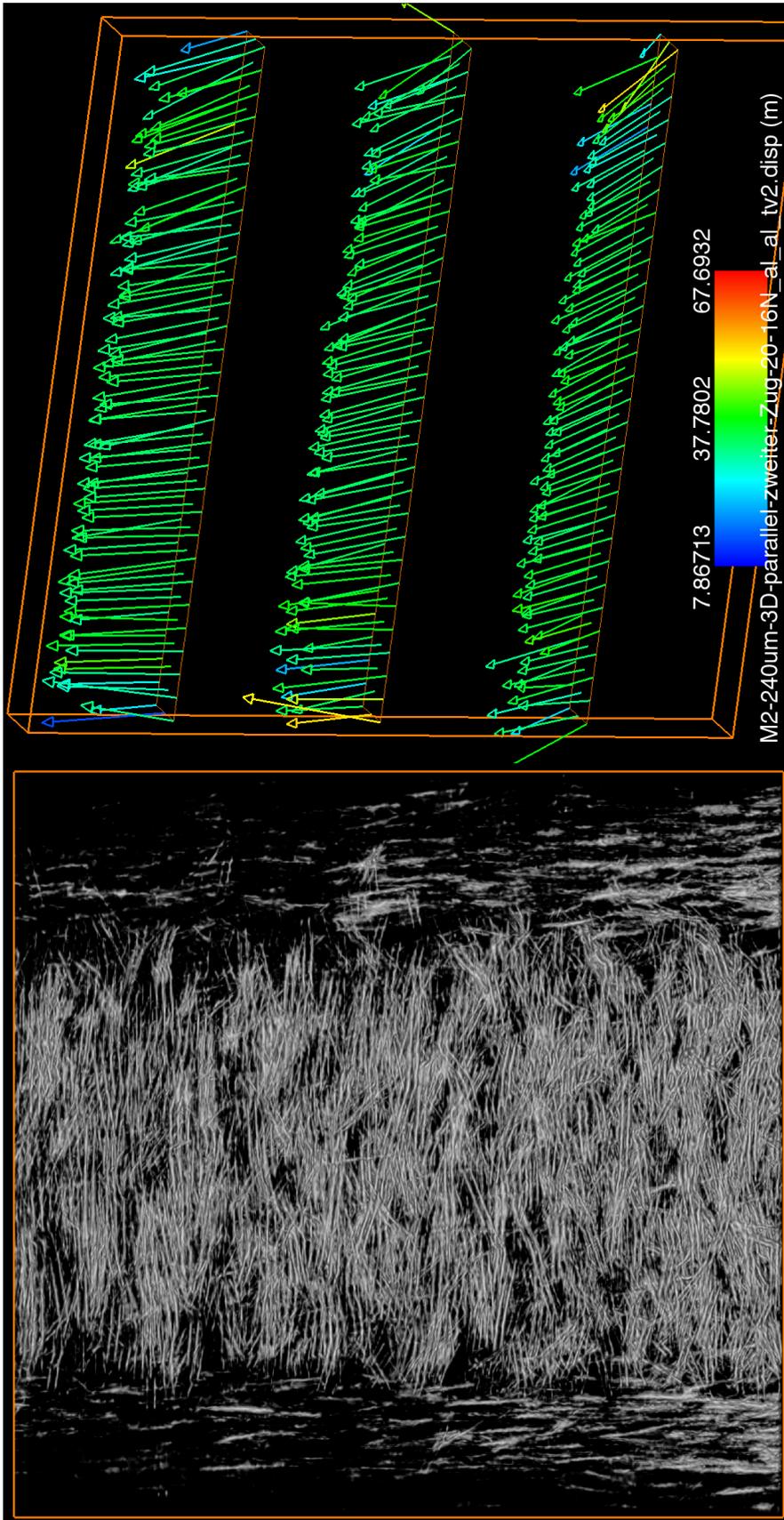


Abbildung 7.18: DVC der 240  $\mu\text{m}$  parallel gedruckte Probe. 2. und 3. Relaxation

