

**Entwicklung eines Prüfsystems zur  
Charakterisierung von Faserverbundwerkstoffen  
bei kryogenen Temperaturen in einem  
geschlossenen Kryostaten mithilfe 3D-Digitaler  
Bildkorrelation**

**Dissertation**

zur Erlangung des akademischen Grades

Dr.-Ing.

eingereicht an der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät

der Universität Augsburg

von

**Holger Klein (geb. Häfele)**

Augsburg, März 2025



Erstgutachter: Prof. Dr. rer. nat. Markus Sause

Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. Anna Trauth

Tag der mündlichen Prüfung: 18.07.2025





# Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	V
Abkürzungsverzeichnis	IX
Abbildungsverzeichnis	XI
Tabellenverzeichnis	XV
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1 Einführung	1
1.2 Problemstellung und Motivation	3
1.3 Forschungsfrage und Zielstellung	5
1.4 Struktur der Arbeit	7
<b>2 Grundlagen und Prüfverfahren</b>	<b>9</b>
2.1 Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe	9
2.1.1 Eigenschaften von unidirektionalen faserverstärkten Kunststoffen	9
2.1.2 Eigenschaften der Kohlenstofffaser	11
2.1.3 Eigenschaften von Epoxidharz	12
2.1.4 Verarbeitung vor-imprägnierter textiler Halbzeuge	13
2.1.5 Indizierung in dieser Arbeit	13
2.2 Erzeugen kryogener Temperaturen	14
2.2.1 Konzepte zur Bereitstellung kryogener Umgebungsbedingungen	14
2.2.2 In dieser Arbeit verwendetes Kryostat-Konzept	18
2.3 Anforderungen der quasi-statischen Werkstoffprüfung	21
2.3.1 Zugversuch	21
2.3.2 Druckversuch	24
2.3.3 Scherversuch	28
2.3.3.1 Schub 2-3-Ebene	29
2.3.3.2 Schub 1-2-Ebene	30
2.4 Anforderungen der bruchmechanischen Werkstoffprüfung	31
2.4.1 Grundlagen der Zähigkeitsprüfung	31
2.4.2 Modus I Energiefreisetzungsrate	33

## INHALTSVERZEICHNIS

2.4.3	Modus II Energiefreisetzungsrate . . . . .	36
2.5	Anpassung der Prüfvorrichtungen an kryogene Bedingungen . . . . .	39
2.5.1	Werkstoffauswahl . . . . .	39
2.5.2	Zugprüfvorrichtung . . . . .	40
2.5.3	Druck- und Schubprüfvorrichtung . . . . .	41
2.5.4	Bruchmechanische Prüfvorrichtung . . . . .	43
2.6	Anwendung der 3D-Bildkorrelation . . . . .	45
2.6.1	Funktionsweise . . . . .	46
2.6.2	Herausforderungen . . . . .	47
<b>3</b>	<b>Material und Probenpräparation</b>	<b>52</b>
3.1	Laminatherstellung . . . . .	52
3.1.1	Eignung unter Standard-Raum- und kryogenen Bedingungen . . . . .	52
3.1.2	Validierung im Kryostat . . . . .	52
3.2	Vorbereitung der Proben . . . . .	53
3.2.1	Probenzuschnitt und Befestigung der Lasteinleitungselemente . . . . .	53
3.2.2	Zugproben . . . . .	54
3.2.3	Druckproben . . . . .	54
3.2.4	Schubproben . . . . .	55
3.2.5	Bruchmechanische Proben . . . . .	55
3.2.6	Auftrag des Patterns . . . . .	56
3.3	Positionierung Temperatursensoren . . . . .	56
<b>4</b>	<b>Werkstoffprüfung im Kryostaten, Vorgehen und Auswertungsmethoden</b>	<b>59</b>
4.1	Prüfaufbauten im Kryostat . . . . .	59
4.1.1	Prüfvorrichtung Zugprüfung . . . . .	59
4.1.2	Prüfvorrichtung Druck- und Schubprüfung . . . . .	61
4.1.3	Prüfvorrichtung Modus I Belastung . . . . .	63
4.1.4	Prüfvorrichtung Modus II Belastung . . . . .	64
4.2	Anwendung der 3D-Bildkorrelation . . . . .	65
4.2.1	Aufnahmeeinstellungen der Kameras für Messungen im Kryostat . . . . .	66
4.2.2	Kalibrierung des Systems . . . . .	68
4.2.3	Beleuchtung . . . . .	69
4.3	Dilatometrische Analyse und Vergleich mit 3D-Bildkorrelation . . . . .	70

<b>5 Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>72</b>
5.1 Validierung der 3D-Bildkorrelation für die Anwendung am Kryostat . . . . .	72
5.1.1 Haftung des Patterns bei kryogenen Temperaturen . . . . .	73
5.1.2 Einfluss optischer Medien . . . . .	75
5.1.3 Vergleich der Messergebnisse aus 3D-Bildkorrelation und Dilatometrie . . . . .	78
5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung . . . . .	80
5.2.1 Erläuterungen zu den dargestellten Abbildungen . . . . .	80
5.2.2 Zug . . . . .	82
5.2.3 Druck . . . . .	86
5.2.4 Schub 12 / 23 . . . . .	88
5.2.5 Modus I . . . . .	93
5.2.6 Modus II . . . . .	95
5.3 Mechanische Eigenschaften . . . . .	97
5.3.1 Quasi-statische Eigenschaften . . . . .	97
5.3.2 Bruchmechanische Eigenschaften . . . . .	106
5.4 Bewertung der Methoden . . . . .	113
5.4.1 Verminderung von Reibung Zug Druck . . . . .	114
5.4.2 3D-Bewegungen . . . . .	115
5.4.3 Einfluss des Balges auf die Last . . . . .	121
 <b>6 Zusammenfassung</b>	 <b>123</b>
 <b>7 Ausblick</b>	 <b>127</b>
 <b>Literaturverzeichnis</b>	 <b>131</b>
 <b>Anhang</b>	 <b>148</b>



# Abkürzungsverzeichnis

AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
CFK	Carbonfaser verstärkter Kunststoff
CP	Charakteristische Punkte
EDZ	Ebener Dehnungszustand
EN	Europäische Norm
FEA	Finite-Elemente-Analyse
FVK	Faserverstärkter Kunststoff
G-M Cryocooler	Gifford-McMahon Cryocooler
GFK	Glasfaserverstärkter Kunststoff
ISO	International Organization for Standardization
NL	Nicht Linear
Prepreg	Pre-impregnated
RT	Standard-Raumtemperatur
RVI	Region von Interesse
VIS	Visuell
WCu	Wolfram-Kupfer



# Abbildungsverzeichnis

2.1	Kategorien von Verbundwerkstoffen . . . . .	10
2.2	Aufgaben von Faser und Matrix . . . . .	11
2.3	Indizierung in dieser Arbeit . . . . .	14
2.4	Schematische Abbildung für ein offenes Bad-Kryostat . . . . .	15
2.5	Schematische Abbildung eines geschlossenen Kryostaten . . . . .	16
2.6	Schematische Abbildung eines geschlossenen Kryostat-Konzeptes . . . . .	17
2.7	Rechnergestützte schematische Abbildung des in dieser Arbeit verwendeten Kryostaten . . . . .	19
2.8	Rechnergestützte schematische Abbildung des Prüfraumes im Doppelwand- Zylinder . . . . .	20
2.9	Rechnergestützte schematische Abbildung des Prüfraumes im Doppelwand- Zylinder mit Strahlenschild . . . . .	20
2.10	Rechnergestützte schematische Abbildung der Zugproben . . . . .	23
2.11	Rechnergestützte schematische Abbildung einer Druckprobe . . . . .	26
2.12	Schematische Abbildung der Versagensarten von Druckproben . . . . .	27
2.13	Rechnergestützte schematische Abbildung einer Schubprobe der Prüfung in 2-3-Ebene . . . . .	29
2.14	Rechnergestützte schematische Abbildung einer Schubprobe der Prüfung in 1-2-Ebene . . . . .	30
2.15	Schematische Abbildung von verschiedenen Rissöffnungsmodi . . . . .	32
2.16	Rechnergestützte schematische Abbildung einer bruchmechanischen Probe unter Modus I Belastung . . . . .	35
2.17	Schematische Abbildung von Dehnungs- und Spannungszustand innerhalb einer Modus I Probe . . . . .	36
2.18	Rechnergestützte schematische Abbildung einer bruchmechanischen Probe unter Modus II Belastung . . . . .	38
2.19	Rechnergestützte schematische Abbildung einer in die Probenhalter einge- spannten Zugprobe . . . . .	41
2.20	Rechnergestützte schematische Abbildung einer in die Probenhalter einge- spannten Druckprobe . . . . .	42
2.21	Rechnergestützte schematische Abbildung von in die Probenhalter einge- spannten Schubproben . . . . .	42

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

2.22	Computergestützte schematische Abbildung einer Probe für die Rissöffnungsprüfung unter Modus I Belastung . . . . .	43
2.23	Computergestützte schematische Abbildung einer Probe für die Rissöffnungsprüfung unter Modus II Belastung . . . . .	45
3.1	Position der Temperatursensoren quasi-statischer Prüfvorrichtungen . . . . .	57
3.2	Position der Temperatursensoren Modus I Prüfvorrichtung . . . . .	58
3.3	Position der Temperatursensoren Modus II Prüfvorrichtung . . . . .	58
4.1	Rechnergestützte schematische Abbildung der Zugprüfvorrichtung im Kryostaten . . . . .	61
4.2	Rechnergestützte schematische Abbildung der Druckprüfvorrichtung im Kryostaten . . . . .	62
4.3	Rechnergestützte schematische Abbildung der Prüfvorrichtung für die Rissöffnungsprüfung unter Modus I Belastung im Kryostaten . . . . .	63
4.4	Rechnergestützte schematische Abbildung der Prüfvorrichtung für die Rissöffnungsprüfung unter Modus II Belastung im Kryostaten . . . . .	65
4.5	Schematische Abbildung des Aufbaus des horizontalen Stereo 3D-Bildkorrelations-Systems mit Lampe . . . . .	67
4.6	Schematische Abbildung des Aufbaus des horizontalen Stereo 3D-Bildkorrelations-Systems mit Laserlicht . . . . .	69
5.1	Ergebnisse des Gitterschnitttests nach ISO 2409 mit 2 mm Schnittabstand	73
5.2	Ergebnisse des Gitterschnitttests nach ISO 2409 mit 3 mm Schnittabstand	74
5.3	Ergebnisse des Einflusses der Sichtfenster auf die relative Position der Facetten . . . . .	76
5.4	Ergebnisse der Messung des Rauschens der 3D-Bildkorrelation . . . . .	77
5.5	Gegenüberstellung der Dehnungsmessung zur Temperatur von 3D-Bildkorrelation am Kryostaten . . . . .	79
5.6	Schematische Abbildung des Aufbaus eines Ergebnisses einer quasi-statischen Prüfung Teil 1 . . . . .	81
5.7	Schematische Abbildung des Aufbaus eines Ergebnisses einer bruchmechanischen Prüfung . . . . .	81
5.8	Schematische Abbildung des Aufbaus eines Ergebnisses einer quasi-statischen Prüfung Teil 2 . . . . .	82
5.9	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung der Probe Kryostat_Zug_1 . . . . .	84

