

# **DLR-IB-FA-BS-2022-100**

**Untersuchungen von Surface  
Toughening auf die  
Verbindungsfestigkeit geklebter  
Proben unter reiner Mode-I und  
Mode-II Belastung**

**Wissenschaftlicher Bericht**

Franziska Klimmeck



**DLR**

**Deutsches Zentrum  
für Luft- und Raumfahrt**



Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik

**DLR-IB-FA-BS-2022-100**

**Untersuchungen von Surface Toughening auf die  
Verbindungsfestigkeit geklebter Proben unter reiner  
Mode-I und Mode-II Belastung**

**Zugänglichkeit:**

**Stufe 1 Allgemein zugänglich:** Der Interne Bericht wird elektronisch ohne Einschränkungen in ELIB abgelegt. Falls vorhanden, ist je ein gedrucktes Exemplar an die zuständige Standortbibliothek und an das zentrale Archiv abzugeben.

Braunschweig, *September, 2022*

Der Bericht umfasst: 17 Seiten

Abteilungsleiter:  
*Prof. Dr. Christian Hühne*

Autor:  
*Franziska Klimmeck*

Autor 2 / Betreuer:  
*Martin Schollerer*



Deutsches Zentrum  
für Luft- und Raumfahrt



**Hinweis:**

Der Grundlagenteil in Kapitel 2 ist übernommen aus:

Masterarbeit\_Klimmeck\_2021 - Charakterisierung der kritischen Energiefreisetzungsraten eines Filmklebstoffs für Luftfahrtanwendungen unter Mode-I, Mode-II sowie Mixed-Mode Belastung

## Übersicht

In dieser Arbeit wird der Einfluss von Surface Toughening auf Klebverbindungen unter reiner Mode I und Mode II Belastung untersucht. Ziel ist es neben dem Effekt auch die Energiefreisetzungsrate  $G_{IC}$  und  $G_{IIC}$  zu identifizieren. Dafür werden Double Cantilever Beam Proben und End Notched Flexure Proben verwendet. Die Ergebnisse zeigen dabei auf, dass der Effekt des Surface Toughening zu einer deutlichen Erhöhung der Verbindungsfestigkeit führt. Unter Mode I (DCB-Versuch) muss das Kraftniveau deutlich ansteigen um die Klebverbindung zu zerstören und einen Riss weiterlaufen zu lassen. Unter Mode II wird der Riss gestoppt und bis zum Totalversagen der Probe weiter aufgehalten ohne sichtbare Beschädigung der restlichen Klebverbindung.

# Inhalt

1 Probenaufbau.....	5
2 Belastungsarten .....	7
2.1 Double-Cantilever Beam Versuch (Mode-I).....	7
2.2 End-Notched Flexure Versuch (Mode-II).....	9
3 Ergebnisse aus den DCB Versuchen (Mode-I) .....	13
4 Ergebnisse aus den ENF Versuchen (Mode-II).....	15
5 Zusammenfassung und Ausblick auf nachfolgende Versuche.....	17

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Aufbau eines ST Prüfkörpers .....	5
Abbildung 2: Aufbau eines Prüfkörpers mit Reinsubstrat PEEK .....	6
Abbildung 3: Aufbau eines Prüfkörpers mit Reinsubstrat PVDF .....	6
Abbildung 4: Mode-I Belastung, rechts: Eingespannte und belastete Probe aus dem DCB-Versuch.....	7
Abbildung 5: DCB Prüfkörper Geometrie .....	8
Abbildung 6: Markierungen Rissfortschrittslänge .....	9
Abbildung 7: DCB Versuchsaufbau.....	9
Abbildung 8: links: Mode-II Belastung, rechts: ENF-Versuchsaufbau .....	10
Abbildung 9: Geometrieparameter eines ENF Prüfkörpers .....	11
Abbildung 10: Abstände und Radien der Auflager für die ENF Apparatur.....	11
Abbildung 11: Ergebnisse aus den DCB Versuchen.....	13
Abbildung 12: R-Kurvenverlauf eines DCB_ST10 Prüfkörpers .....	14
Abbildung 13: Vergleich der ENF Ergebnisse mit und ohne eingebrachten ST Streifen.....	15
Abbildung 14: Rissfortschritt bei einem ENF Prüfkörper mit eingebrachtem ST Streifen .....	15
Abbildung 15: Rissfortschritt der Referenzprobe ohne ST Streifen.....	16
Abbildung 16: Belasteter Prüfkörper mit PEEK als Reinsubstrat.....	16
Abbildung 17: Belasteter Prüfkörper mit PVDF als Reinsubstrat .....	16



## 1 Probenaufbau

Ziel der Versuche ist es zu untersuchen, inwiefern eine Verbindungsfestigkeitssteigerung mittels Surface Toughening erzeugt werden kann. Dafür werden die Versuche Double-Cantilever-Beam (Mode-I) und End-Notched-Flexure (Mode-II) durchgeführt.

Es werden Prüfkörper für insgesamt drei verschiedene Versuchstypen gefertigt und bruchmechanisch untersucht. Dafür kommen die standardisierten Prüfverfahren Double-Cantilever Beam (DCB), End-Notched Flexure (ENF) und Mixed-Mode Bending (MMB) Test zum Einsatz. In diesem Bereich werden nachfolgend jedoch lediglich die Ergebnisse aus dem DCB und ENF Versuch diskutiert.