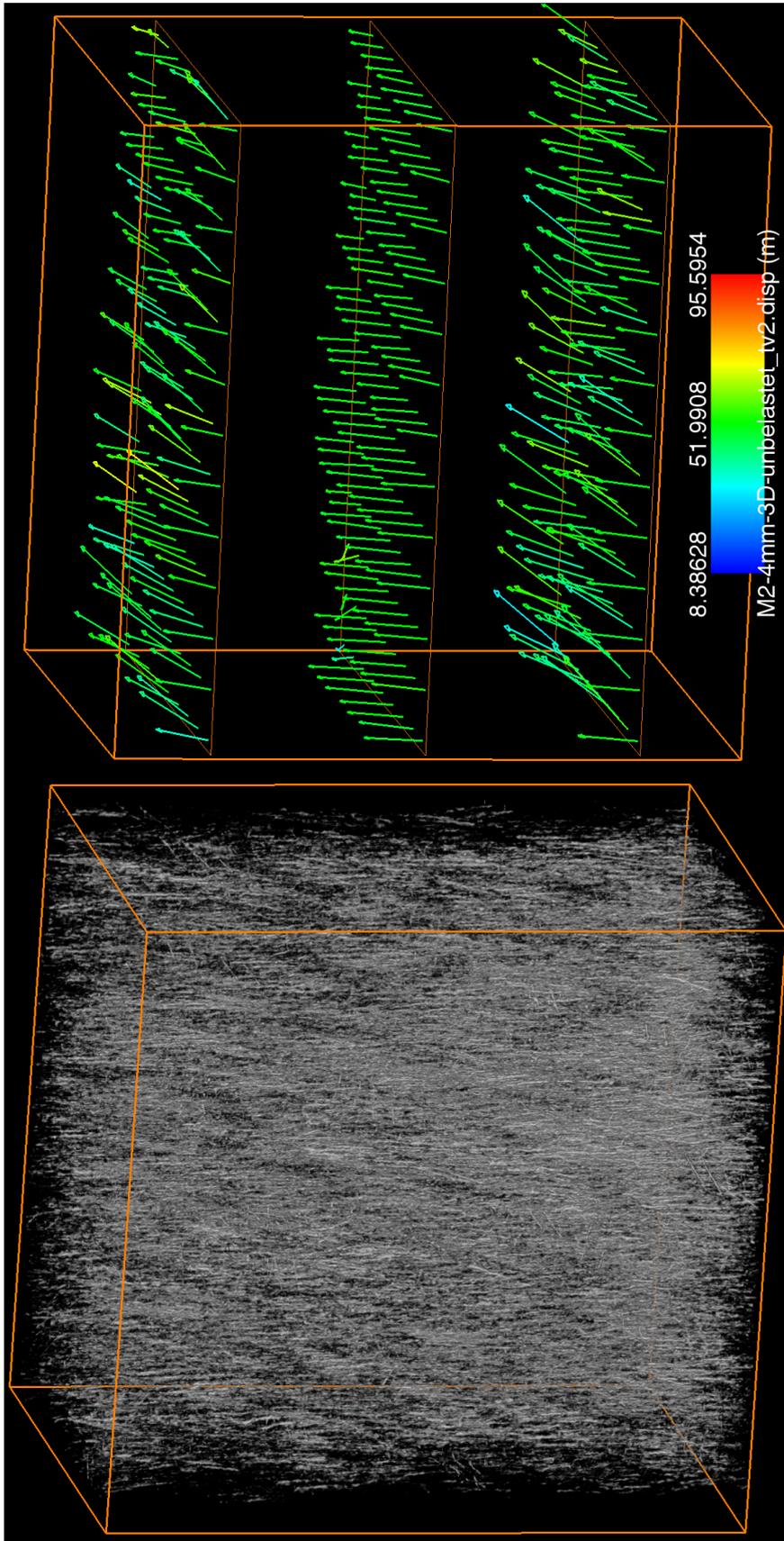


Abbildung 7.19: DVC der 4mm Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

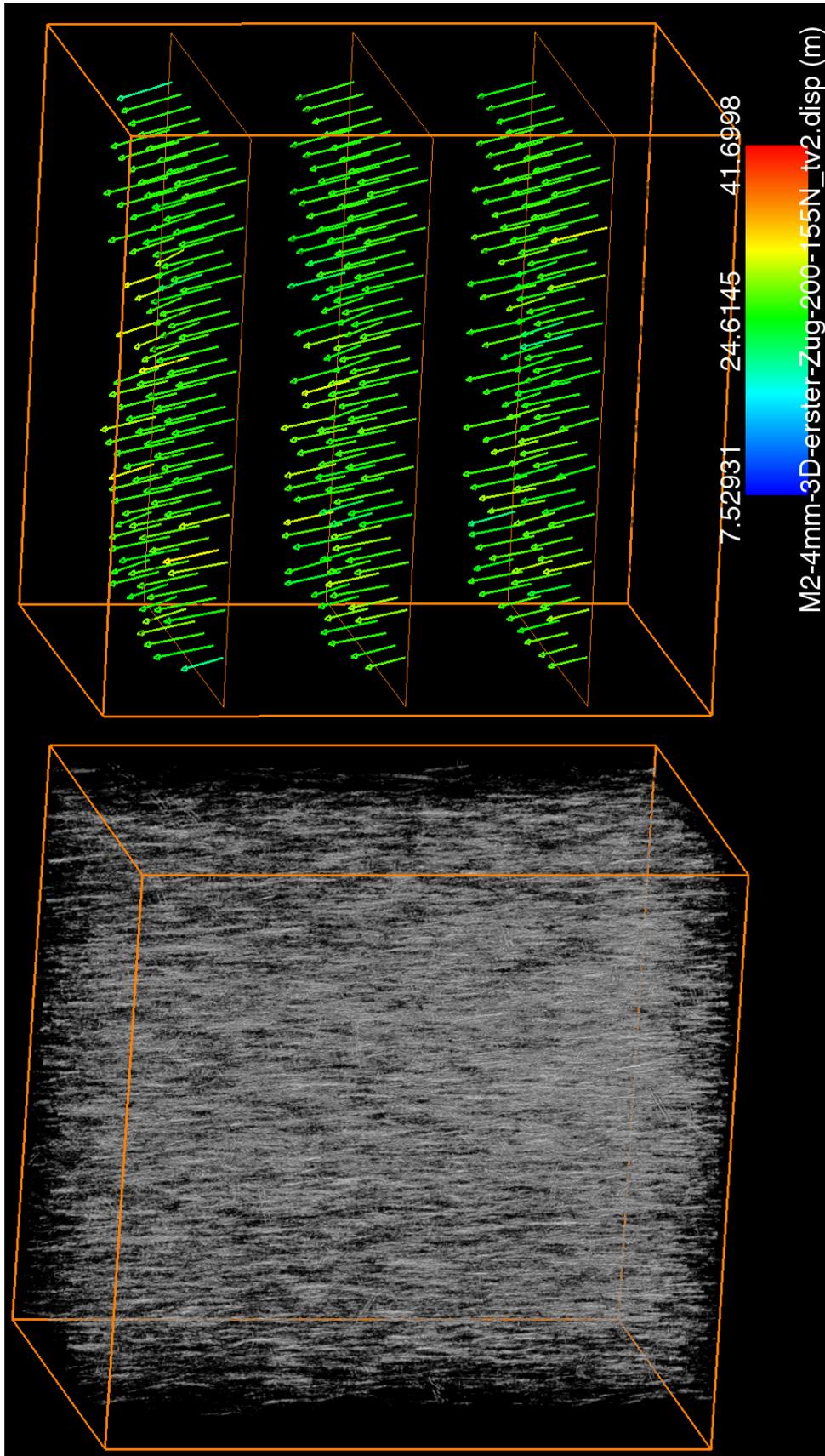


Abbildung 7.20: DVC der 4mm Probe. 1. und 2. Relaxation