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

5.10	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung der Probe Kryostat_Zug_2 . . . . .	85
5.11	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung der Probe Kryostat-Druck_3 . . . . .	86
5.12	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung Der Probe Kryostat_Druck_2 . . . . .	87
5.13	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung der Probe Kryostat_Schub12_1 . . . . .	89
5.14	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung der Probe Kryostat_Schub12_2 . . . . .	90
5.15	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung der Probe Kryostat_Schub23_1 . . . . .	91
5.16	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung der Probe Kryostat_Schub23_3 . . . . .	92
5.17	Ergebnisse der Modus I Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkel- messung der Probe Kryostat_DCB_1 und 3 . . . . .	94
5.18	Kurve von Energiefreisetzungsrates zu Risslänge des SGL-Materialsystems .	95
5.19	Ergebnisse der Modus I Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkel- messung der Probe Kryostat_ENF 1 und 3 . . . . .	96
5.20	Ergebnisse der Verschiebungsmessung der Probe RT-Zug_4 . . . . .	100
5.21	Eindruckstellen auf der Druckplatte . . . . .	102
5.22	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung der Probe RT_G12_1 . . . . .	104
5.23	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung der Probe RT_G23_2 . . . . .	105
5.24	Ergebnisse der Modus I Verschiebungs- und Scherwinkelmessung der Pro- ben RT_ModusI_1,4 und 5 . . . . .	106
5.25	erwendetes beheiztes Kamerasystem zur Aufnahme des Rissfortschrittes in flüssigem Stickstoff . . . . .	107
5.26	Kurven von Energiefreisetzungsrates zu Risslänge des geprüften IM7/Cycom® 5320-1-Materialsystems . . . . .	110
5.27	Exemplarische Darstellung des auf der Probe abgesetzten oberen Teils der Prüfvorrichtung . . . . .	111
5.28	Exemplarische Abbildung der Position von CPs während einer Modus II Belastungsprüfung . . . . .	112
5.29	Kurve der Verschiebung der CPs bezogen auf Bildindex . . . . .	113

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

5.30	Kraft-Weg-Kurven von Zug- und Druckprüfungen bei 77 K . . . . .	115
5.31	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung der Probe RT_Druck_1 . . . . .	117
5.32	Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung der Probe RT_Druck_5 . . . . .	118
5.33	m Kryostaten versagte Druckproben . . . . .	119
5.34	Kraft-Weg-Diagramm der Modus I Belastungsprüfungen im Kryostaten. . .	121
A.1	Leistungsdaten des verwendeten RDK-415D-Cryocooler bezogen auf die Wärmelast. Abbildung aus [1]. . . . .	149
A.2	Materialkennwerte und Prozessdaten von SGL SIGRAPREG C U230-0 NF-E320, einem vorimprägnierten textilen Halbzeuges, kräuselfrei mit unidirektionaler Ausrichtung der Fasern. Abbildung aus [2]. . . . .	150

# Tabellenverzeichnis

2.1	Maßtechnische Anforderungen an eine Zugprobe im Vergleich. . . . .	23
2.2	Maßtechnische Anforderungen an eine Zugprobe im Vergleich. . . . .	26
2.3	Maßtechnische Anforderungen an eine Schubprobe der Prüfung in 2-3- Ebene im Vergleich. . . . .	29
2.4	Maßtechnische Anforderungen an eine Schubprobe der Prüfung in 1-2-Ebene. . . . .	31
2.5	Maßtechnische Anforderungen an eine bruchmechanische Probe unter Mo- dus I Belastung . . . . .	35
2.6	Maßtechnische Anforderungen an eine bruchmechanische Probe unter Mo- dus II Belastung. . . . .	38
4.1	Analyseparameter der 3D-DIC Auswertung. . . . .	67
4.2	Parameter des 3D-Bildkorrelations-Systems. . . . .	68
4.3	Parameter der Kalibrierung des 3D-Bildkorrelations-Systems. . . . .	68
5.1	Einkategorisierung der Ergebnisse des Gitterschnitttests in Anlehnung an die Beschreibungen in ISO 2409 [3]. . . . .	75
5.2	Evaluierte quasi-statische charakteristischen Kennwerte des verwendeten SGL-Materials bei verschiedenen Temperaturen; Literaturewerten bei Standard- Raumbedingungen gegenübergestellt [2]. . . . .	99
5.3	Evaluierte quasi-statische charakteristischen Kennwerte des IM7/Cycom® 5320-1 bei verschiedenen Temperaturen. . . . .	101
5.4	Evaluierte bruchmechanische charakteristischen Kennwerte beider verwen- deten Materialsysteme bei verschiedenen Temperaturen. . . . .	109



# 1 Einleitung

Zu Beginn wird die vorliegende Arbeit in den thematischen Hintergrund eingeleitet. Es wird eine Darstellung des aktuellen Forschungsstandes gegeben, um nachfolgend die kontextuelle Relevanz des Forschungsgebietes für künftige Technologien und Anwendungen aufzuzeigen. Hierbei stehen Themen der Nachhaltigkeit und Sicherheit im Sektor des Güter- und Personentransports zu Wasser, Land, Luft- und Raumfahrt in besonderem Augenmerk. Zudem werden daraus sowohl die Notwendigkeiten als auch die Herausforderungen einer mechanischen Kennwertermittlung von Werkstoffen bei kryogenen Temperaturen beschrieben. Anschließend werden die Forschungsinhalte als wissenschaftliche Frage- und Zielstellung sowie die Struktur der weiteren Kapitel vorgestellt.

## 1.1 Einführung

Der globale Klimawandel stellt die Menschheit und das globale Ökosystem vor immense Herausforderungen. Während einige Regionen, wie Ost-Asien und Nordeuropa, durch neue landwirtschaftliche Möglichkeiten profitieren können, überwiegen weltweit die zerstörerischen und lebensbedrohlichen Auswirkungen [4]. Dies stellt die Menschheit vor fundamentale Herausforderungen. Sie muss Anpassungsstrategien und Maßnahmen zur Eindämmung der Erderwärmung finden. Als Zeichen eines weitreichenden und wenig vergleichbaren sowohl kurativen als auch präventiven gesellschaftlichen Engagements verzeichnete das Pariser Abkommen in 2015 eine hohe globale Zustimmung zur Eindämmung des Klimawandels. Bereits bis Anfang 2018 verpflichteten sich 176 Staaten dabei auf Anstrengungen, um im speziellen Treibhausgasemissionen zu reduzieren [5]. Bis 2050 soll so ein globales *Netto-Null* an Treibhausgasemissionen erreicht werden. Das Konzept *Netto-Null* soll durch Abscheidung, Bindung und Speicherung von Treibhausgasen eine Balance zwischen Emissionen und Neutralisierung schaffen. Dabei rückt der Transportsektor, welcher etwa 23 % der globalen Treibhausgasemissionen verursacht, in den Fokus [6]. Dieser Sektor erstreckt sich sowohl über Wege zu Wasser, Land, Luft als auch auf den Wegen in den Weltraum. Der Einsatz fossiler Energieträger in Antriebsaggregaten macht hierbei weltweit 85 % aller Technologien zur Fortbewegung aus [7]. Die dabei entstehenden Emissionen können jedoch zurzeit nicht simultan durch bindende Mechanismen von ökonomischen als auch künstlichen Systemen ausgeglichen werden [8].

## 1 Einleitung

Um klimafreundlichere Alternativen zu fördern, setzen Forschung und Industrie auf alternative Energiesysteme wie Erdgas. Erdgas als fossiler Kraftstoff besitzt einen höheren Anteil des für eine Verbrennung nutzbaren Wasserstoffes, als korrespondierende Energieträger wie Benzin basierend auf Erdöl, wodurch sich Erdgas zunehmend etabliert [9, 10]. Jedoch steht der Nutzung von Erdgas und anderen gasförmigen Verbindungen ein geringes Energie zu Volumen Verhältnis gegenüber, auch im komprimierten Zustand [11, 12, 13, 14].

An dieser Stelle bilden anstatt gasförmige Verbindungen verflüssigte Gase durch ihre höhere volumetrische und gravimetrische Energiedichte eine vielversprechende Lösung. Beispiele sind die Gemische aus Propan und Buten welche bei Standard-Raumtemperatur (kurz: RT) von 293,15 K unter 5 bar bis 15 bar Überdruck flüssig sind [15]. Weitere flüssige Gase werden durch Kühlen der Gase erzeugt und sind beispielsweise flüssiges Ammoniak (bei 240 K), verflüssigtes Erdgas (bei 112 K), verflüssigter Sauerstoff (bei 90 K) sowie flüssiger Wasserstoff (bei 20 K) [16, 17, 18, 19]. Diese Verbindungen, insbesondere verflüssigter Wasserstoff, werden als Schlüsseltechnologie gesehen. Sie ermöglichen nicht nur eine effiziente Energieverwertung, sondern auch eine Integration in regenerative Kreisläufe. Diese Kreisläufe bestehen aus verschiedenen Stufen, unter anderem aus der chemischen energetischen Verwertung, der Nutzung der Änderung der Enthalpie des verflüssigten und komprimiert gespeicherten Vorprodukts sowie die Rückführung der Emissionen zu geeigneten Vorstufen. Die Speicherung und Handhabung dieser Gase stellen jedoch technologische Herausforderungen dar, speziell hinsichtlich Behältern, die zugleich extrem niedrige Temperaturen und hohen Drücken standhalten müssen [20]. Moderne Tanks aus faserverstärkten Verbundwerkstoffen (Typ-3 bis Typ-5) bieten eine Lösung und sind Stand der Technik. Sie kombinieren herausragende mechanische Eigenschaften mit hoher Energieeffizienz und Leichtbau [21]. Dennoch fehlen etablierte Standards und zuverlässige Methoden zur Charakterisierung dieser Werkstoffe unter kryogenen Bedingungen.