Ziel der Untersuchung ist es, mit Hilfe dieser Versuche die Verbindungsfestigkeitssteigerung mittels Surface Toughening unter verschiedenen Belastungsarten nachzuweisen. Die Durchführung der Versuche erfolgt mit dem Substratmaterial 8552-IM7. Die Grundlage für diese Untersuchung ist eine bereits durchgeführte, ähnliche Studie zur Ermittlung der kritischen Energiefreisetzungsraten des Filmklebstoffs Hysol EA9695.

Grundsätzlich wird die erste Prüfkörperserie mit folgendem Lagenaufbau gefertigt:

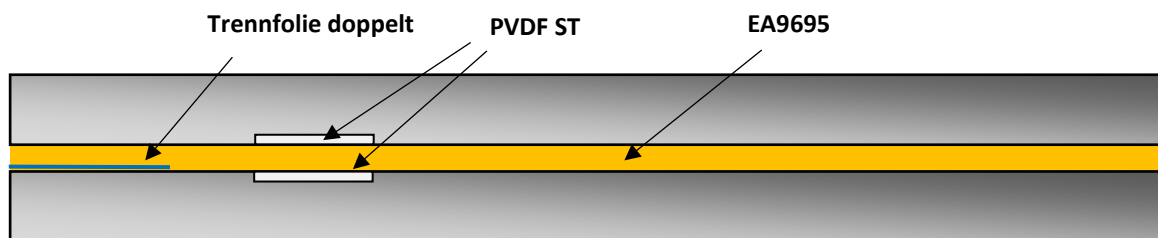


Abbildung 1: Aufbau eines ST Prüfkörpers

Zwischen die ausgehärteten CFK Platten wird der Klebstoff nach Secondary Bonding Fertigung appliziert sowie eine festgelegte Initialrisslänge durch eine Trennfolie erzeugt. Was diesen Probenaufbau von der Referenzserie aus der Vorstudie unterscheidet, ist ein auf der Laminatplatte angebrachter Streifen aus PVDF (Länge: 10 mm), welcher als Rissstoppelement fungieren wird.

Zwei weitere Prüfkörperserien aus reinem PVDF und PEEK zwischen dem Laminat werden gefertigt, um den Versagenszeitpunkt der Substrate zu bestimmen.

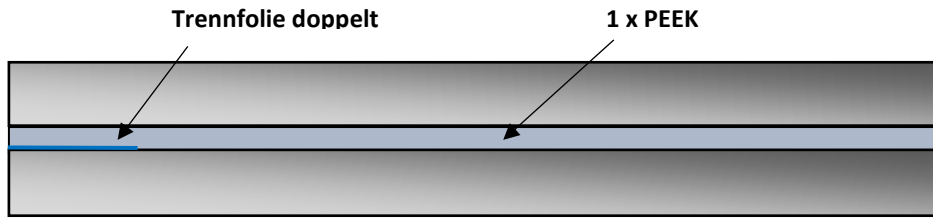


Abbildung 2: Aufbau eines Prüfkörpers mit Reinsubstrat PEEK

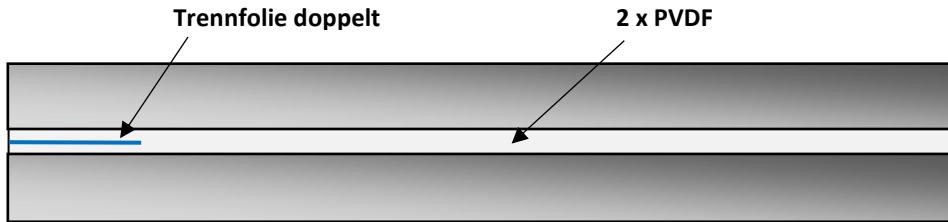


Abbildung 3: Aufbau eines Prüfkörpers mit Reinsubstrat PVDF

## 2 Belastungsarten

In diesem Kapitel werden abschnittsweise die zwei Belastungsarten des DCB sowie ENF Versuchs vorgestellt.

### 2.1 Double-Cantilever Beam Versuch (Mode-I)

Für die Versuche unter Mode-I erfolgt die Prüfung mit einem DCB-Test nach ASTM D5528. Es handelt sich hierbei um ein standardisiertes Prüfverfahren für Versuche zur bruchmechanischen Untersuchung von kohlenstofffaserverstärkten Verbundstoffen aus Unidirektionalgelege. Die Rissausbreitung verläuft senkrecht zur Normalspannung bzw. zur Rissebene. Der Prüfkörper wird in die Vorrichtung einer Zugprüfmaschine gespannt und unter Mode-I Belastung ausschließlich auf Zug beansprucht. Die nachfolgende Abbildung 3 zeigt das Prinzip der Mode-I Belastung und eine eingespannte Probe aus dem DCB Versuch.