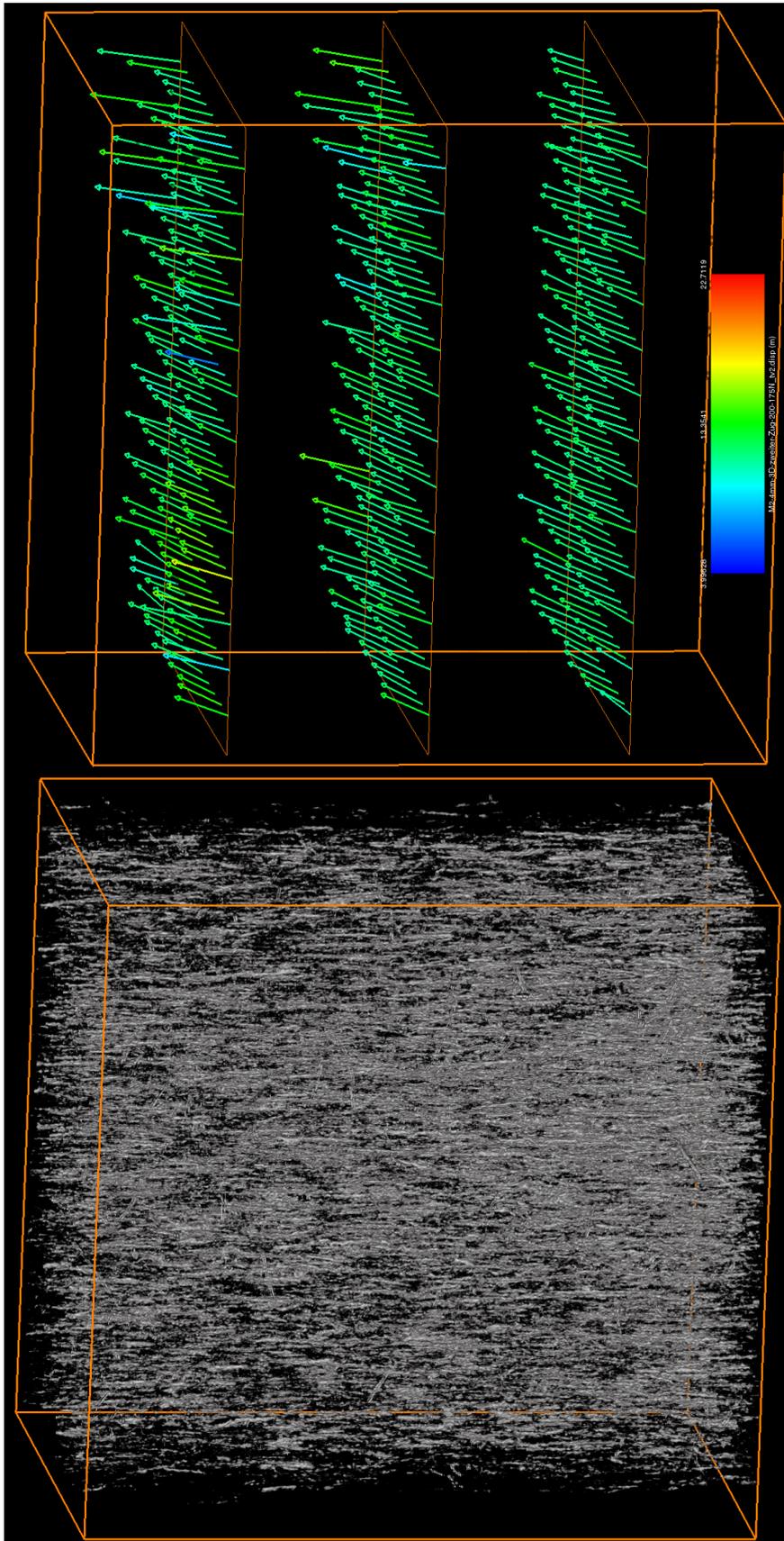


Abbildung 7.21: DVC der 4mm Probe. 2. und 3. Relaxation

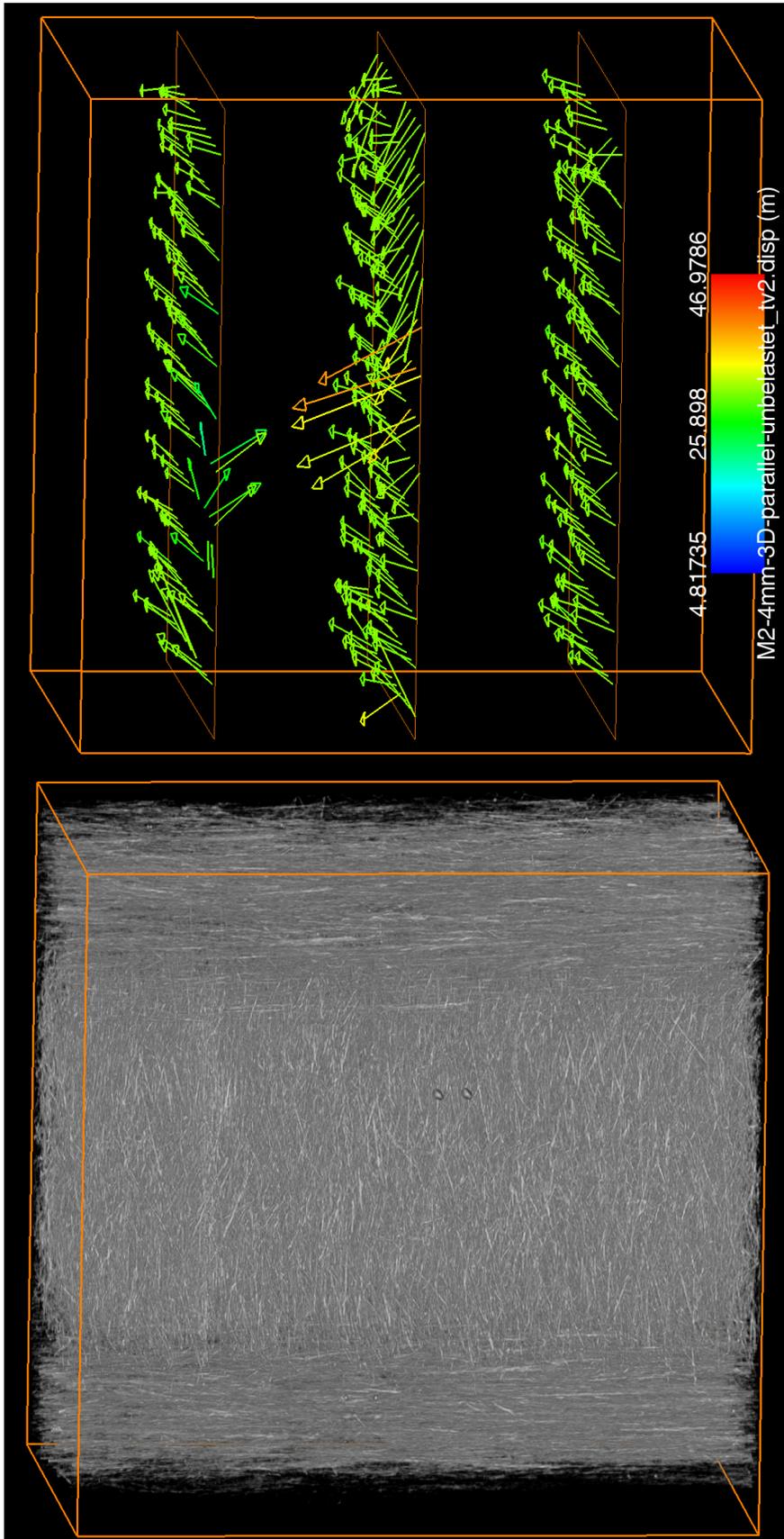


Abbildung 7.22: DVC der 4mm parallel gedruckten Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