Die Entwicklung solcher Standards und Methoden ist essenziell, um die Sicherheit und Effizienz von Energiesystemen mit verflüssigten Gasen zu gewährleisten und die Bilanz von zu *Netto-Null* zu erreichen.

## 1.2 Problemstellung und Motivation

Die bestehenden Standards zur Ermittlung von Werkstoffkennwerten konzentrieren sich hauptsächlich auf Temperaturbereiche, die in natürlichen Umgebungen und bei Hochtemperaturanwendungen auftreten. Der Bedarf an allgemeingültigen Standards, die Werkstoffe unter tiefen und kryogenen Temperaturen zu bewerten, zeigt sich als unzureichend gedeckt. Auch diese Arbeit erhebt nicht den Anspruch, allgemeingültige Forderungen oder Entwicklungen zu formulieren. Stattdessen versteht sie sich als Ideengeber und beschreibt die Umsetzung ausgewählter Ansätze zur mechanischen Charakterisierung von Werkstoffen unter kryogenen Bedingungen.

Die grundlegenden Herausforderungen bei der Durchführung kryogener mechanischer Werkstoffprüfungen resultieren aus den spezifischen Anforderungen, welche durch die etablierten Standards gestellt werden. Diese Standards basieren auf einem umfangreichen wissenschaftlichen Fundament und geben Vorschriften zur Probenpräparation sowie zur Konstruktion der Prüfvorrichtungen. Viele dieser Standards sind innerhalb einer Norm beschrieben, welche wiederum als dokumentiertes Regelwerk angewendet wird. Allerdings bieten diese Normen nur begrenzten Spielraum für Modifikationen, die eine zuverlässige Durchführung zerstörender Prüfungen unter tiefkalten und kryogenen Bedingungen ermöglichen. Ein wesentliches Problem stellt die Kondensation der Bestandteile der Umgebungsluft bei tieferen Temperaturen dar. Dies führt dazu, dass Prüf- und Messgeräte zunehmend durch kondensierte oder gar verfestigte Stoffe beeinträchtigt werden. Insbesondere bewegliche Teile können durch Eisbildung in ihrer Funktion eingeschränkt werden. Darüber hinaus verlieren pneumatische und hydraulische Aktuatoren bei tiefergehenden Temperaturen zunehmend ihre Funktionsfähigkeit, da die Viskosität der Betriebsmedien steigt oder diese in den festen Aggregatzustand übergehen. Ähnliche Einschränkungen treten auch bei Systemen auf, die zur Dehnungs- oder Temperaturmessung verwendet werden. Messgeräte sind auf Sensoren angewiesen, deren grundlegende mechanische oder elektrische Eigenschaft sich bei niedrigen Temperaturen nicht oder vorhersehbar verändern. Eine Abweichung kann zu Fehlfunktionen oder Messfehlern führen, wodurch eine verlässliche Messung entweder spezifische Anpassungen oder alternative Technologien erfordern.

Ein weiterer zentraler Aspekt im Umgang mit verflüssigten Gasen, behandelt die potenziellen Risiken für Leib und Leben. Diese Gase schaffen beim Übergang vom flüssigen in den gasförmigen Zustand infolge der Volumenausdehnung eine explosive Umgebung. Besonders prekär ist der Umgang mit entzündlichen Stoffen wie Wasserstoff und Sauerstoff.

## 1 Einleitung

Insbesondere in Kombination mit Messeinrichtungen, welche eine elektrische Versorgung benötigen und Ursprung einer Funkenbildung sein können.

Vielmehr als die Herausforderungen zur Methodik der Durchführung der mechanischen Werkstoffprüfung bei tiefkalten und kryogenen Bedingungen, tritt die strukturelle Lücke des optischen Zugangs zur Probe in den Vordergrund. Während der Umgang mit flüssigem Stickstoff, welcher Prüfungen bei 77 K durch Eintauchen der Prüfvorrichtung zulässt, verbreitet ist und eine sichere Handhabung in einem isolierten Gefäß ermöglicht, sind zum aktuellen Stand der Technik nur wenige Entwicklungen zur Implementierung fortschrittlicher optischer Messtechnik bekannt. Sápi und Butler [22] weisen in ihrem Review aus dem Jahr 2020, in welchem zusammengefasst über 70 Berichte zur mechanischen Prüfung von Faserverbundwerkstoffen bei 77 K berichtet wird, explizit auf diese strukturelle Lücke hin. Das flüssige, kryogene Medium schließt die Möglichkeit der visuellen Beobachtung aus, und selbst wenn eine Umgebungskammer verwendet wird, kann das Vorhandensein von Gas die Ergebnisse der digitalen Bildkorrelation beeinträchtigen. Dies bedeutet jedoch nicht, dass diese Technik gänzlich als Mittel der Beobachtung ausgeschlossen wird, sondern lediglich in Kombination mit (flüssigen) Gasen in einer Kammer eine valide Messung herausfordernd ist. Eine Möglichkeit der kryogenen Kühlung einer Probe und der Implementierung eines optischen Zuganges ohne die Verwendung von flüssigem oder gasförmigen Gas wird von Zhang et al. [23] beschrieben. Er führte in einem geschlossenen Behälter mit kryogener Kühlung mechanische Prüfungen unter Zugbelastung an einer Titanlegierung bei 20 K durch. Hierbei verwendeten sie eine Kamera um zweidimensionale Verschiebungen, entsprechend auch Dehnungen, an der Probe beobachten zu können. Jedoch wurden die Proben bis 5 kN geprüft und nicht zerstört, wodurch keine Festigkeit ermittelt wurde. Zhang et al. verwendeten zusätzlich zum Kamerasystem ein gängiges kontaktbasiertes Messsystem, ein Extensometer, zur Dehnungsmessung. Die Ergebnisse der Dehnungsmessungen beider Systeme weichen in den Versuchen allerdings um bis zu 20 % voneinander ab. Verschiedene Einflüsse auf das Extensometer als auch auf das Kamerasystem, welche in den folgenden Kapiteln detaillierter betrachtet werden, beeinflussen die Verlässlichkeit der Ergebnisse. Zudem ist dieses Konzept, welches den Stand der Technik repräsentiert, limitiert auf zweidimensionale Verschiebungen. Die vorliegende Arbeit erweitert diesen Stand durch die Beobachtung von dreidimensionalen Verschiebungen durch den Einsatz von zwei Kameras in einem ähnlichen System zur kryogenen Kühlung einer Probe. Darüber hinaus werden weitere Prüfmethoden zur quasi-statischen und bruchmechanischen Prüfung beschrieben, welche eine zerstörerische kryogene Werkstoffprüfung zulassen.

## 1.3 Forschungsfrage und Zielstellung

Im Mittelpunkt der Arbeiten steht ein vorerst einfacher Zylinder. Dieser erlaubt eine mechanische Werkstoffprüfung in seinem Inneren und bildet ein von Gas evakuierbares System, in dessen innerem ein zweistufiger Gifford-McMahon Cryocooler (kurz: G-M Cryocooler, folgend als *Cryocooler* bezeichnet) integriert ist. Dieser stellt eine auf kryogene Temperaturen kühle Oberfläche bereit, wodurch eine aktive Kühlung innerhalb des Zylinders erfolgt. Aufgrund der aktiven Kühlung kann und wird dieses System fortlaufend, nach den Erläuterungen im Buch von Weisend [24], als Kryostat bezeichnet. Das in der vorliegenden Arbeit verwendete Kryostat erlaubt sowohl elektrischen als auch optischen Zugang zu Probe, wodurch diverse Messmethoden, im Speziellen aber Kameras implementiert werden können. Durch die Integration zweier Kameras lässt sich hierbei eine drei-dimensionale digitale Bildkorrelation (engl. Three-dimensional digital image correlation, folgend als *3D-Bildkorrelation* bezeichnet) verwirklichen. Die übergeordneten wissenschaftlichen Fragen dieser Arbeit ergeben sich konsequenterweise aus der Ideenfindung, Ideengebung und deren Umsetzung bis hin zu einem funktionierendem Prüfkonzept sowie dessen Optimierung. Die wissenschaftlichen Fragestellungen dieser Arbeit unterteilen sich in drei Rubriken: Methodik, Konstruktion und Applikation. Ziel ist die Adaption mechanischer Prüfmethoden und -vorrichtungen sowie die Durchführung von Werkstoffprüfungen unter kryogenen Bedingungen.

### **Methodisch:**

Dieser Teil konzentriert sich auf die Durchführung standardisierter mechanischer Kennwertermittlung zur Charakterisierung von Werkstoffen unter tiefen und kryogenen Temperaturen. Bei diesen Bedingungen verändern sich die Eigenschaften von Werkstoffen, etwa durch Versprödung oder thermisch induzierter Spannungen, sodass Anpassungen an der Probenpräparation notwendig werden. Auch die Datenerfassung und allgemeine Prüfmethoden müssen an die besonderen Herausforderungen der niedrigen Temperaturen angepasst werden, da diese die üblichen Verfahren einschränken. Wie also ist es möglich, angelehnt an gängige Normen, eine Probe für die kryogenen Bedingungen zu präparieren, sodass sie eine ausreichende mechanische Stabilität bis zum Bruch vorweist? Welche Werkstoffe begegnen den Forderungen nach mechanischer Festigkeit, Härte, Wärmeleitfähigkeit und Schadenstoleranz und sind geeignet für kryogene Bedingungen? An welchen Punkten muss im Vergleich zu gängigen Standards eine andere Prüfmethodik, ein anderes Einspann- und Klemmprinzip umgesetzt werden?

## 1 Einleitung

### **Konstruktiv:**

Hier geht es um die Anpassung der Prüfvorrichtungen. Gängige Prüfvorrichtungen sind unter den systematischen Rahmenbedingungen zur Erzeugung kryogener Temperaturen nicht ausgelegt. Besonders neigen hydraulische und pneumatische Aktuatoren zum Ausfall bei diesen extremen Bedingungen. Änderungen der Umgebungsbedingungen, wie Vakuum oder Flüssigumgebung, erfordern zudem eine Anpassung der Zugänglichkeit. Die Konstruktionen gehen somit simultan mit der Methodik einher, sowie mit den folgenden applikativen Fragestellungen, welche Messtechniken verwendet werden. Die übergeordneten ingenieurwissenschaftliche Fragestellung daraus ist, ob sich Konstruktionen an Prüfvorrichtungen sowie weiteren Bauteilen ergeben, welche in den verschiedenen Möglichkeiten zur Erzeugung kryogener Bedingungen angewendet werden können, aber im Speziellen in dem beschriebenen Kryostat?