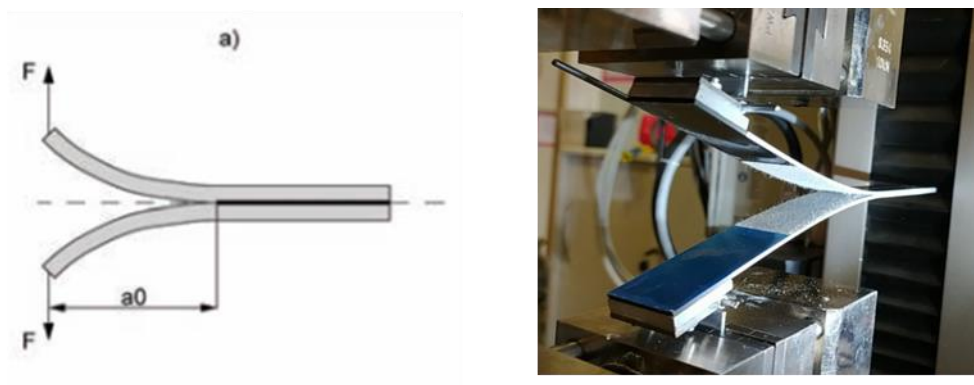


Abbildung 4: Mode-I Belastung, rechts: Eingespannte und belastete Probe aus dem DCB-Versuch

Quelle: Tomaso (2014), S.182 Fig. 8, eigene Aufnahme

Die DCB Prüfung hat die Bestimmung der Bruchzähigkeit beziehungsweise der Energiefreisetzungsrate zum Ziel. Diese setzt sich, wie bereits erläutert (Kapitel 2.3), aus dem Verhältnis der elastischen Energie im Prüfkörper zum Rissfortschritt zusammen. Die Bezeichnung für die unter Mode-I Belastung ermittelte kritische Energiefreisetzungsrate ist  $G_{IC}$ . Nachfolgende Abbildung zeigt die Geometrieparameter eines DCB Prüfkörpers mit Scharnieren und Initialriss durch eingebrachte Trennfolie.

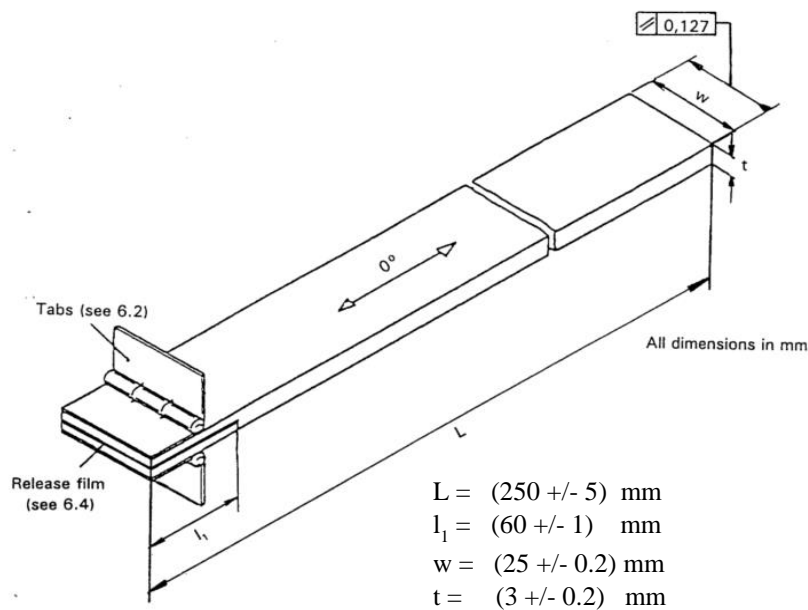


Abbildung 5: DCB Prüfkörper Geometrie

Quelle: In Anlehnung an AITM 1.0005 (1994), S.7, Fig. 1

Grundsätzlich kann das Verfahren wie folgt beschrieben werden: Ein mit einem Anriss versehener Prüfkörper wird kontinuierlich bei einer Traversengeschwindigkeit von 10 mm/min durch die ausgeübte Kraft der Prüfmaschine belastet, bis eine Rissfortschrittlänge von etwa 100 mm erreicht ist. Zur Vermeidung jeglichen Einflusses der eingelegten Trennfolie ist der Prüfkörper zunächst allerdings nur so weit zu belasten, bis eine Anrisslänge von etwa 3 mm erreicht ist. Nach der Vorbelastung wird die Prüfmaschine wieder in ihre Grundposition gefahren und die Lage des Anrisses markiert. Während des fortlaufenden Rissfortschritts werden die Kräfte und der entsprechende Traversenweg durch die Prüfmaschine aufgezeichnet. Mit Hilfe des daraus resultierenden Kraft-Traversendiagramms und der ermittelten Rissfortschrittlänge können die  $G_{IC}$  Werte berechnet werden. Zur leichteren Ermittlung der Rissfortschrittlänge werden die Prüfkörper an den Seiten weiß lackiert und alle 5 mm Markierungen angebracht.