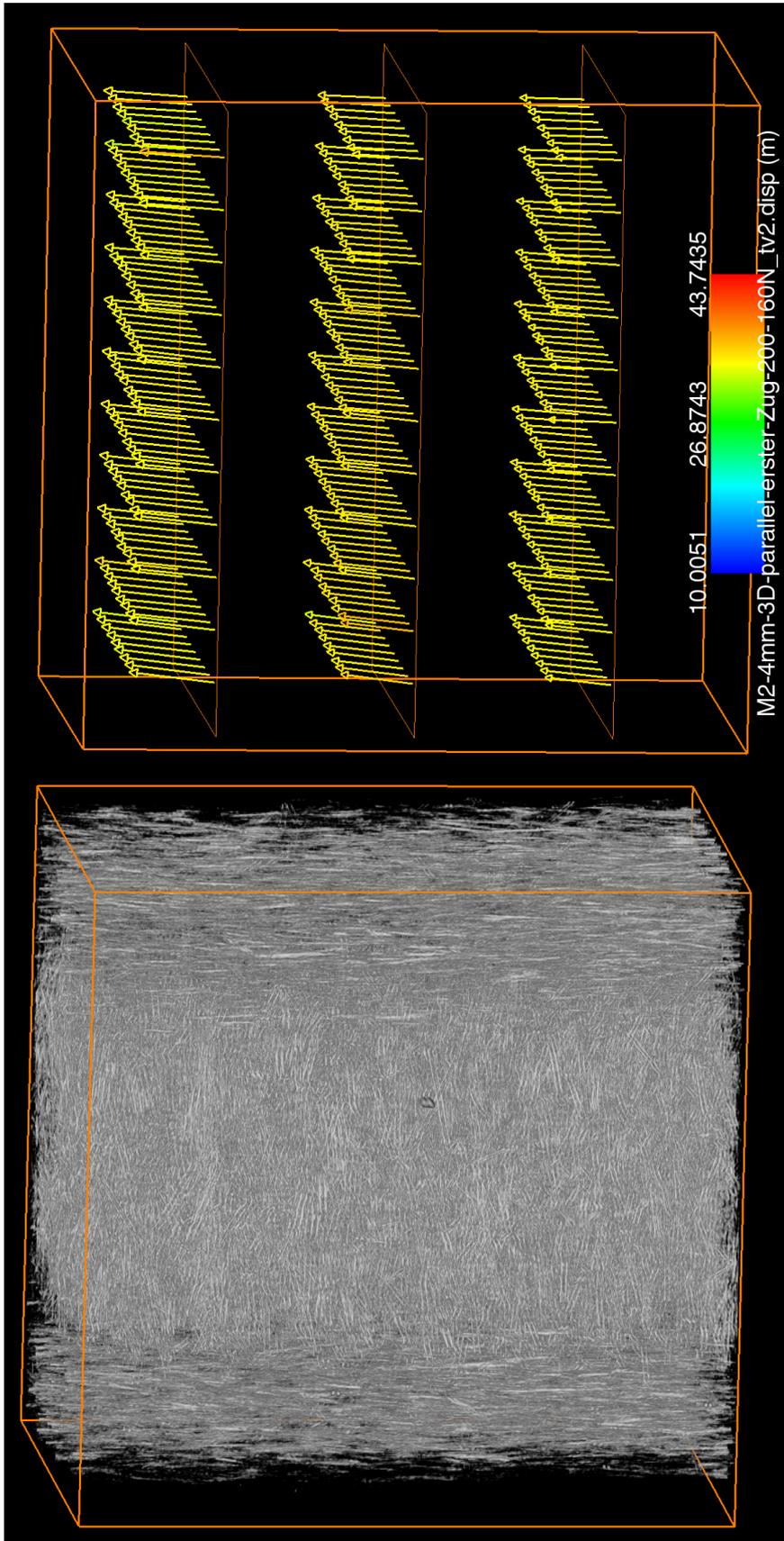


Abbildung 7.23: DVC der 4mm parallel gedruckten Probe. 1. und 2. Relaxation

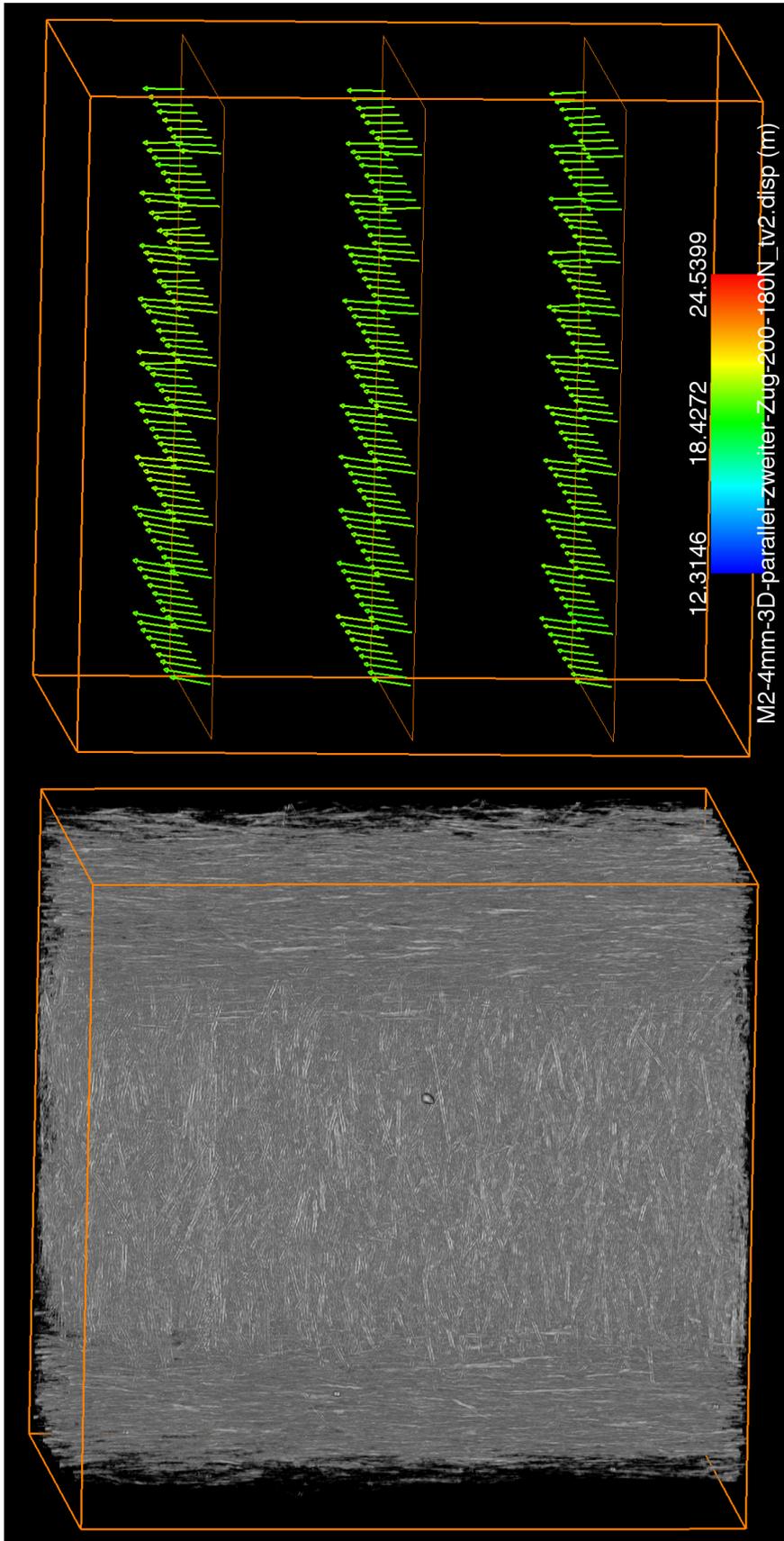


Abbildung 7.24: DVC der 4mm parallel gedruckten Probe. 2. und 3. Relaxation

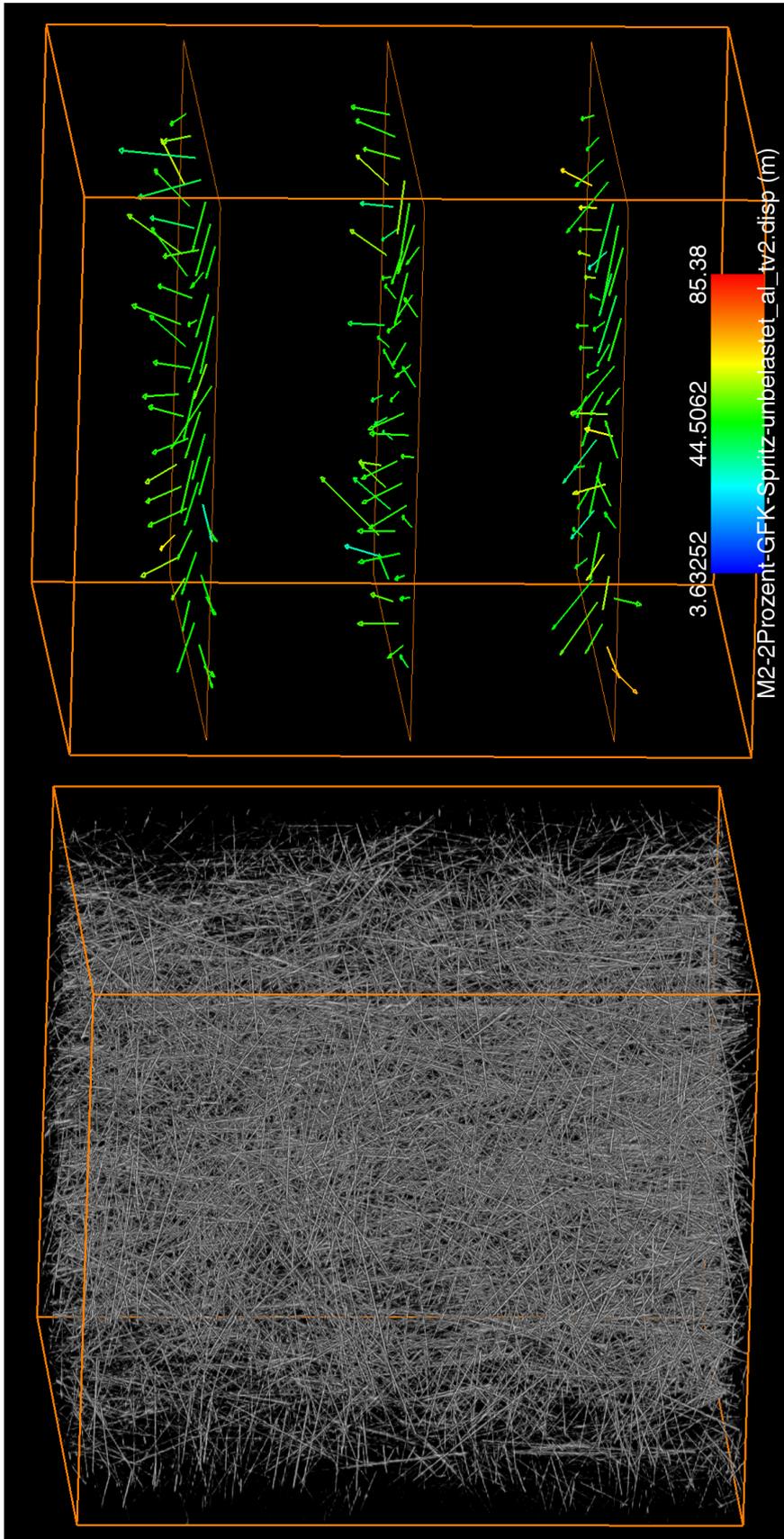


Abbildung 7.25: DVC der 2 % Spritzguss-Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