### **Applikativ:**

In diesem Bereich steht die Messung mithilfe der 3D-Bildkorrelation im Vordergrund, welche bei der Prüfung selbst eine zentrale Rolle spielt. Aufgrund des optischen Zuganges zur Probe durch Sichtfenster am Kryostaten, wurde diese Methode als primäre Messmethode festgelegt. Die Implementierung stellt einen wesentlichen wissenschaftlichen Fortschritt dar, um tiefgreifende Analysen zum Versagen zu modellieren. Die Anwendung dieser Technik erlaubt nicht nur die Validierung der neu designten Prüfvorrichtung aus den methodischen und konstruktiven Fragestellungen heraus zu, sondern auch eine tiefgreifendere Werkstoffprüfung. Dabei ist speziell die 3D-Bildkorrelation in der Lage, vollflächige Verschiebungen in Form von Dehnungen und Verzerrungen bis hin zu Positionierungen im Raum darzustellen. Dies grenzt die 3D-Bildkorrelation von gängigen punkt- und linienförmigen Messmethoden zur Bestimmung eines Verschiebungswertes ab. Wie aber kann diese Methode im Einklang mit der nötigen thermischen Kopplung der Probe zum Kühlaggregat und der notwendigen mechanischen Vorrichtungen derart implementiert werden, sodass weiterhin eine ausreichende optische Zugänglichkeit vorhanden bleibt? Ergeben sich derart detaillierte Messwerte, um den adressierten Spannungszustand in der Probe durch die adaptierten Prüfvorrichtungen nachzuweisen und somit eine valide Aussage zur Eignung dieser Prüfvorrichtungen zu geben?

Die Kombination dieser drei genannten Rubriken resultiert entsprechend in der praktischen Umsetzung eines umfassenden validen Prüfkonzeptes, was zugleich dem Ziel dieser Arbeit entspricht. Hierfür werden Prüfvorrichtungen designt und an kryogene Bedingungen

adaptiert. Folgend wird deren Eignung an eine valide Kennwertermittlung mittels der 3D-Bildkorrelation durch die Erfüllung von spezifischen Anforderungen bewertet. Die Anforderungen ergeben sich dabei angelehnt an jeweils gängigen Normen der Festigkeitsprüfung im Zug-, Druck- und Scherversuch, als auch angelehnt an jene der bruchmechanischen Prüfung im Modus I und Modus II Belastungszustand. Zur Beantwortung der wissenschaftlichen Fragen werden anschließend Werkstoffprüfungen angelehnt an gängige Normen mit der Ermittlung aller notwendigen Messsignale und -größen zur validen Kennwertermittlung durchgeführt. Unter Anwendung der 3D-Bildkorrelation wird die Beobachtung des wirkenden Belastungszustandes dargestellt und auf seine Validität im Vergleich mit dem adressierten Belastungszustand bewertet. Die Eignung der adaptierten Prüfvorrichtung wird so auf den adressierten Belastungszustand hin untersucht und die Verlässlichkeit einer Messung geprüft. Sowohl bei Raumtemperatur als auch bei kryogenen Temperaturen. Die Untersuchung konzentriert sich auf kohlefaserverstärkte Kunststoffe (gängig Carbonfaser verstärkter Kunststoff ; kurz: CFK) wie sie auch in modernen Druckbehältern wie Typ-3- bis Typ-5-Tanks Verwendung finden. Geprüft werden unidirektionale, in 0° orientierte CFK-Materialien, die auf vorimprägnierten Halbzeugen basieren.

Ziel ist es, die Zuverlässigkeit der angepassten Prüfvorrichtungen nachzuweisen, indem die mechanischen Kennwerte für verschiedene Temperaturbereiche valide bestimmt und folglich die seltenen Möglichkeiten der Werkstoffprüfung unter kryogenen Bedingungen erweitert werden.

## 1.4 Struktur der Arbeit

Mit einer Einführung in faserverstärkte Kunststoffe (kurz: FVK) wird die Motivation zur Verwendung dieser Werkstoffgruppe im kryogenen Temperaturbereich. Anschließend erfolgt eine Darstellung der geforderten Rahmenbedingungen, um mechanische Kennwerte zur Charakterisierung von Werkstoffen zu ermitteln. Darauf folgt eine systematische Beschreibung des verwendeten Konzeptes zur Erzeugung kryogener Temperaturen, zur Aufbringung der Last in die Probe und eine Beschreibung zum Erfassen der benötigten Messsignale. Die Betrachtung erfolgt hierbei schrittweise, indem zuerst die Forderungen gängiger Normen an die Probengeometrie und an die Messwerte dargestellt wird. Anschließend werden die verwendeten Aufbauten aus der Anwendersicht von innen nach außen, von der Probe bis zur Positionierung der Probe innerhalb des Kryostaten, betrachtet. Darin erfolgt auch die Beschreibung der Methodiken zur Probenpräparation, des Aufbaus der 3D-Bildkorrelation und die Durchführung der Werkstoffprüfung. Zuletzt werden die

## *1 Einleitung*

Ergebnisse der Messungen der 3D-Bildkorrelation und deren Verlässlichkeit aufgezeigt sowie diskutiert. Ein abschließender Ausblick gibt zudem Anreize für eine weitere Vertiefung der wissenschaftlichen Arbeit geben.

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

In dieser Arbeit sind Prüfvorrichtungen design, hergestellt und speziell für Versuche unter kryogenen Bedingungen validiert worden. Die Prüfvorrichtungen sind angelehnt an die jeweils gängigen Normen konstruiert, jedoch für ihren Einsatz für die Werkstoffprüfung unter kryogenen Bedingungen angepasst. Darüber hinaus ergab sich die Notwendigkeit einer Anpassung der Probengeometrie und -präparation. Sowohl die Prüfvorrichtungen als auch die Prüfmethode wurden implizit für die Prüfung von unidirektionalem CFK in longitudinaler, also faserparalleler, Richtung unter kryogenen Bedingungen entwickelt. In diesem Kapitel werden daher die allgemeinen Grundlagen von faserverstärkten Kunststoffen und anschließend von CFK auf Basis eines Epoxidharzes beschrieben. Infolge einer Vielzahl an Möglichkeiten um kryogene Bedingungen zu schaffen, werden anschließend ausgewählte Methoden sowie das verwendete Kryostat beschrieben. Dabei wird ein Hauptaugenmerk auf die sich jeweils ergebenden Rahmenbedingungen und Herausforderungen gelegt, welchem das Kryostat-Konzept begegnet. Anschließend werden die Anforderungen der Norm an die Probengeometrie und Messtechnik dar- und den in dieser Arbeit verwendeten gegenübergestellt.

### 2.1 Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe

In diesem Kapitel wird die Werkstoffgruppe der FVKs einkategorisiert, sowie deren Eigenschaften dargestellt. Anschließend wird detaillierter auf CFKs basierend auf einer Matrix aus Epoxidharz eingegangen. Im Speziellen die Kombinationen aus Epoxidharz und Kohlenstofffaser besitzen herausragende Eigenschaften im Rahmen der Speicherung von flüssigen Gasen. Darauf folgend werden sowohl die jeweiligen etablierten Methoden und jene in dieser Arbeit korrespondierende Methoden zur Ermittlung von mechanischen Kennwerten zur Charakterisierung eines unidirektionalen FVKs dargestellt.

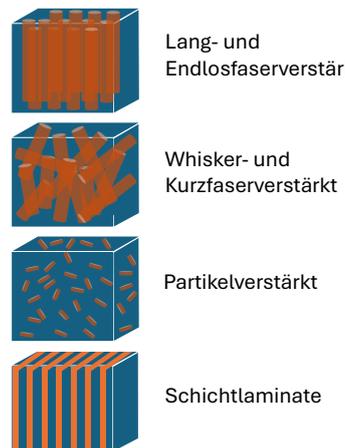
#### 2.1.1 Eigenschaften von unidirektionalen faserverstärkten Kunststoffen

FVKs besitzen herausragende mechanische Eigenschaften zur Anwendung bei tiefen bis kryogenen Temperaturen [25]. Das hohe Leichtbaupotential in Verbindung mit einem hohen Festigkeit-Gewicht- und Festigkeit-Wärmeleitfähigkeit-Verhältnis sind nur wenige Punkte, die ihren Schwerpunkt in aktuellen Forschungsthemen begründen [26, 27]. Auch

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

führen die signifikanten Kosteneinsparungen durch Leichtbau und Wärmeisoliationsvermögen, sowie ihrer überlegenen statischen Belastbarkeit und Ermüdungsbeständigkeit dazu, dass faserverstärkte Kunststoffe eine gängige Materialwahl im kryogenen Temperaturbereich sind [28, 29]. Infolge ersetzen FVKs zunehmend die etablierten metallischen Werkstoffe als wesentliche lasttragende Konstruktionswerkstoffe für Druckbehälter im Tieftemperaturbereich als auch im kryogenen Temperaturbereich [30].

Generell sind Verbundwerkstoffe in die folgenden vier Kategorien (siehe Abbildung 2.1) unterteilt [31]. Dabei bestehen Verbundwerkstoffe aus mindestens zwei chemisch und physikalisch unterschiedlichen Phasen, die so verteilt sind, dass Eigenschaften erzielt werden, die mit einer der Phasen allein nicht erreichbar wären. Im Allgemeinen gibt es zwei Phasen: eine faserige oder partikuläre Phase, die in geeigneter Weise in einer Matrix verteilt ist [31]. Je nach geometrischer Ausprägung, Verteilung, Orientierung und Anteil der jeweiligen Komponenten lassen sich so gezielt Eigenschaften des Verbundwerkstoffes verändern.

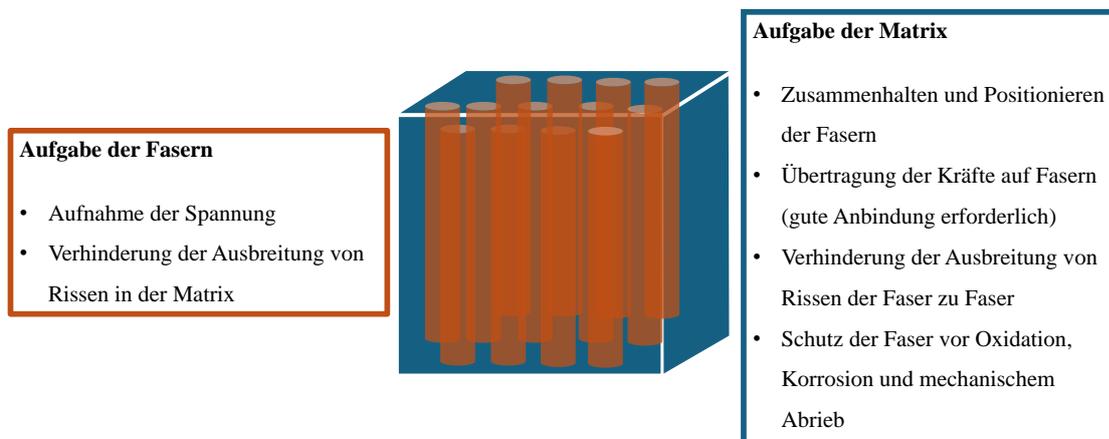


**Abbildung 2.1:** Kategorien von Verbundwerkstoffen; Von oben nach unten: partikelverstärkt, whisker- und kurzfaserverstärkt, lang- und endlosfaserverstärkt, Schichtlamine. In Anlehnung an [31].