Abbildung 6: Markierungen Rissfortschrittslänge

Quelle: Eigene Aufnahme

Neben der Kraft- und Wegaufzeichnung wird die entsprechende Rissfortschrittslänge während der Messung über eine sequenzielle Bildaufnahme visuell ermittelt. Darüber hinaus wird neben dem Kennwert bei Rissinitiierung zusätzlich untersucht, ob ein R-Kurveneffekt in den Rissfortschrittswerten beobachtet werden kann. Die Rissausbreitung erfolgt also ab dem Zeitpunkt, zu dem der kritische Wert  $G_{Ic}$  überschritten wird. Für die Ermittlung der kritischen Energiefreisetzungsrate  $G_{Ic}$  werden verschiedene Auswertmethoden genutzt. Die nachfolgende Aufnahme zeigt den in die Prüfmaschine eingespannten DCB Prüfkörper vor der Messung:

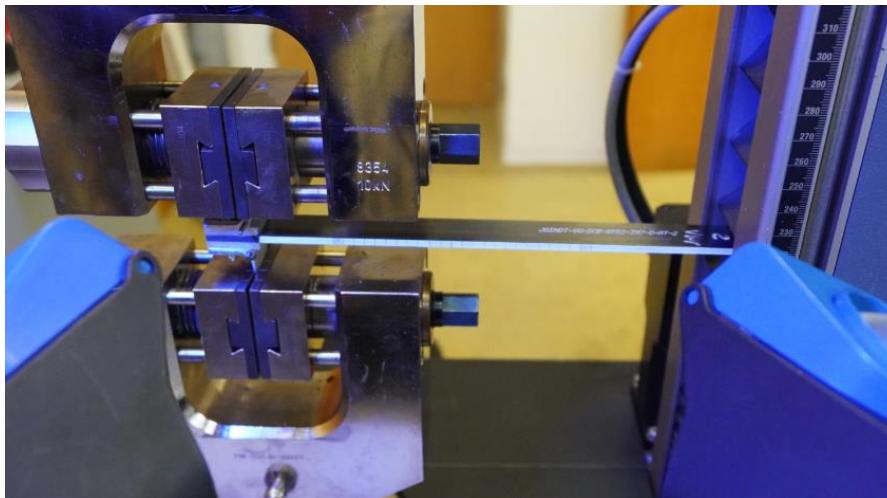


Abbildung 7: DCB Versuchsaufbau

Quelle: Eigene Aufnahme

## 2.2 End-Notched Flexure Versuch (Mode-II)

Die ENF-Prüfung wird zur Bestimmung der Risszähigkeit unter Mode-II Belastung nach DIN EN 6034 durchgeführt. Dazu werden Prüfkörper mit integriertem Initialriss im Rahmen eines 3-Punkt-Biegeversuchs (ENF) auf Schub belastet und dabei die Rissentstehung beobachtet. Bei einem ENF-Versuch wird der Prüfkörper auf zwei Auflagern positioniert und mittig mit einem

Prüfstempel bis zum Einleiten des Rissfortschrittes belastet. Dabei ist die Lage des Anrisses zu beachten.

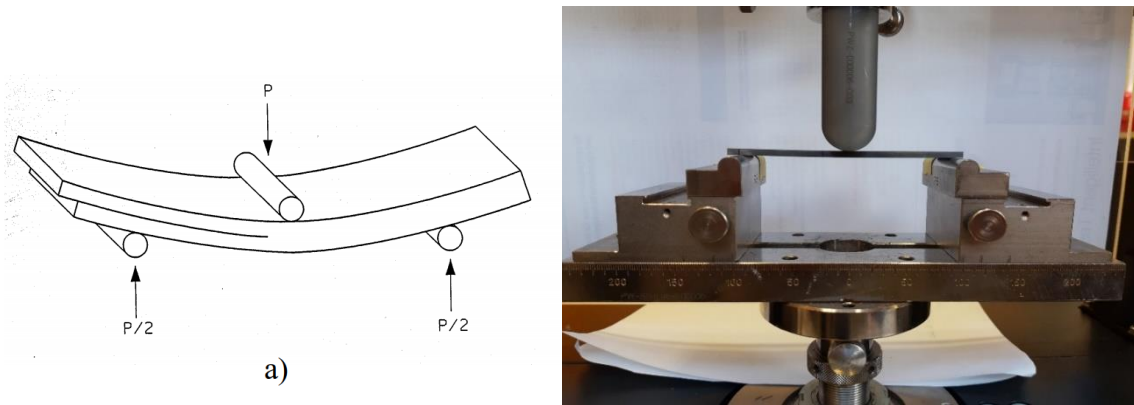


Abbildung 8: links: Mode-II Belastung, rechts: ENF-Versuchsaufbau

Quelle: Weiher (2014), S.182 Fig. 8, eigene Aufnahme

Die auf den Prüfkörper einwirkende Kraft und der Traversenweg der Prüfmaschine werden während des Versuchs kontinuierlich aufgezeichnet. Aus der durch die Trennfolie festgelegten Anrisslänge von 40mm und dem Kraft-Weg-Diagramm wird im Anschluss dann die kritische Energiefreisetzungsrate errechnet.  $G_{IIc}$  ist dabei die Bezeichnung für die nach der ENF-Prüfmethode ermittelte kritische Energiefreisetzungsrate. Es ist wichtig zu erwähnen, dass die Probekörper aus den bereits verwendeten  $G_{IC}$ -Prüfkörpern gefertigt werden können. Daraus ergibt sich ein weiterer Untersuchungsaspekt. Der ENF Prüfkörper hat als Anrissart nun keinen durch die Trennfolie hervorgerufenen künstlichen Anriss mehr. Vielmehr dient die Rissfortschrittswlänge aus der vorherigen DCB Prüfung als natürlicher Anriss. So bietet sich die Möglichkeit den Einfluss der Anrissart (künstlicher oder natürlicher Anriss) auf das Bruchverhalten des Klebstoffs zu charakterisieren. Die Prüfkörper müssen im Hinblick auf ihre Rückverfolgbarkeit zum  $G_{IC}$ -Prüfkörper und dem verwendeten Laminat in geeigneter Weise beschriftet werden. Die Norm schreibt für die Prüfkörper eine Initialrisslänge von  $c = 40\text{mm}$  und eine Prüfkörperlänge von mindestens 110mm vor. Die Breite soll 25mm und die