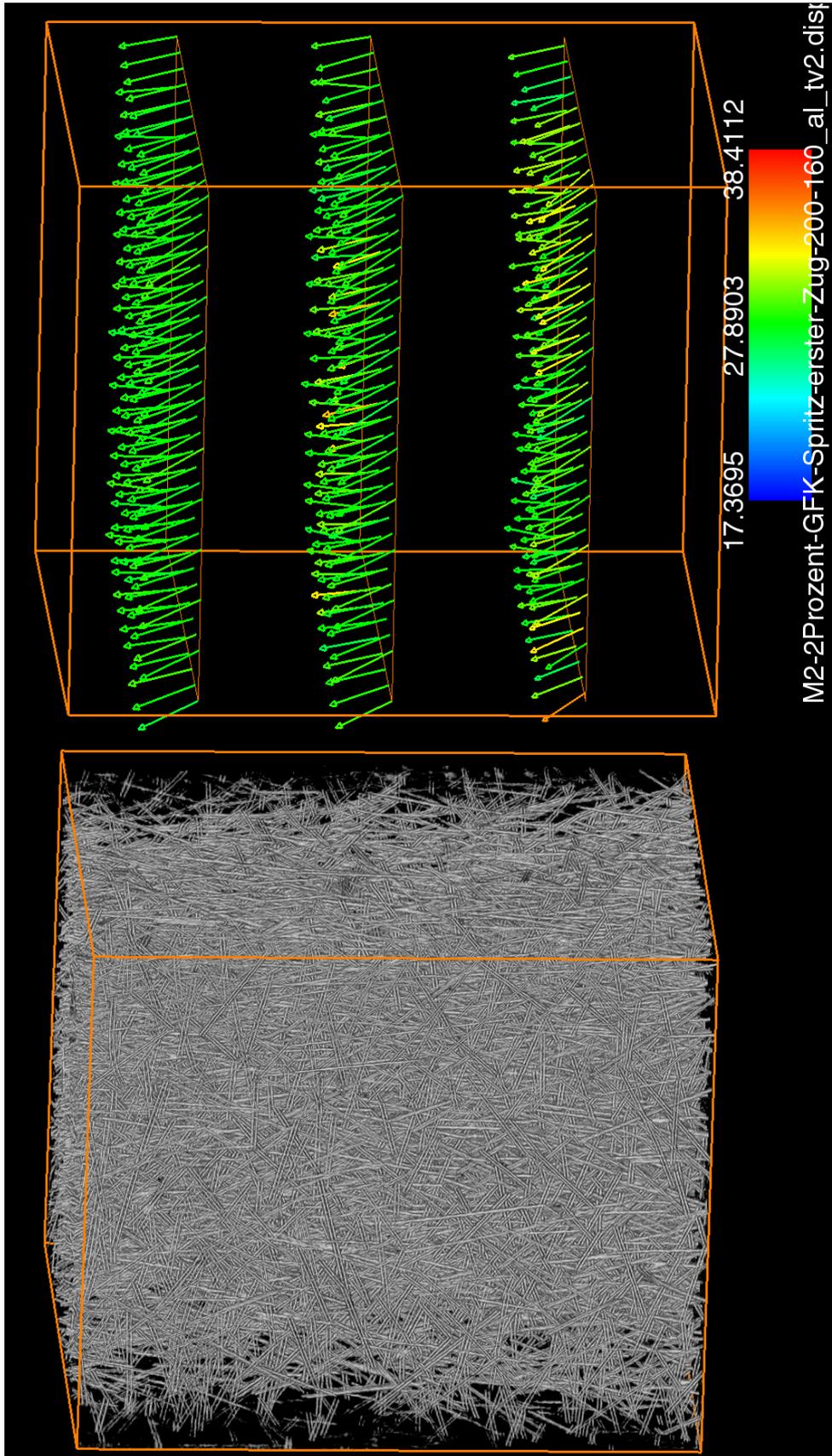


Abbildung 7.26: DVC der 2 % Spritzguss-Probe. 1. und 2. Relaxation

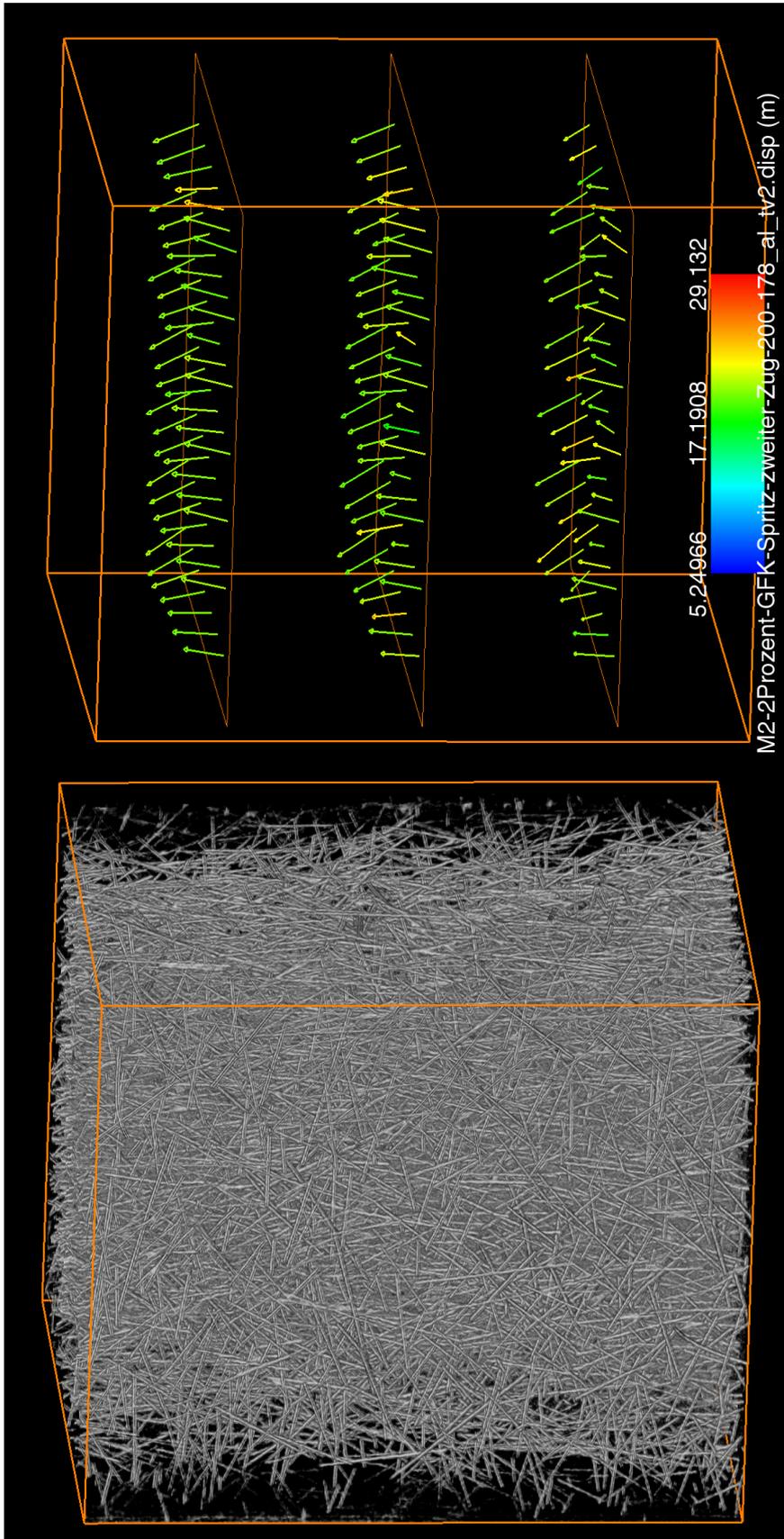


Abbildung 7.27: DVC der 2 % Spritzguss-Probe. 2. und 3. Relaxation

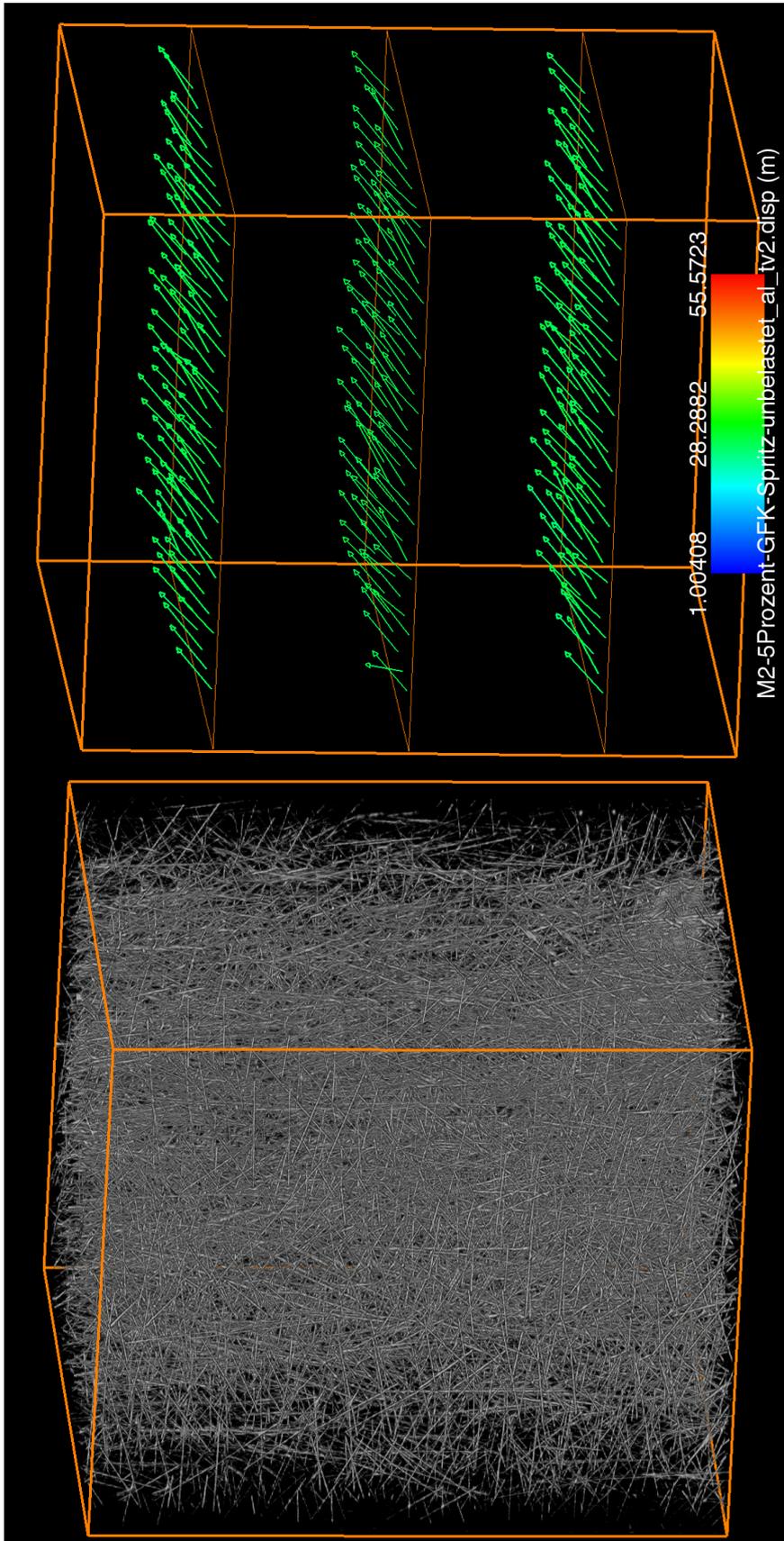


Abbildung 7.28: DVC der 5 % Spritzguss-Probe. Unbelastet und 1. Relaxation

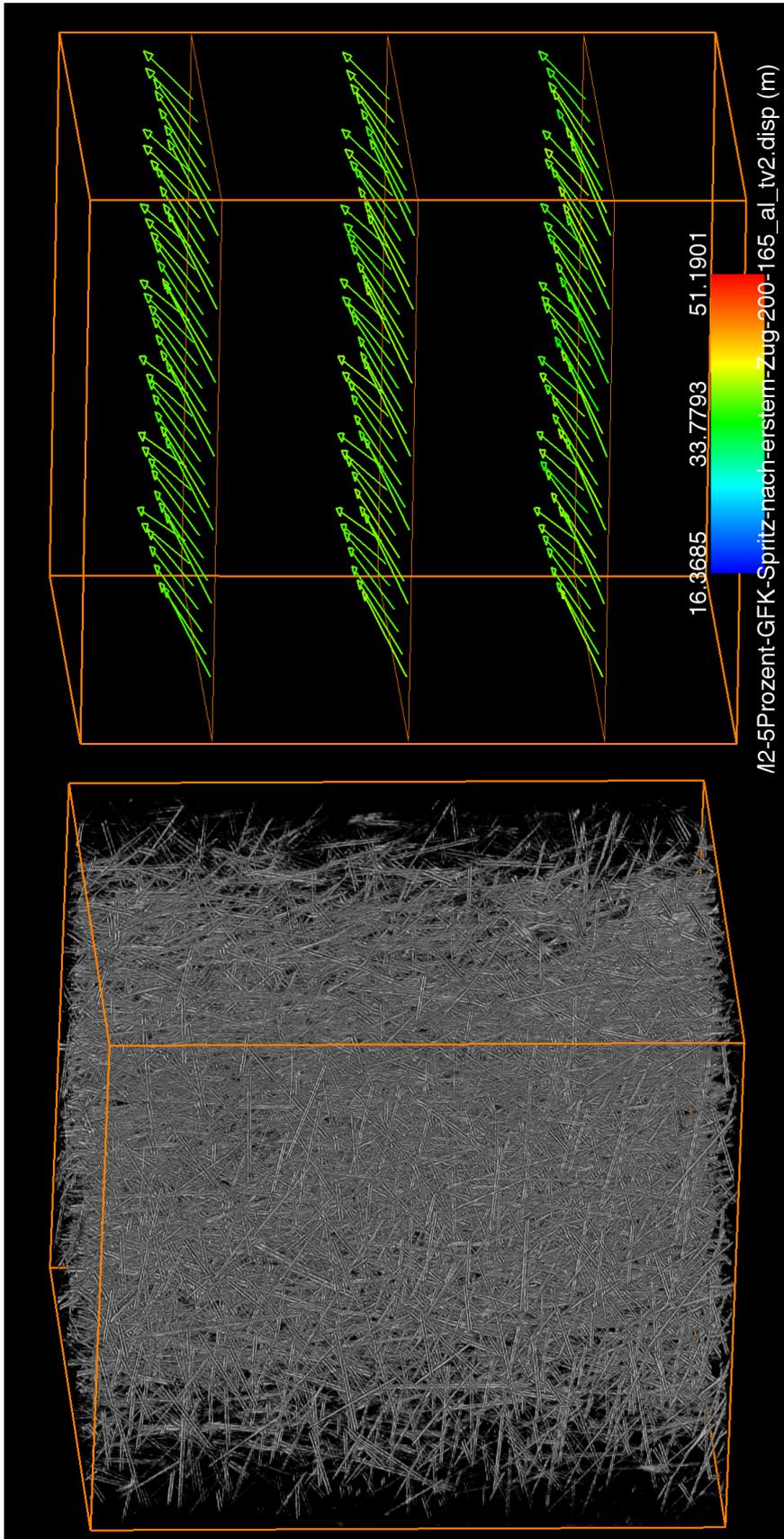


Abbildung 7.29: DVC der 5 % Spritzguss-Probe. 1. und 2. Relaxation

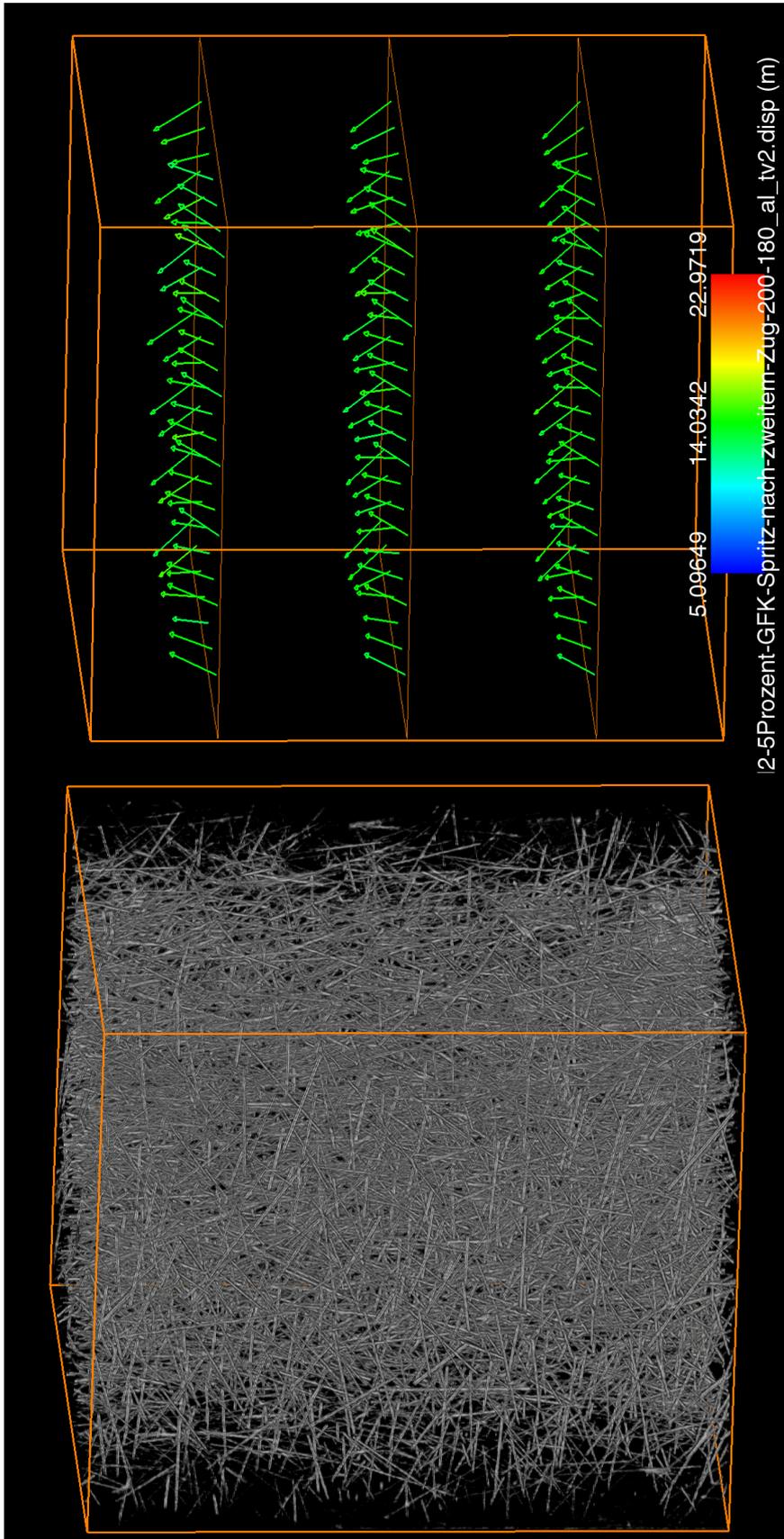


Abbildung 7.30: DVC der 5 % Spritzguss-Probe. 2. und 3. Relaxation

# Literaturverzeichnis

- [1] <https://deben.co.uk/tensile-testing/>
- [2] <https://www.uni-saarland.de/lehrstuhl/herrmann/dfg-grossgeraet.html>
- [3] <https://comgrow3d.com/products/creality-ender-3-3d-printer-aluminum-prusa-i3-diy-with-resume-print-220x220x250mm>
- [4] <https://www.thermofisher.com/de/de/home/industrial/electron-microscopy/electron-microscopy-instruments-workflow-solutions/3d-visualization-analysis-software/avizo-materials-science.html>
- [5] PLANK, B. ; SALABERGER, D. ; RAO, G. ; AMIRKHANOV, A. ; KASTNER, J.: 4D Röntgen-Computertomografie mittels konventioneller Labor CTs: Möglichkeiten und Einschränkungen. (2017)