FVKs beabsichtigen in struktureller Hinsicht eine gezielte Anpassung der Werte in mechanischer Festigkeit und Steifigkeit, als auch eine Verbesserung des Verhaltens zur erweiterten Risszähigkeit beispielsweise infolge eines pseudo-plastischen Bruchverhaltens [31]. Die mechanische Kernrolle der Matrix entspricht hierbei der Übertragung von Spannungen auf die Faser, sofern die Steifigkeit und Festigkeit der Faser um mindestens eine Magnitude größer als die der Matrix ist [32]. Höchste mechanische Kennwerte lassen sich im Bereich der Faserverbundwerkstoffe durch im Bauteil endlos vorliegende Faserverstärkung erzielen, sofern die maximale Dehnung der Bruchdehnung der Faser und nicht der Matrix

## 2.1 Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe

entspricht [33]. Können dem Faseranteil infolge der höheren Steifigkeit, Bruchdehnung sowie einer höheren Streckgrenze mehr Kräfte durch die Matrix übertragen werden, als die Matrix selbst aufnehmen kann, so werden im Allgemeinen alle physikalischen Bedingungen für eine Verstärkung erfüllt. Dabei wird eine fehlerfreie Matrix und eine Grenzfläche, welche die Kraft übertragen kann, ohne dabei selbst zu versagen, angenommen [34]. Der bruchauslösende Fehler sollte in diesem Fall in den einzelnen Fasern selbst vorliegen, wobei die Fasern in einem derart ausreichenden Anteil der Matrix beigesetzt sind, sodass sie selbst nicht als größter Fehler im Gefüge agieren [31, 35]. Die Aufgaben der Faser und der Matrix im Verbundwerkstoff lassen sich wie folgt in Abbildung 2.2 zusammenfassen.



**Abbildung 2.2:** Aufgaben von Faser und Matrix im faserverstärkten Verbundwerkstoff.

### 2.1.2 Eigenschaften der Kohlenstofffaser

Eine der gängigsten Kombinationen von FVKs ist durch die Verwendung von Kohlenstofffasern und Epoxidharz gegeben. Kohlenstofffasern zählen zu den organischen Verstärkungsfasern und verfügen im Vergleich zu weiteren gängigen Hochleistungsfasern (Dyneema®, Aramidfaser, Glasfaser, ...) über eine herausragende Steifigkeit und Festigkeit [36]. Die mechanischen Eigenschaften liegen den Graphitschichten zugrunde, welche in erster Linie auf ihre einzigartige atomare Struktur und die Art der Bindung innerhalb dieser Struktur zurückzuführen sind. Diese Struktur besteht aus Schichten von Blättern aus Graphen, bei denen jedes Kohlenstoffatom mit drei anderen Kohlenstoffatomen in derselben Ebene miteinander ein regelmäßiges hexagonales Muster bilden [37]. Der hohe Anteil an kovalenten Bindungen der Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindung tragen erheblich zur Gesamtfestigkeit des Materials bei [38].

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

Hingegen ist das Werkstoffverhalten, bedingt durch die schwächeren zwischenatomaren Bindungen der geschichteten Ebenen quer zur allgemeinen Orientierung des hexagonalen Gitters, anisotrop. Die Schichten werden durch starke kovalente Bindungen innerhalb der Ebene und schwächere Van-der-Waals-Kräfte zwischen den Ebenen zusammengehalten [39]. Die Schichten/Blätter des Graphits verlaufen vorwiegend parallel und können aufgrund der schwachen Kräfte zwischen den Ebenen entlang einer Richtung gegeneinander abgleiten. Hingegen können durch eine gezielte Veränderung dieser Struktur Zug- und Druckfestigkeit, Scherfestigkeit und die Steifigkeit der Faser eingestellt werden [40]. Hierbei ist die laminare bis turbostratische Struktur der Schichten entscheidend, welche die Ausrichtung der Bindungen als auch das Abgleiten der Schichten zueinander beeinflusst.

Eine weitere Besonderheit der Struktur einer Kohlenstofffaser ist ihr negativer thermischer Ausdehnungskoeffizient. Während Longitudinalschwingungen der Atome im kovalenten Bindungspotential eine relative kleine positive Ausdehnung bewirken, haben Schwingungen der Molekülketten der zwischenmolekularen Bindungen eine relativ große positive Ausdehnung. Letztere bieten durch ausreichenden Abstand der Basalebenen zueinander Platz für Transversalschwingungen [41]. Sie bewirken eine negative Ausdehnung in der Vorzugsrichtung der Molekül- oder Schichtbindungen und überragen den positiven Einfluss der Longitudinalschwingungen [42].

### 2.1.3 Eigenschaften von Epoxidharz

Monomere und andere niedermolekulare Bausteine (beispielsweise Bisphenol-A oder Novolake) mit einer funktionellen Gruppe wie einer Hydroxy-Gruppe, können mit einer weiteren funktionellen Epoxy-Gruppe (beispielsweise Epichlorhydrin) zu einem langkettigen Polymer reagieren. Sie bilden die erste Komponente, das Harz, der zukünftigen duroplastischen / thermoset Matrix [35]. In Reaktion mit einer zweiten Härter-Komponente vernetzen sich die langkettigen Polymere, deren Länge und Vernetzungsgrad maßgeblich die mechanischen Eigenschaften des ausgehärteten Kunststoffes beeinflussen [43]. Innerhalb der Gruppe der Epoxidharze werden verschiedene Härter verwendet, im speziellen mehrwertige Amine und Anhydride. Diese Härten über eine Polyaddition zusammen mit dem Harz aus, wodurch sich der Vorteil eines geringen Volumenschwundes ergibt. Im Vergleich zu einer Polykondensation erhält man so eine hohe Maßhaltigkeit des erzeugten Endproduktes [44].

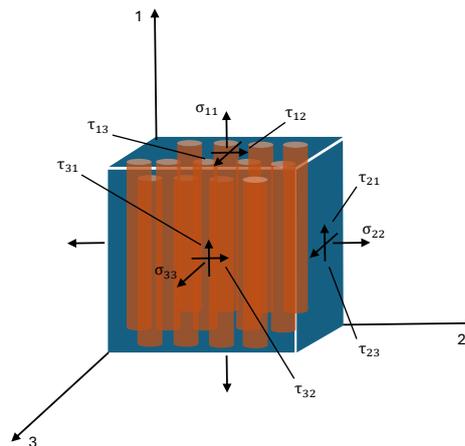
Bereits in den 1960er Jahren zeigten Epoxidharze, nach den Versuchen von Wigley [27], in statischen Festigkeitsversuchen vielversprechende Eigenschaften als Matrix-Material für FVKs bei kryogenen Temperaturen. Bei den Tests zur Ermüdungslebensdauer bewahrten Epoxidharze ihre herausragenden mechanischen Eigenschaften im Vergleich zu anderen Kunststoffen. Wenige Jahre Später zeigte Wigley [45] zudem in Versuchen zur statischen Ermüdung eines kohlefaserverstärkten Epoxidharzes, dass bei 77 K eine Belastung nahe der durchschnittlichen Zugfestigkeit des Verbundwerkstoffs über lange Zeiträume bis 27 Stunden ohne Versagen aufrechterhalten werden kann. Diese Eigenschaften übertreffen sogar jene bei Raumtemperatur, worin innerhalb von 1 Minute - 10 Minuten ein Versagen unter einer Belastung eintritt, die 80 % der durchschnittlichen Zugfestigkeit entsprach [45].

### 2.1.4 Verarbeitung vor-imprägnierter textiler Halbzeuge

Die Verarbeitung von faserverstärkten Epoxidharzen ist zeitlich ab dem Zeitpunkt des Mischens von Harz und Härter beschränkt, jedoch kann die exotherme Vernetzungsreaktion durch Inhibitoren und Temperatur gesteuert und somit das Gemisch haltbar gemacht werden [46]. Hierdurch hat sich ein Prozess zur Herstellung eines vor-imprägnierten textilen Faserhalbzeuges etabliert. Zumeist werden dabei Fasern parallel in eine Richtung gespannt, sind idealerweise gerade und verlaufen ohne Unterbrechung. Von einem Spulengatter werden die Fasern der Imprägnierung zugeführt und zwischen mit bereits aufbereitetem Harz kaschierten Trägerpapieren gebracht. Die Fasern werden anschließend in die aufbereitete Harzschicht über Kalandervalzen eingedrückt [47]. Das so entstehende vor-imprägnierte textile Faserhalbzeug kann bei niedrigen Temperaturen gelagert und bei Bedarf zugeschnitten sowie zum Lagenaufbau durch Ablegen und Andrücken einzelner Lagen auf ein formgebendes Werkzeug verwendet werden. Die vollständige Aushärtung erfolgt durch die Beaufschlagung von Druck und erhöhten Temperaturen, während sich das in Form gebrachte textile Halbzeug selbst in einer Vakuum-Umgebung befindet [48].

### 2.1.5 Indizierung in dieser Arbeit

Die Indizierung von Spannungen und Verzerrungen, folglich Dehnungen, erfolgt in dieser Arbeit wie im allgemeinen dreidimensionalen Fall mit einer doppelten Indizierung [34]. Dabei gibt der erste Index die Richtung der Flächennormalen und damit die Lage der Schnittfläche an, der zweite die Richtung der Spannung [49]. Das Koordinatensystem wird üblicherweise mit der 1-Achse in Faserrichtung orientiert und die 2- und 3-Richtung entsprechend senkrecht zur Faser [50]. Die Indizierung ist schematisch in Abbildung 2.3 dargestellt.