Gesamtdicke des Prüfkörpers 3mm betragen. Nachfolgende Abbildung zeigt die Geometrieparameter eines ENF-Prüfkörpers.

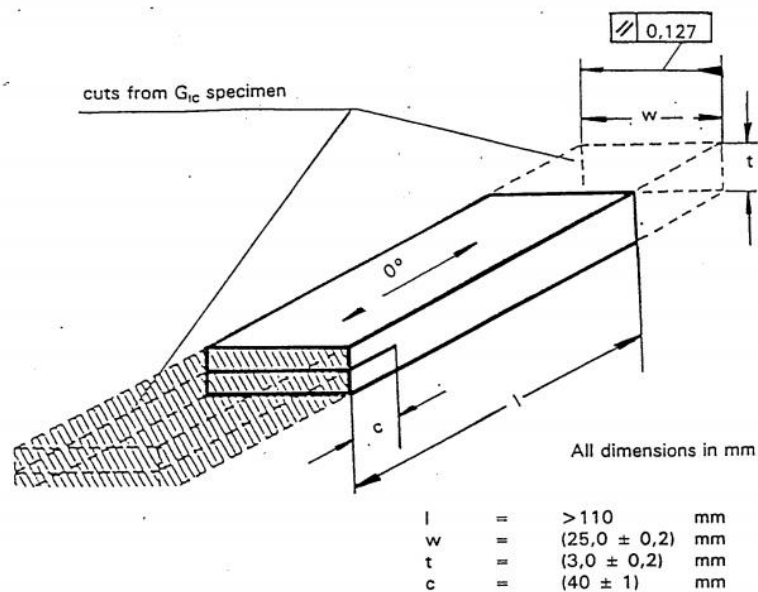


Abbildung 9: Geometrieparameter eines ENF Prüfkörpers

Quelle: DIN EN 6034 (1996), S.9, Fig.1

Für die beiden unteren Auflager ist ein Radius von  $r_2 = 5\text{mm}$  vorgesehen. Der Prüfstempel besitzt einen nach Norm vorgegebenen Radius von  $r_1 = 12,5\text{mm}$ . Dabei sind die in der nachfolgenden Abbildung angegebenen Abstände für die Prüfapparatur einzuhalten.

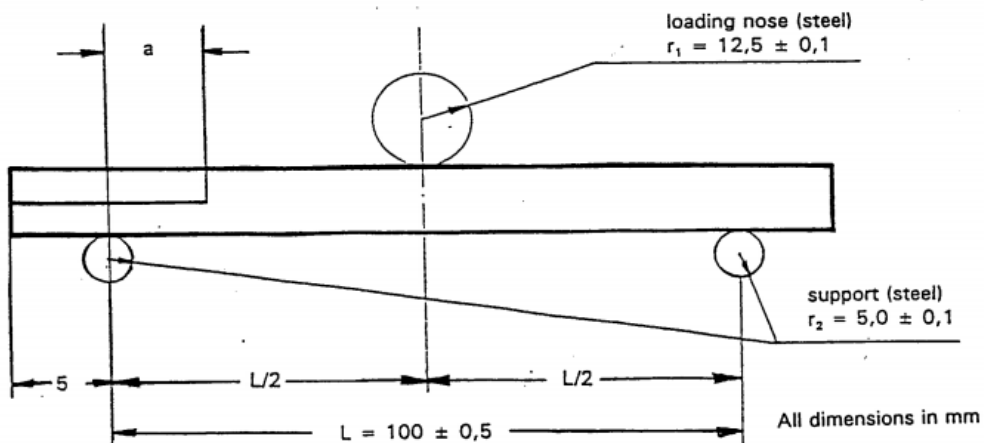


Abbildung 10: Abstände und Radien der Auflager für die ENF Apparatur

Quelle: AITM 1.0006 (1994), S.8

Auch bei diesem Versuch findet eine synchrone, permanente Bildaufnahme durch ein geeignetes Kamerasystem statt. Diese ermöglicht es dann, den genauen Zeitpunkt des

Klebstoffversagens visuell festzuhalten. Die Risseinleitung wird durch das fortschreitende Erreichen der senkrecht zur Prüfkörperlängsachse angebrachten Markierung beobachtet. Zusätzlich werden die Kraftmessdose und die Weganzeige genullt und jeglicher „Freiraum“ zwischen Druckfinne und Prüfkörper beseitigt. Der Prüfkörper wird kontrolliert mit einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min belastet. Aufgrund der meist sehr plötzlich auftretenden Rissinitiierung im Prüfkörper muss der deutlich langsamere Verfahrenweg eingestellt werden. Die Rissspitze wird mit der Kamera beobachtet, um den Beginn der Rissausbreitung festzuhalten. Die Belastung auf den Prüfkörper kann beendet werden, sobald der Rissfortschritt durch einen geringen Kraftabfall zu erkennen ist. Allgemein sind je Prüfzustand mindestens drei Prüfkörper zu testen und in die Kennwertermittlung einzubeziehen.