- [6] D. SALABERGER, T. Paier J. K. M. Arian: Characterization of damage mechanisms in glass fibre reinforced polymers using X-ray computed tomography. In: *11th European Conference on Non-Destructive Testing (ECNDT 2014)*, 2014
- [7] J. KASTNER, C. H. B. Plank P. B. Plank: Advanced X-ray computed tomography methods: High resolution CT, quantitative CT, 4DCT and phase contrast CT. In: *Digital Industrial Radiology and Computed Tomography (DIR 2015)*, 2015
- [8] J. KASTNER, D. S. B. Plank P. B. Plank: High resolution X-ray computed tomography of fibre- and particle-filled polymers. In: *18th World Conference on Nondestructive Testing*, 2012
- [9] K. M. JESPERSEN, T. Lowe P. J. Withers L. P. M. J. Zangenberg Z. J. Zangenberg: Fatigue damage assessment of uni-directional non-crimp fabric reinforced polyester composite using X-ray computed tomography. In: *Composites Science and Technology* 136 (2016)
- [10] Y. NIKISHKOV, A. Makeev B. S. G. Seon S. G. Seon: In-situ measurements of fracture toughness properties in composite laminates. In: *Materials and Design* 94 (2016)
- [11] S. OBERPEILSTEINER, D. S. T. Reiter R. T. Reiter: Coupling of in-situ-CT with Virtual Testing by FEM of Short Fiber Reinforced Materials. In: *iCT Conference 2014*, 2014, S. 299–305