**Abbildung 2.3:** Schematische Abbildung der Indizierung in dieser Arbeit. In Anlehnung an [34].

## 2.2 Erzeugen kryogener Temperaturen

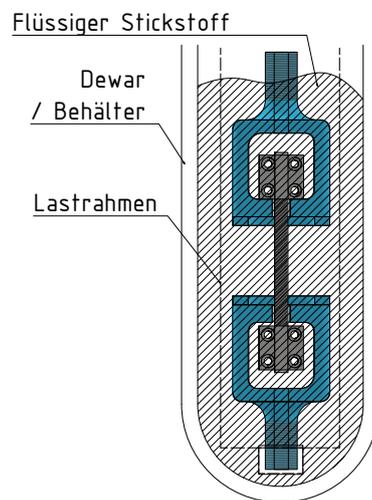
Die Änderungen der Charakteristika von faserverstärkten Verbundwerkstoffen unter kryogenen Bedingungen verläuft nicht linear mit zunehmend tieferen Temperaturen. Sie können somit nicht einfach extrapoliert werden. In verschiedenen Versuchen und Vergleichen wurden nicht nur widersprüchliche Ergebnisse zu den Temperatureffekten auf Steifigkeit und Festigkeit beobachtet, sondern auch unterschiedliche Temperaturen identifiziert, bei denen diese Effekte auftreten [29, 51, 52, 28]. Um diese Effekte somit genauer zu untersuchen, ist zunächst die Auswahl einer geeigneten Einkühlmethode zur Erreichung der angestrebten Temperaturen erforderlich.

### 2.2.1 Konzepte zur Bereitstellung kryogener Umgebungsbedingungen

Um die angestrebten Temperaturen zu erreichen, haben sich je nach Prüftemperatur und abgedecktem Temperaturbereich, vor allem vier grundsätzliche Methoden etabliert. Dabei stehen für diese Arbeit jene Methoden im Vordergrund, welche einen Kryostaten enthalten. Dabei umfasst der Begriff des Kryostaten ein isoliertes Gefäß mit einer aktiven Kühlung, wodurch extrem niedrige Temperaturen mindestens Aufrechterhalten werden können [53]. Sie verwenden häufig flüssige Gase als Kühlmedium, mechanische Kühlsysteme oder verdampfende Methoden, um die Temperatur zu senken. Aufgrund der geringen Eignung von herkömmlichen Isolationswerkstoffen bei extrem niedrigen Temperaturen und hohen Temperaturunterschieden zeichnen sich Kryostate häufig durch eine Vakuumisolierung und Strahlungsschilde aus.

### Offene (Bad-) Kryostaten

Ein weniger komplexer Ansatz besteht darin, verflüssigtes Gas als Kühlmedium in eine Kammer einzuleiten, beispielsweise in den Arbeiten von Johnson et al. und Melcher et al. [54, 55]. Bei dieser Methode dient der Behälter, der das Kühlmedium enthält, als Prüfkammer, in die der gesamte Prüfaufbau einschließlich der Probe eingetaucht wird. Die Prüfung kann im Behälter oder außerhalb des Behälters stattfinden. Die Prüftemperatur ist jedoch durch die Aufrechterhaltung des flüssigen Aggregatzustandes des Kühlmediums begrenzt. Sofern es keine aktive Temperaturregelung zu niedrigeren Temperaturen gibt, bleibt die Siedetemperatur als Einschränkung ein entscheidender Faktor für die erreichbare Prüftemperatur. Die Behälter werden zumeist offen gestaltet, wodurch eine ausreichende Raumbelüftung notwendig ist, jedoch keine Überdruckkontrolle erfolgt.



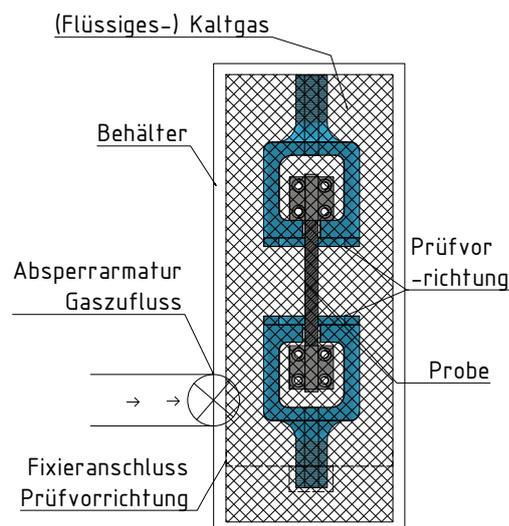
**Abbildung 2.4:** Schematische Abbildung für ein offenes Bad-Kryostat. Dabei wird Probe und Prüfvorrichtung in das Kühlmedium getaucht. Aufgrund der offenen Bauweise ist eine Druckkontrolle nicht nötig.

### Kammer-Kryostaten

Um einen größeren Prüftemperaturbereich variabel abdecken zu können, kann eine kryogene Umgebung unter Verwendung des verdampften Flüssiggases geschaffen werden [56]. Durch eine geeignete Heizungssteuerung ist zudem die Temperatur über der Siedetemperatur der kryogenen Flüssigkeit einstellbar [57]. Eine homogene Temperaturverteilung ist jedoch herausfordernd, da die Verteilung des kalten Gases in der Kammer aufgrund der gegebenen thermischen Massen von Prüfvorrichtung, Kammer und Kammerwänden selbst

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

aufwendig ist. Darüber hinaus ist eine derartige Prüfkammer erforderlich, welche eine kontinuierliche Zufuhr von gasförmigen oder flüssigen Verunreinigungen der Umgebungsluft verhindert. Demnach haben sich in dem Zusammenhang Kryostate mit einem Durchlauf innerhalb einer Kammer ergeben. Bei ihnen wird die Prüfkammer mit dem flüssigen Kühlmedium geflutet, jedoch nur das darüber liegende Gas zur Kühlung verwendet. Diese zunehmend geschlossenen Konstruktionen ermöglichen die Prüfung von Werkstoffen bei kryogenen Temperaturen unter definierter Atmosphäre. Außerdem ermöglichen sie durch geeignete technische Vorkehrungen, die sichere Handhabung von verflüssigten Gasen. Des Weiteren ergeben sich durch die Kombination einer aktiven Kühlung und einem Bad aus flüssigem Kühlmedium, wesentliche Vorteile. Jia et al. [58] nutzten die Möglichkeiten der stabilen Temperaturen eines Kühlmittels in einer gefluteten Prüfkammer eines Kryostaten, während Cryocooler die Wärmeübertragung aus der Umgebung in das System reduzieren. Die Kombination führte zu einem geringeren Verbrauch von flüssigem Wasserstoff und flüssigem Helium als kryogenes Kühlmittel und damit zu Kosteneinsparungen [57].

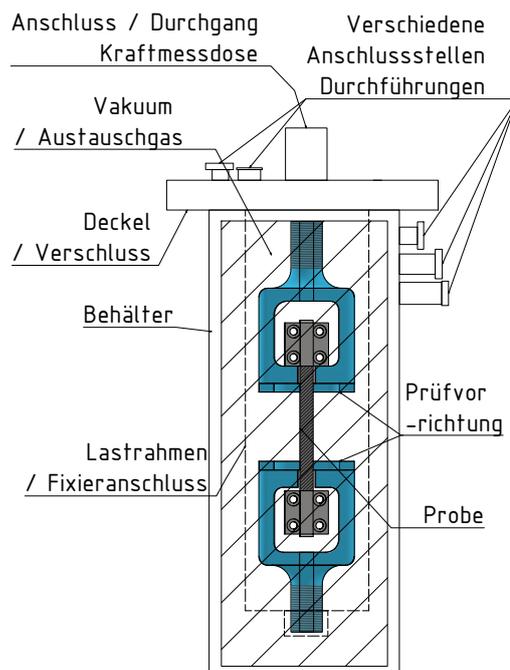


**Abbildung 2.5:** Schematische Abbildung eines geschlossenen Kryostaten.

## Refrigerator-Kryostat

Wie bereits beschrieben nutzen weniger ressourceneffiziente Konzepte eine Probenkühlung durch direkten Kontakt mit dem Kühlmittel oder das Prinzip der Wärmeübertragung durch Konvektion [59, 60]. Weitere Ansätze arbeiten frei von flüssigen und gasförmigen Kühlmedien innerhalb der Prüfkammer und basieren auf Wärmeleitung durch Festkörper und fester Materie. Diese Systeme erzeugen niedrige Temperaturen in einer Prüfkammer unter Vakuum, was durch ein Heliumkompressionssystem mit geschlossenem Kreislauf, einem Cryocooler, ermöglicht wird [61, 23].

Diese Methode ermöglicht den Entzug von Wärme aus der Probe, die Verwendung aktiv gekühlten Strahlungsabschirmungen sowie den gezielten Einsatz von Austauschgasen. Bei letzterem dient eine kleine Menge eines permanenten Gases zum Wärmeaustausch zwischen einer kühlen Oberfläche und der Probe. Beide Methoden führen potenziell zu Energieeinsparungen durch das Umgehen von Veränderungen des Aggregatzustandes und dem ständigen Bereitstellen einer ausreichenden Menge an Kühlmedium.



**Abbildung 2.6:** Schematische Abbildung eines geschlossenen Kryostat-Konzeptes, wobei die Probe nicht in Kontakt mit dem flüssigen Kühlmedium steht.

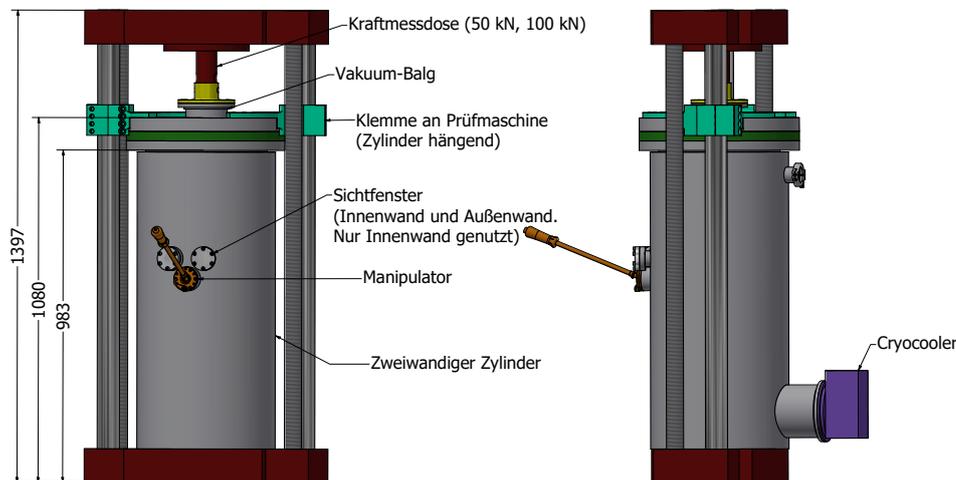
### 2.2.2 In dieser Arbeit verwendetes Kryostat-Konzept