### 3 Ergebnisse aus den DCB Versuchen (Mode-I)

Die nachfolgende Abbildung veranschaulicht einerseits den vorliegenden Einfluss des ST Streifens auf die Ergebnisse des DCB Versuchs (DCB\_ST10\_02) und zum anderen können Rückschlüsse für eine angepasste Prüfmethode der Prüfkörperserien mit Reinsubstrat aufgezeigt werden (blaue und braune Kurve).

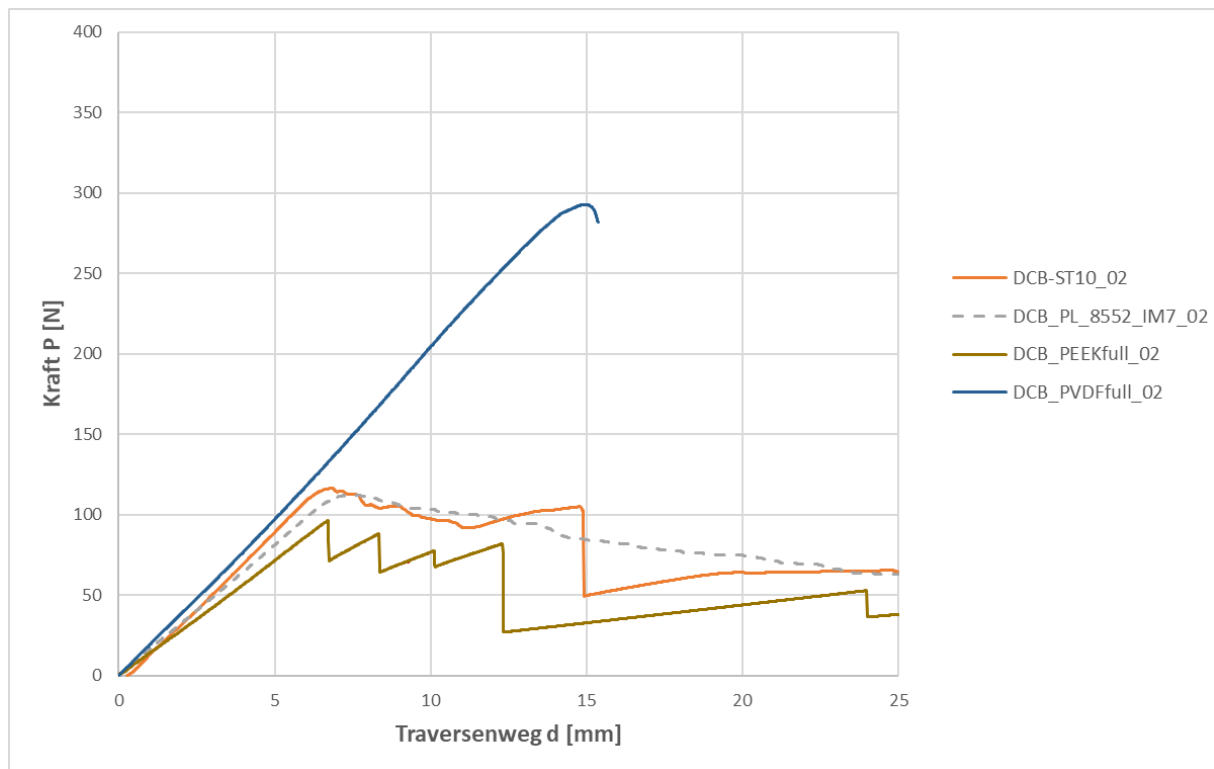


Abbildung 11: Ergebnisse aus den DCB Versuchen

Die blaue Kurve stellt den gemittelten Kurvenverlauf der reinen PVDF Prüfkörper dar. Auffällig ist hier, dass deutlich mehr Kraft (fast 300 N) aufgebracht werden muss, bis der Prüfkörper vollständig versagt. Grundsätzlich sind bei der Versuchsdurchführung jedoch meistens die zuvor klebtechnisch angebrachten Alublöcke abgerissen, was dazu führt, dass für die genaue Ermittlung des  $G_{Ic}$  - Wertes bei Reinsubstrat Proben mit PVDF eine andere Prüfmethode angewendet werden sollte.

Die Prüfkörperserie (braune Kurve) mit PEEK Reinsubstrat zeigt hingegen eine fehlende Adhäsion des Materials und ein instabiles Risswachstum im Kurvenverlauf, sodass auch für diese Versuchsreihe keine Auswertung des  $G_{Ic}$  - Wertes möglich ist.

Daraus resultiert, dass dieser Versuchstyp für Serien mit PVDF und PEEK Reinsubstrat nicht geeignet ist.