- [12] FORSTER, Aaron M.: Materials Testing Standards for Additive Manufacturing of Polymer Materials: State of the Art and Standards Applicability / NIST. 2015. – Forschungsbericht
- [13] DR.-ING. CHRISTOPH KLAHN, Filippo Fontana Bastian Leutenecker-Twelsiek Jasmin J. Prof. Dr.-Ing. Mirko Meboldt M. Prof. Dr.-Ing. Mirko Meboldt: *Entwicklung und Konstruktion für die Additive Fertigung: Grundlagen und Methoden für den Einsatz in industriellen Endkundenprodukten*. Vogel Business Media, 2018
- [14] JOHN SLOTWINSKI, Shawn M.: Applicability of Existing Materials Testing Standards for Additive Manufacturing Materials / NIST. 2014. – Forschungsbericht
- [15] *DIN 527: Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 1: Allgemeine Grundsätze (ISO 527-1:2012)*. : *DIN 527: Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 1: Allgemeine Grundsätze (ISO 527-1:2012)*
- [16] SCHÜRMAN, Helmut: *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden*. Bd. 2. Springer, 2007
- [17] *DIN EN ISO 7500-1:2004: Metallische Werkstoffe - Prüfung von statischen einachsigen Prüfmaschinen - Teil 1: Zug- und Druckprüfmaschinen - Prüfung und Kalibrierung der Kraftmesseinrichtung*. : *DIN EN ISO 7500-1:2004: Metallische Werkstoffe - Prüfung von statischen einachsigen Prüfmaschinen - Teil 1: Zug- und Druckprüfmaschinen - Prüfung und Kalibrierung der Kraftmesseinrichtung*
- [18] *DIN EN ISO 9513: Metallische Werkstoffe – Kalibrierung von Längenänderungsmesseinrichtungen für die Prüfung mit einachsiger Beanspruchung (ISO 9513:2012 + Cor. 1:2013)*. : *DIN EN ISO 9513: Metallische Werkstoffe – Kalibrierung von Längenänderungsmesseinrichtungen für die Prüfung mit einachsiger Beanspruchung (ISO 9513:2012 + Cor. 1:2013)*
- [19] MAISL, Michael: *Hochauflösende Volumenprüfung flächiger Objekte mit Computerlaminographie*, 2014
- [20] S.C. GARCEA, P.J. W. Y. Wang W. Y. Wang: X-ray computed tomography of polymer composites. In: *Composites Science and Technology* 156 (2018), S. 305–319
- [21] *DIN EN ISO 6892: Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO/DIS 6892:2007)*. : *DIN EN ISO 6892: Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO/DIS 6892:2007)*
- [22] <https://data.epo.org/publication-server/rest/v1.0/publication-dates/19831228/patents/EP0096824NWA1/document.html>
- [23] *EN 10002: Metallische Werkstoffe- Zugversuch; Teil 1: Prüfverfahren (bei Raumtemperatur)*. : *EN 10002: Metallische Werkstoffe- Zugversuch; Teil 1: Prüfverfahren (bei Raumtemperatur)*

- [24] *DIN En ISO 204 Metallische Werkstoffe – Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung – Prüfverfahren (ISO 204:2009)*. : *DIN En ISO 204 Metallische Werkstoffe – Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung – Prüfverfahren (ISO 204:2009)*
- [25] PRISTAVOK, Dipl.-Ing. J.: *Mikromechanische Untersuchungen an Epoxidharz-Glasfaser-Verbundwerkstoffen unter zyklischer Wechselbelastung*, Technischen Universität Dresden, Diss., 1977
- [26] FRENZ, Sabine: *Theoretische und experimentelle Untersuchungen glasfaserverstärkter Verbundwerkstoffplatten unter dynamischer Belastung*, RWTH Aachen, Diss., 2006
- [27] A. AMIRKHANOV, D. Salaberger-J. Kastner M. E. Gröller C. H. A. Amirkhanov A. A. Amirkhanov: Visual Analysis of Defects in Glass Fiber Reinforced Polymers for 4DCT Interrupted In situ Tests. In: *Eurographics Conference on Visualization (EuroVis) 2016* Bd. 35, 2016, S. 201–210
- [28] J. KASTNER, Daniel ANGERMAIER-G. Z. E. Schlotthauer S. E. Schlotthauer: Quantitative Messung von Faserlängen und -verteilung in faserverstärkten Kunststoffteilen mittels Mikro-Röntgen-Computertomographie. In: *DGZfP-Jahrestagung 2007*, 2007
- [29] A. BERNASCONI, P.J. H. F. Cosmi C. F. Cosmi: Analysis of fibre orientation distribution in short fibre reinforced polymers: A comparison between optical and tomographic methods. In: *Composites Science and Technology* 72 (2012), S. 2002–2008
- [30] YI-TANG KAO, Dong Sung (Danny) Kim Sima Ahmadizadyekta Bruce L. Tai \* Trace Dressen; Dong Sung (Danny) Kim; Sima Ahmadizadyekta; Bruce L. T. Trace Dressen D. Trace Dressen: Experimental Investigation of Mechanical Properties of 3D-Printing Built Composite Material.
- [31] HANS ALBERT RICHARD, Thomas Z. Britta Schramm S. Britta Schramm: *Additive Fertigung von Bauteilen und Strukturen*. Springer Vieweg, 2017

# Tabellenverzeichnis

3.1	Maße der Zugprüfmaschine . . . . .	23
3.2	Berechnete und gemessene Stauchung beider Zylinder; E-Modul Carbon- glas 35 GPa . . . . .	34
5.1	Literaturwerte und gemessene mechanische Kennwerte der additiv gefertigten Proben . . . . .	56
5.2	Errechnete und gemessene mechanische Kennwerte der Spritzgussproben .	59
5.3	Messparameter für die Relaxationsversuche . . . . .	61
5.4	Verschiebungsrichtung und -länge der Proben pro Stufe in den Radio- graphieaufnahmen; Richtung in Abhängigkeit der Einspannrichtung der Probe; Pfeile geben die zweidimensionale Verschiebungsrichtung der Fa- sern an . . . . .	63
5.5	Verschiebungsrichtung und -länge der Proben pro Stufe mittels DVC aus CT-Messungen; Richtung in Abhängigkeit der Einspannrichtung der Pro- be; Pfeile geben die Verschiebungsrichtung der Fasern an . . . . .	68
5.6	Verschiebungsrichtung und -länge der Proben pro Stufe mittels DVC aus CT-Messungen; Richtung in Abhängigkeit der Einspannrichtung der Pro- be bzw. beim Spritzguss in Abhängigkeit der Faserorientierung . . . . .	74

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Stückkostenvergleich als Funktion der geometrischen Komplexität bzw. Losgröße [13] . . . . .	10
2.2	Prinzipeller Aufbau einer FDM-Anlage [13] . . . . .	11
2.3	Treppenstufen-Effekt beim FDM [13] . . . . .	11
2.4	Anteil der Materialien an der weltweiten Verarbeitung durch additive Fertigung [12] . . . . .	13
2.5	Rheologische Modelle zur Beschreibung des zeitabhängigen Werkstoffverhaltens [16] . . . . .	15
2.6	Boltzmannsches Superpositionsprinzip [16] . . . . .	17
2.7	Allgemeines Spannungs-Dehnungs-Diagramm für verschiedene Werkstoffe nach ISO 527-1 [15]; (a) spröder Werkstoff, (b) und (c) dehnbare Werkstoffe mit Streckpunkt, (d) weicher, elastischer Werkstoff ohne Streckgrenze	18
2.8	Prinzipieller Aufbau einer CT-Anlage; Kegelstrahlgeometrie der Röntgenquelle [19] . . . . .	19
2.9	Varianten der zeitabhängigen Röntgen-CT [20] . . . . .	21
3.1	Skizze Zugmaschine . . . . .	23
3.2	Zugmaschine Zusammenbau . . . . .	24
3.3	Zugmaschine ohne Zylinder . . . . .	24
3.4	Kraftmessdose . . . . .	24
3.5	Konzept zum priorisierten Vorgehen der Charakterisierung . . . . .	25
3.6	Vorgehen zur Kontrolle der Längenänderung des Zugmoduls . . . . .	26
3.7	Vorgehen der Ausdehnung des Zylinders unter Zug . . . . .	27
3.8	Überprüfung der Axialität des Zugmoduls . . . . .	27
3.9	Überprüfung der Probeneinspannung . . . . .	28
3.10	Messaufbau für die Charakterisierung des Zugprüfsystems . . . . .	29
3.11	Differenz des Verfahrenweges; 0,01 mm Steps . . . . .	32
3.12	Differenz des Verfahrenweges; 0,1 mm Steps . . . . .	32
3.13	Differenz des Verfahrenweges; 1 mm Steps . . . . .	32
3.14	Prinzip der PID-Regelung mit Regelabweichung . . . . .	32
3.15	Differenz der Verfahrenwege des Lastprüfsystems (Ist) gegenüber dem des Messtasters (Soll); Messung mit 0,1 mm/min Motorgeschwindigkeit und 0,01mm Stepweite . . . . .	33