Im Zentrum der Untersuchungen in dieser Arbeit steht ein Refrigerator-Kryostat. Über zwei Klemmen ist dieses Kryostat in eine Universalprüfmaschine eingehängt. Die Klemmen sind dabei an den zwei Führungssäulen der Traverse derart fixiert, sodass kein Kontakt von Boden des Kryostaten zu einer anderen Oberfläche herrscht. Hierdurch wird eine mechanische Belastung der Hülle des Kryostaten umgangen. Die isolierende Hülle besteht aus zwei Lagen austenitisch stabilisierten Chrom-Nickel-Stahl 1.4401 - 1.4404 als verschweißtes Blech [62]. Dabei folgt die Bezeichnung des Stahls der europäischen Norm 10088 (kurz: EN 10088) [62]. Die Geometrie ist zylindrisch mit flachen Boden und Deckel aufgebaut und verfügt über einen abnehmbaren Deckel, welcher sowohl die Hülle samt aller Anbauteile trägt, als auch die mechanische Verbindung von Lastrahmen und Klemmen bildet. Vorderseitig erlauben insgesamt drei Flansche optischen und manipulativen Zugang in den Prüfraum, rückseitig wird der Cryocooler angebunden. Der Deckel bietet ebenfalls Flansche zur diversen Durchführung von beispielsweise elektrischer Leitungen, Lichtleitfasern sowie Sensoren zur Druckkontrolle und Überdruckventile. Ein wesentliches Bauteil ist der abgedichtete Vakuum-Balg, welcher eine mechanische Verlängerung von der Kraftmessdose in den Prüfraum zulässt. Der Balg ist flexibel und erlaubt lineare Längenänderung von etwa 18 cm. Alle verwendeten Dichtungen bestehen aus einer Synthesekautschuk-Basis, lediglich die Sichtfenster wurden mit Kupferdichtungen abgedichtet. Da es sich um eine Machbarkeitsstudie ohne vorab festen Aufbau handelt, wurde auf eine der kryogenen Temperaturen angepasste Dichtungstechnik verzichtet. Diese zeichnen sich zunehmend durch einen erhöhten Ressourceneinsatz und geringer Wiederverwendbarkeit aus.

Im Inneren der Hülle befindet sich ein Lastrahmen bestehend aus vier Stangen. Die Stangen bestehen aus glasfaserverstärktem Kunststoff (kurz: GFK) mit verklebten Endstücken aus Stahl 1.4401 - 1.4404. Die Endstücke erlauben eine geschraubte Verbindung zum Deckel. Der Lastrahmen ist somit am oberen Ende mit dem Deckel mechanisch verbunden und schwebt im Prüfraum. Es besteht weder mechanische Kopplung des Lastrahmens mit dem Boden des Zylinders, noch mit Teilen des Cryocoolers. Die Stangen verfügen über einen kreisrunden 40 mm Hohlkreisquerschnitt mit einer Wandstärke von 4 mm sowie einem quasi-isotropen Aufbau. Am unteren Ende des Lastrahmens sind die vier Stangen mit über einen Teller miteinander verbunden. Der Teller besteht aus Stahl 1.4401 - 1.4404. Dieser Teller erlaubt eine mechanische, dennoch thermisch isolierte universelle Anbindung für die mechanischen Prüfvorrichtungen. Dabei erlaubt er verwendete Stahl 1.4401-1.4404 auf Eisenbasis auch zu kryogenen Temperaturen eine plastische Verformung und adressiert

## 2.2 Erzeugen kryogener Temperaturen

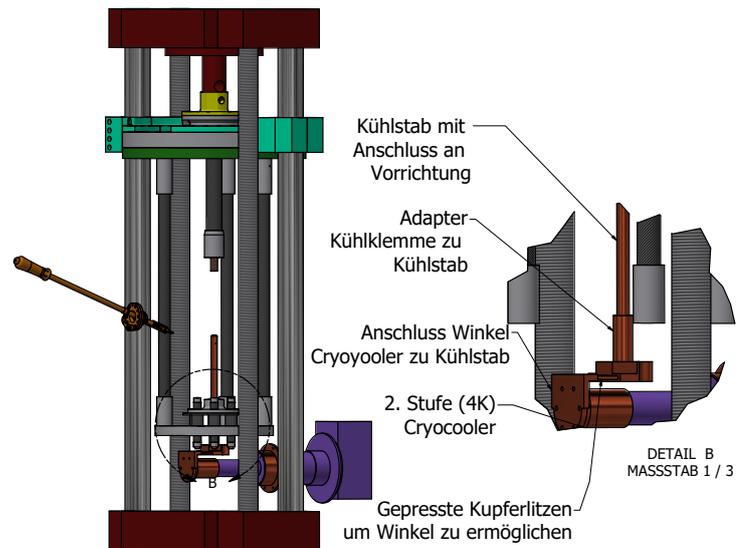
hierbei eine Verringerung der Ausfallwahrscheinlichkeit sowie die Erhöhung der Sicherheit. Grundlegend basiert dies darauf, dass dieses Material auch bei kryogenen Temperaturen ein vorwiegend austenitisches Gefüge vorweist [63, 64].



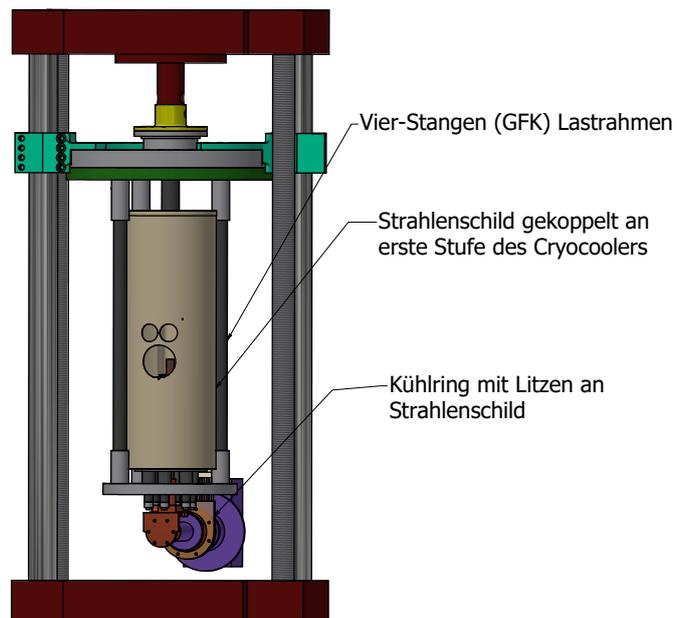
**Abbildung 2.7:** Rechnergestützte schematische Abbildung des in dieser Arbeit verwendeten Kryostaten. Betrachtet von außen mit über Klemmen fixiertem Doppelwand-Zylinder in einer Universalprüfmaschine.

Die Anbindung weiterer lasttragender Komponenten der Prüfvorrichtung basiert auf einem M36 x 1,5-Gewinde mit Kontermutter. Die Gewindebezeichnungen folgen der Norm 1502 der internationalen Organisation für Standardisierung (engl. International Organization for Standardization, kurz: ISO) [65]. Alle Bauteile am unteren Ende des Lastrahmens sind mittig mit durchgehenden Bohrungen von mindestens 14 mm Durchmesser versehen, um einen Kühlstab bis direkt an die Prüfvorrichtung selbst zu implementieren. Dabei berührt der Kühlstab idealerweise keine weiteren Bauteile als die vorgesehene Ankopplung direkt an der Prüfvorrichtung. Der Kühlstab ist an der zweiten Stufe (4 K Stufe) des Cryocooler angebunden und lediglich über eine Schraubverbindung an der Prüfvorrichtung fest gekoppelt. Die mechanischen Verlängerungen der Kraftmessdose bestehen ebenfalls aus GFK in einem kreisrunden Hohlkreisquerschnitt. Das thermische Isolationsvermögen des GFK erlaubt eine Kühlung des probennahen Endstückes, ist jedoch nicht aktiv an die erwähnte Wärmeleitstrecke der 4 K Stufe gekoppelt.

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren



**Abbildung 2.8:** Rechnergestützte schematische Abbildung des Prüfraumes im Doppelwand-Zylinder mit Lastrahmen, Wärmeleitstrecke der 4 K Stufe und mechanischer Verlängerung der Kraftmessdose.



**Abbildung 2.9:** Rechnergestützte schematische Abbildung des Prüfraumes im Doppelwand-Zylinder mit Lastrahmen und Strahlenschild.

## 2.3 Anforderungen der quasi-statischen Werkstoffprüfung

Die Reduzierung des Energieeintrages aufgrund von Strahlung auf die Prüfvorrichtung und die Probe erfolgt durch ein Strahlenschild. Dieses ist über einen Kühlring mit der ersten Stufe des Cryocoolers verbunden, welche eine Temperatur von minimal 50 K bereitstellt [1]. Die Kühlleistung ist in Anhang A.1 dargestellt. Das Strahlenschild ist mit der universellen Aufnahme am Teller des Lastrahmens verbunden. Alle beschriebenen Bauteile zur Wärmeleitung und Strahlenschutz bestehen aus oxidfreiem Kupfer und werden während der Prüfung keiner mechanischen Belastung ausgesetzt. Alle Bauteile sind zudem derart gelagert, dass keine mechanische Belastung infolge thermischer Dehnungen auftritt, beziehungsweise erlauben entsprechende textile Gebilde aus Kupfer eine freie Dehnung.

In dieser Arbeit wurde der Gifford-McMahon Cryocooler SRDK-415D von Sumitomo Heavy Industries Tokyo, Japan, in Verbindung mit einem F-50 Kompressor desselben Herstellers verwendet. Der Kompressor wurde mit Wasser gekühlt. Die Kälteleistung der zweistufigen Kältemaschine betrug 1,5 Watt bei 4,2 K der zweiten Stufe und 35 Watt bei 50 K der ersten Stufe (siehe Anhang A.1 [1]). Die Kältemaschine wurde mit 50 Hz und jeweils 20 m langen Heliumgasdruckleitungen, eine Versorgungsleitung und eine Rücklaufleitung, betrieben.

## 2.3 Anforderungen der quasi-statischen Werkstoffprüfung

Dieses Kapitel beschreibt die Anforderungen an die Probengeometrie und die erforderlichen Messdaten. Zur Übersicht werden die in dieser Arbeit verwendeten Probengeometrien den jeweiligen Vorgaben der angewendeten Norm gegenübergestellt. Dabei wird in den jeweiligen Darstellungen zudem die Region von Interesse (kurz: RVI) der 3D-Bildkorrelation zur Ermittlung von Dehnungen sowie Verzerrungen dargestellt. Innerhalb dieser Region erfolgt die Berechnung der elastischen Dehnung mit dem arithmetischen Mittel.