Vielmehr zeigt die Prüfkörperserie mit eingebrachtem ST Streifen (Kapitel 1 zum Probenaufbau), dass die Ergebnisse mit den Referenzwerten aus der Vorstudie vergleichbar sind (vgl. graue Referenzkurve DCB\_PL\_8552\_IM7\_02 und DCB\_ST\_10\_02 ).

Grundsätzlich führt das Einbringen des ST Streifens zu einem erneuten Anstieg der Kurve bei etwa 12 mm des Traversenweges. Der Kraftverlauf steigt so lange an, bis der Riss vor dem ST Streifen angelangt ist. Ab hier ist die neue Maximalkraft erreicht, welche aufgebracht werden muss, damit der Riss vor dem ST Streifen weiter fortschreiten kann. Somit ist der Einfluss auf die Verbindungsfestigkeitssteigerung durch Surface Toughening durch den Kraftabfall in Abbildung 14 (DCB\_ST10\_02) gegeben.

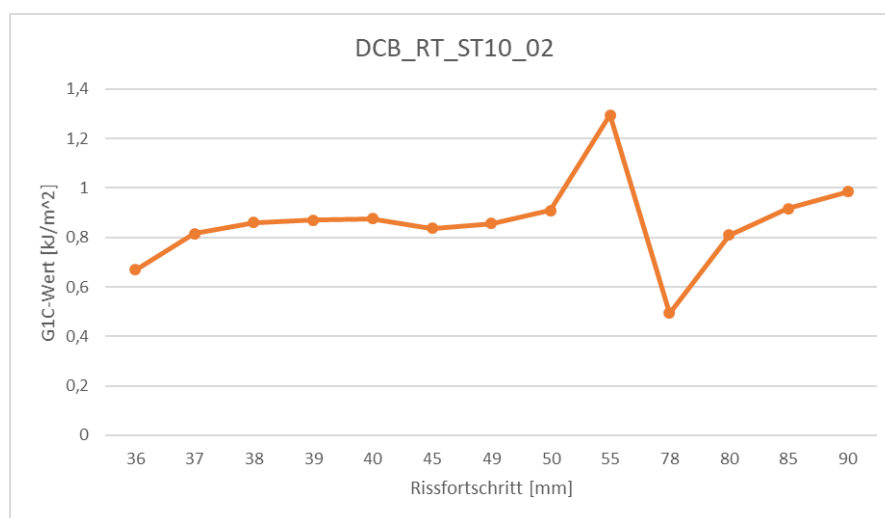


Abbildung 12: R-Kurvenverlauf eines DCB\_ST10 Prüfkörpers

Dies wird auch in dem ermittelten R-Kurvenverlauf (Abbildung 12) deutlich. Der unter Mode-I Belastung vorliegende R-Kurveneffekt ist sichtbar. Dies bestätigt die Ergebnisse aus den Referenzversuchen der Masterarbeit\_Klimmeck, bei welchen unter reinen Klebstoffprüfkörpern ebenfalls ein R-Kurveneffekt unter Mode-I Belastung festgestellt werden kann.

Nach 55 mm Rissfortschrittslänge steigt der R-Kurvenwert um den durch den ST Streifen entstandenen erhöhten G1C-Wert an. Insgesamt ist eine Erhöhung von ca.  $0,8 \text{ kJ/m}^2$  auf ca.  $1,35 \text{ kJ/m}^2$  zu verzeichnen, was einer Erhöhung des G1C-Wertes um über 40% entspricht.

## 4 Ergebnisse aus den ENF Versuchen (Mode-II)

Die zunächst in der nachfolgenden Grafik dargestellten beispielhaften Ergebnisse aus dem ENF Versuch machen den Einfluss des Rissstopps durch den ST Streifen leicht sichtbar. Bei einem Vergleich der Referenzprobe mit der aktuellen ST-Probe wird durch den unterschiedlichen Anstieg der Messreihen nach dem Plateau sichtbar, dass ein Einfluss des eingebrachten ST-Streifens auf die Ergebnisse vorhanden ist. Die unterschiedlichen Steigungen der beiden Kurven weisen auf eine unterschiedlich steife Probe hin. Ohne Riss ist die Probe steifer und der Graph steiler, wie es die blaue Kurve mit Rissstopper auch zeigt.

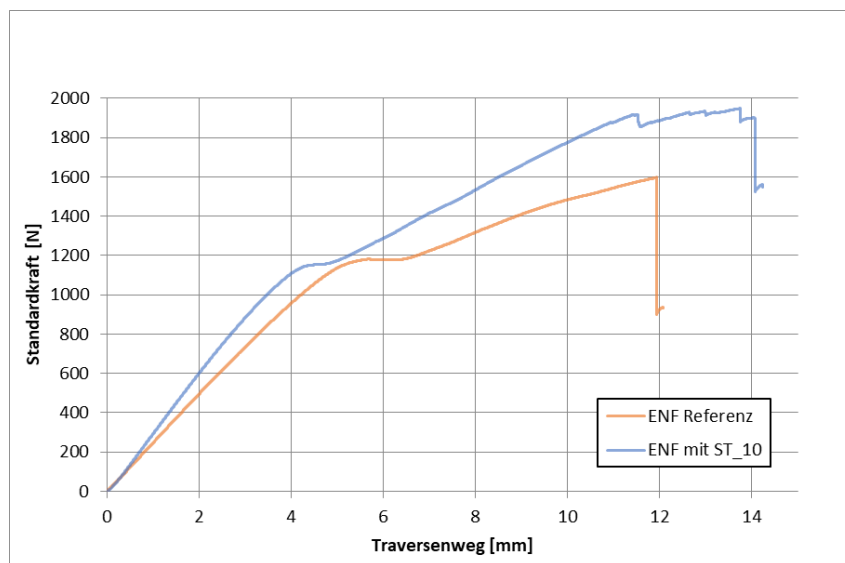


Abbildung 13: Vergleich der ENF Ergebnisse mit und ohne eingebrachten ST Streifen

Weiter ist eine Ermittlung des  $G_{2C}$  - Wertes unmittelbar vor dem ST Streifen jedoch nicht möglich.