3.16	Durchstrahlungsaufnahme der beiden Zylinder zur Bestimmung der Abmessungen . . . . .	34
3.17	Ausdehnungsverhalten des kleinen Zylinders . . . . .	35
3.18	Ausdehnungsverhalten des großen Zylinders . . . . .	35
3.19	Drahtdurchführung durch Zylinder . . . . .	37
3.20	Befestigungsstelle an Messtaster . . . . .	37
3.21	Drahtdurchführung seitlich an Probe entlang . . . . .	37
3.22	Befestigung des Draht an der Einspannung der Probe . . . . .	37
3.23	Differenz des Verfahrwegs unter Last . . . . .	38
3.24	Siliziumcarbid-Stäbchen . . . . .	39
3.25	Kollimatorprinzip . . . . .	39
3.26	Differenz der Verfahrachse unter Last über die Kollimator-Methode (5 kN Kraftmessdose) . . . . .	39
3.27	Differenz der Verfahwege unter Last über die Kollimator-Methode (1 kN Kraftmessdose) . . . . .	40
3.28	Differenz der Verfahwege nach Befestigung der Schraube. Eine Driftbewegung der Verfahrachse ist erkennbar . . . . .	41
3.29	Messung der Differenz der Verfahwege nach mehrmaligen Zugversuchen .	41
3.30	Mechanisches Ersatzschaltbild des Verhalten unter Last . . . . .	42
3.31	Spannungs-Dehnungs-Diagramm der PA-Probe . . . . .	43
4.1	Aufbau der Feinfocus-Röntgenröhre mit Fokussier- (5) und Zentrierspulen (6) [22] . . . . .	45
4.2	Jima-Maske; Definierte Strukturgrößen aus Silizium und Wolfram dienen als Justageelemente . . . . .	45
4.3	Probenhalter des Zugmodul für den Manipulatortisch . . . . .	46
4.4	CAD-Zeichnung des Probenhalters, Unterseite . . . . .	46
4.5	Unterbau für den Detektor . . . . .	46
4.6	Unterbau für die Röhre . . . . .	46
4.7	Radiographie-Aufnahme der PP-GFK30 Probe . . . . .	47
4.8	Radiographie-Aufnahme 2 % Spritzguss . . . . .	47
4.9	Radiographie-Aufnahme 5 % Spritzguss . . . . .	47
4.10	XY-Ansicht der GFK-Probe . . . . .	48
4.11	YZ-Ansicht der GFK-Probe . . . . .	48
4.12	Aufbau des Manipulators . . . . .	49
4.13	CAD-Zeichnung der Probengeometrie . . . . .	50
4.14	Konstruktionszeichnung der Probe . . . . .	50
4.15	CT-Aufnahme der additiv gedruckten GFK-Probe . . . . .	50
4.16	Nach Anpassen der Druckparameter . . . . .	50
4.17	Druckrichtungen bei der Probenherstellung: a) senkrecht zum Zug und b) parallel zum Zug gedruckte Proben . . . . .	51
5.1	Bruchverhalten (Bsp.) der verschiedenen Probengeometrien . . . . .	54
5.2	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 4 mm GFK-additiv senkrecht gedruckt . . . . .	54

5.3	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 4 mm GFK-additiv parallel gedruckt . . . . .	55
5.4	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 0,2 mm GFK-additiv senkrecht gedruckt; gestrichelte Linie gibt Bereich an, bei dem ein Teilbruch der Probe auftritt . . . . .	55
5.5	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 0,1 mm GFK-additiv senkrecht gedruckt . . . . .	56
5.6	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 0,2 mm GFK-additiv parallel gedruckt . . . . .	57
5.7	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 4 mm Spritzguss 2 %; gestrichelte Linie zeigt Bruchdeh- nung der Probe an, danach plastische Verformung des Randbereichs . . . . .	58
5.8	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm 4 mm Spritzguss 5 % . . . . .	59
5.9	Theoretische Faserbewegung während der Versuchsreihe . . . . .	60
5.10	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 200 $\mu$ m Probe . . . . .	62
5.11	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 200 $\mu$ m Probe parallel . . . . .	62
5.12	Subtraktionsbild der 260 $\mu$ m senkrecht gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation . . . . .	64
5.13	Subtraktionsbild der 260 $\mu$ m senkrecht gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation . . . . .	64
5.14	Subtraktionsbild der 260 $\mu$ m senkrecht gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation . . . . .	64
5.15	Subtraktionsbild der 130 $\mu$ m senkrecht gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation . . . . .	65
5.16	Subtraktionsbild der 130 $\mu$ m senkrecht gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation . . . . .	65
5.17	Subtraktionsbild der 130 $\mu$ m senkrecht gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation . . . . .	65
5.18	Subtraktionsbild der 240 $\mu$ m parallel gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation . . . . .	66
5.19	Subtraktionsbild der 240 $\mu$ m parallel gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation . . . . .	66
5.20	Subtraktionsbild der 240 $\mu$ m parallel gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation . . . . .	66
5.21	DVC der 260 $\mu$ m Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	70
5.22	DVC der 260 $\mu$ m Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	70
5.23	DVC der 260 $\mu$ m Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	70
5.24	DVC der 130 $\mu$ m Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	71
5.25	DVC der 130 $\mu$ m Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	71
5.26	DVC der 130 $\mu$ m Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	71
5.27	DVC der 240 $\mu$ m parallel gedruckten Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	72
5.28	DVC der 240 $\mu$ m parallel gedruckten Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	72
5.29	DVC der 240 $\mu$ m parallel gedruckte Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	72
5.30	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 4 mm senkrecht gedruckten Probe . . . . .	73
5.31	$\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 4 mm parallel gedruckten Probe . . . . .	73
5.32	DVC der 4 mm Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	75
5.33	DVC der 4 mm Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	75

5.34 DVC der 4 mm Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	75
5.35 DVC der 4 mm parallel gedruckten Probe. Unbelastet und 1. Relaxation .	76
5.36 DVC der 4 mm parallel gedruckten Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	76
5.37 DVC der 4 mm parallel gedruckten Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	76
5.38 $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 2 % Spritzguss-Probe . . . . .	77
5.39 $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm des Relaxationsversuchs der 5 % Spritzguss-Probe . . . . .	77
5.40 DVC der 2 % Spritzguss-Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	78
5.41 DVC der 2 % Spritzguss-Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	78
5.42 DVC der 2 % Spritzguss-Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	78
5.43 Simulierter Spannungsverlauf der 4 mm Probe bei Relaxation von 200 N auf 170 N Last . . . . .	80
7.1 Subtraktionsbild der 260 $\mu\text{m}$ senkrecht gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation . . . . .	84
7.2 Subtraktionsbild der 260 $\mu\text{m}$ senkrecht gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation . . . . .	85
7.3 Subtraktionsbild der 260 $\mu\text{m}$ senkrecht gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation . . . . .	86
7.4 Subtraktionsbild der 130 $\mu\text{m}$ senkrecht gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation . . . . .	87
7.5 Subtraktionsbild der 130 $\mu\text{m}$ senkrecht gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation . . . . .	88
7.6 Subtraktionsbild der 130 $\mu\text{m}$ senkrecht gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation . . . . .	89
7.7 Subtraktionsbild der 240 $\mu\text{m}$ parallel gedruckten Probe. 1. Zug und 1. Relaxation . . . . .	90
7.8 Subtraktionsbild der 240 $\mu\text{m}$ parallel gedruckten Probe. 2. Zug und 2. Relaxation . . . . .	91
7.9 Subtraktionsbild der 240 $\mu\text{m}$ parallel gedruckten Probe. 3. Zug und 3. Relaxation . . . . .	92
7.10 DVC der 260 $\mu\text{m}$ Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	93
7.11 DVC der 260 $\mu\text{m}$ Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	94
7.12 DVC der 260 $\mu\text{m}$ Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	95
7.13 DVC der 130 $\mu\text{m}$ Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	96
7.14 DVC der 130 $\mu\text{m}$ Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	97
7.15 DVC der 130 $\mu\text{m}$ Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	98
7.16 DVC der 240 $\mu\text{m}$ parallel gedruckten Probe. Unbelastet und 1. Relaxation	99
7.17 DVC der 240 $\mu\text{m}$ parallel gedruckten Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	100
7.18 DVC der 240 $\mu\text{m}$ parallel gedruckte Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	101
7.19 DVC der 4mm Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	102
7.20 DVC der 4mm Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	103
7.21 DVC der 4mm Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	104
7.22 DVC der 4mm parallel gedruckten Probe. Unbelastet und 1. Relaxation .	105
7.23 DVC der 4mm parallel gedruckten Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	106

7.24 DVC der 4mm parallel gedruckten Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	107
7.25 DVC der 2 % Spritzguss-Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	108
7.26 DVC der 2 % Spritzguss-Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	109
7.27 DVC der 2 % Spritzguss-Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	110
7.28 DVC der 5 % Spritzguss-Probe. Unbelastet und 1. Relaxation . . . . .	111
7.29 DVC der 5 % Spritzguss-Probe. 1. und 2. Relaxation . . . . .	112
7.30 DVC der 5 % Spritzguss-Probe. 2. und 3. Relaxation . . . . .	113