Abbildung 14: Rissfortschritt bei einem ENF Prüfkörper mit eingebrachtem ST Streifen

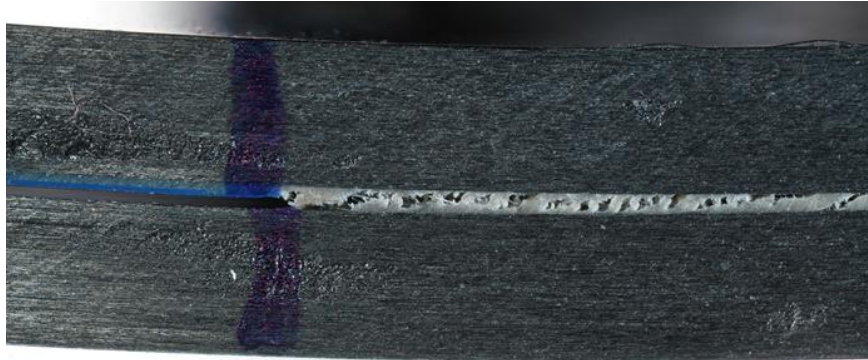


Abbildung 15: Rissfortschritt der Referenzprobe ohne ST Streifen

Bei einem Vergleich des Rissfortschritts in Abbildung 14 und 15 wird der vor dem ST Streifen einsetzende Rissstopp durch den eingebrachten ST Streifen sichtbar. Somit kann durch die visuelle Beobachtung der Einfluss auf die Verbindungsfestigkeit aufgezeigt werden.

Darüber hinaus bestätigen die Messergebnisse aus den ENF Versuchen mit Reinsubstrat, dass eine Ermittlung des G2C-Wertes für diesen Versuchstyp nicht möglich ist.

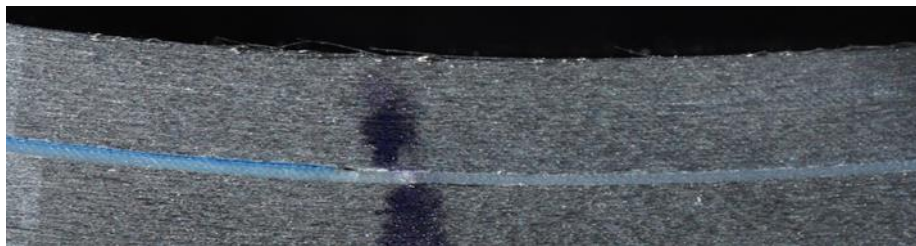


Abbildung 16: Belasteter Prüfkörper mit PEEK als Reinsubstrat



Abbildung 17: Belasteter Prüfkörper mit PVDF als Reinsubstrat

Das Material (PVDF und PEEK) ist so nachgiebig, sodass kein Rissfortschritt einsetzt und somit auch kein G2C-Wert ermittelt werden kann. Für die Prüfkörper mit Reinsubstrat ist somit auch unter Mode II Belastung ein anderer Versuchstyp nötig, um genaue Kennwerte für den G2C-Wert ermitteln zu können.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick auf nachfolgende Versuche

Für die Ergebnisse aus den DCB Versuchen lässt sich zusammenfassend also festhalten, dass die ST-Prüfserie unter Mode-I Belastung mit den Versuchsreihen aus der Vorstudie (reine Klebstoffprüfkörper) vergleichbar ist. Zudem ist ein Einfluss des Rissstoppelements deutlich im Kraft-Traversenweg-Diagramm erkennbar. Als Ausblick bleibt zu vermerken, dass vom Probenaufbau veränderte Versuche, bei denen der ST Streifen in seiner Länge verändert wird, vermutlich höhere G1C-Werte erzielen würde. Als Ausblick bliebe es also noch zu untersuchen, inwiefern die Größe des ST-Streifens einen Einfluss auf die Höhe des G1C-Wertes hat.

Des Weiteren sollte zukünftig darauf geachtet werden, dass die klebtechnisch angebrachten Alublöcke während des DCB Versuchs nicht abreißen. Eine Abwandlung des Versuchstyps für Proben mit Reinsubstrat ist nötig, um zukünftig die Bruchzähigkeit von Reinsubstratprüfkörpern (PVDF/PEEK) ermitteln zu können.

Darüber hinaus ist unter Mode-II Belastung ein sicherer Rissstopp erkennbar. Der normgerechte ENF Versuch eignet sich für diese Art von Probenaufbau zur genauen Ermittlung von G2C-Werten allerdings nicht.