### 2.3.1 Zugversuch

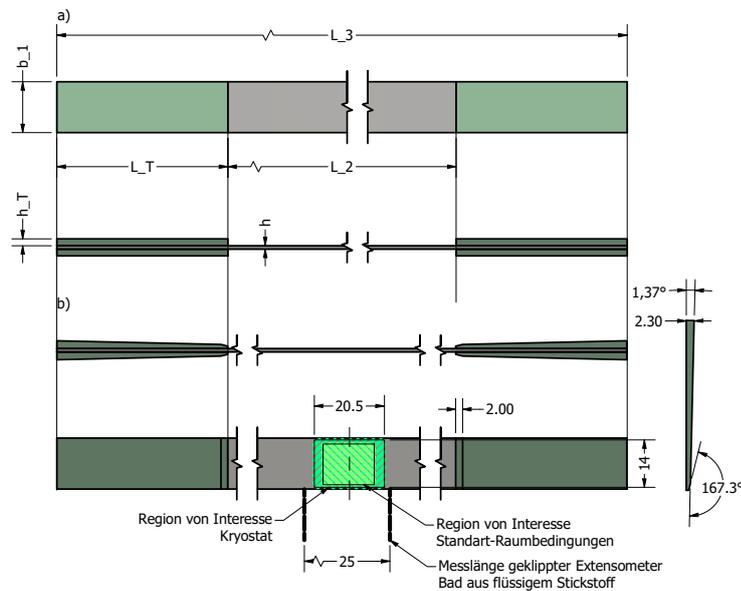
Der uni-axiale Zugversuch gilt als grundlegender Test zur Bestimmung der Festigkeit und Steifigkeit von Werkstoffen in der mechanischen Charakterisierung. Für unidirektional faserverstärkte Kunststoffe verweist die ISO 527-4/-5 [66, 67] auf die Prüfung polymerbasierter Verbundwerkstoffe in faserparalleler (1-) Richtung. Vorgeschrieben sind Prüfkörper mit einer Gesamtlänge von 250 mm, wobei an beiden Enden 50 mm lange Lasteinleitungselemente Schäden durch das Klemmsystem verhindern. Die resultierende Prüflänge beträgt 150 mm bei einer Breite von 15 mm. Der rechteckige Prüfkörper

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

weist eine Dicke von  $1 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$  auf. Die Geometrie des Prüfkörpers, wie er in dieser Arbeit verwendet wird, weicht nicht von der Norm ab. Allerdings wird für das Klemmprinzip, beschrieben in Abschnitt 2.5.2, sowohl eine andere Geometrie als auch ein anderer Werkstoff für die Lasteinleitungselemente verwendet. Die Geometrie der Lasteinleitungselemente in eine Keilform ist angelehnt an die Untersuchungen von Kumagai et al. [68], deren Funktion in Abschnitt 2.5.2 detaillierter beschrieben wird. Als Werkstoff der Lasteinleitungselemente wurde Aluminium (Legierung EN AW 5754 [69]), an Stelle eines FVKs verwendet. Illustriert stehen die Prüfkörper in Abbildung 2.10 zum Vergleich gegenüber. Die Maße sind in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

Für die Messung der faserparallelen Längsdehnung wird ein System mit einer Prüflänge von 50 mm vorgeschrieben, während die Messung der Querdehnung zur Bestimmung der Poissonzahl empfohlen wird. In dieser Arbeit konnte jedoch aufgrund des eingeschränkten Sichtfeldes der 3D-Bildkorrelation keine Prüflänge von 50 mm verwendet werden. Stattdessen ergab sich eine RVI der Messungen im Kryostaten mit einer Prüflänge von 20,5 mm gemäß Abbildung 2.10.

### 2.3 Anforderungen der quasi-statischen Werkstoffprüfung



**Abbildung 2.10:** Rechnergestützte schematische Abbildung der Zugproben (a) Nach ISO 527-4/-5 (b) In dieser Arbeit verwendet. Grün schraffiert der Bereich der ausgewerteten Flächenkomponente der 3D-Bildkorrelation als RVI.

**Tabelle 2.1:** Maßtechnische Anforderungen an eine Zugprobe im Vergleich.

Art	Bezeichnung	DIN EN ISO 527-5 [67] [mm]	In dieser Arbeit verwendet [mm]
L_3	Gesamtlänge	250	250 ± 0,5
L_2	Abstand zwischen den Lasteinleitungselementen	150 ± 1	150 ± 1
b_1	Breite	15 ± 1	14,8 ± 0,1
h	Dicke	1 ± 0,2	1,2 ± 0,02
L_0	Messlänge (Längenänderungsmessung)	50 ± 1	Arithmetisches Mittel RVI Abbildung 2.10
L	Anfangsabstand der Klemmvorrichtung	136	120 ± 1
L_T	Länge der Lasteinleitungselemente	> 50	50
h_T	Dicke der Lasteinleitungselemente	0,5 - 2	Gemäß Abbildung 2.10

### 2.3.2 Druckversuch

Die Ermittlung von Kennwerten infolge faserparalleler Druckbelastung eines unidirektional FVKs erfolgt grundlegend angelehnt an EN 2850 [70]. Hierbei wird die Belastung Stirnseitig eingebracht, während die Probe seitlich gegen Eulersches Knicken gestützt wird [71]. Die beschriebene Prüfvorrichtung bildet ein vergleichsweise simples Design ab, jedoch wird sie mit zunehmenden Lasten weniger verwendet. Nach Adams [72] liegt dies in dem nicht gültigen Versagensfall des stirnseitigen Versagens begründet, welches mit dieser Prüfvorrichtung gefördert wird. Adams verglich in seiner Arbeit hierzu verschiedene Prüfvorrichtungen miteinander. Modernere Prüfvorrichtungen leiten die Last daher auch zusätzlich über die Seitenflächen der Probe ein. Hierbei wird die Last über eine direkte axiale Drucklast auf die Stirnfläche mit einer Scherbelastung der seitlichen Flächen der Laminebene, welche letztlich als Druckbelastung im Prüfkörper resultiert, eingebracht. Dabei sind alle Bereiche der Lasteinleitung durch Lasteinleitungselemente verstärkt, lediglich ein geringer Anteil des Prüfkörpers dient zur Kennwertermittlung. Eine Prüfvorrichtung zur kombinierten Lasteinleitung ist beispielsweise in der Norm der American Society for Testing and Materials (kurz: ASTM) D 6641, dargestellt [73]. Die Klemmung der Probe erfolgt mechanisch über Schrauben, oder wahlweise über pneumatische und hydraulische Systeme. Aufgebrachte Verstärkungen in der Form von Lasteinleitungselementen leiten die Scherbelastung in die Probe und schützen das zu prüfende Material selbst vor Schädigungen. Die Norm fordert eine Prüfkörperlänge von 140 mm bei einer Prüfkörperbreite von 13 mm mit einer Laminatdicke der Probe von 2 mm. Folglich wird eine unverstärkte Prüflänge von nominal 13 mm gefordert. Dennoch können diese Maße in Breite, Laminatdicke und Prüflänge unter den Kriterien beschrieben durch die mathematischen Formeln (2.1) und (2.2) variiert werden. Formel (2.1) basiert dabei auf den Untersuchungen von Adam et al. und Wegner et al. [74, 75], wodurch das Minimum der erforderlichen Probendicke von verschiedenen Faktoren neben der Messlänge abhängt.

$$h \geq \frac{l_g}{0,9069 \sqrt{\left(1 - \frac{1,2 \times F_{max,D}}{G_{12}}\right) \times \left(\frac{E_{11}}{F_{max,D}}\right)}} \quad (2.1)$$

Dabei kann Formel (1) nach den Untersuchungen von Timoshenko und Gere [76] derart umgeformt werden, sodass ein Eulerscher Knickfall selbst ausgeschlossen werden kann.

$$F_{max,EK} = \frac{\pi^2 \times E_{11}}{\frac{l_g^2 \times A}{I} + 1,2 \times \pi^2 \times \frac{E_{11}}{G_{12}}} \quad (2.2)$$

### 2.3 Anforderungen der quasi-statischen Werkstoffprüfung

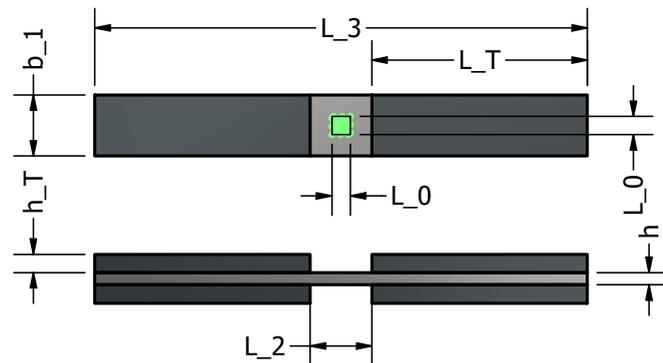
Schematisch ist der Prüfkörper in Abbildung 2.11 dargestellt. Dabei ist zu beachten, dass der Maßstab der Probengeometrie jener entspricht, wie sie in dieser Arbeit verwendet wird. Die Maße sind in Tabelle 2.2 zusammengefasst. Auf Basis empirisch ermittelter Werte entsprechend den Ergebnissen in Kapitel 5, sowie speziell für das in den Versuchen im Kryostaten verwendete Material SIGRAPREG® C U230-0/NF-E320/39% der Firma SGL Carbon GmbH [2], dargestellt in Anhang A.2, ist von einer Spannung von etwa 2305 MPa bevor Eulersches Knicken eintritt auszugehen. Die Dicke des Laminats von 2 mm übersteigt hierbei die rechnerisch erforderte Mindestdicke von etwa 0,98 mm nach Normberechnung (Formel (2.1) und Formel (2.2)).

Um eine valide Prüfung zu gewährleisten, fordert die Norm ASTM D 6641 zudem eine Biegung entlang der gesamten Prüflänge von weniger als 10 %. Die Norm beschreibt zur Berechnung der Biegung ein Verfahren durch Aufbringen von geeigneten Dehnungsmessstreifen auf beiden Prüfflächen um die faserparallele Längsdehnung  $\varepsilon_1$  der einen Seite und  $\varepsilon_2$  der anderen Seite nach Formel (2.3) zu berechnen. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass einer validen Prüfung ein homogener Spannungszustand vorausgesetzt wird.

$$B_z = \text{Biegung}[\%] = \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_2}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2} \times 100 \quad (2.3)$$

Diese Berechnung kann im Kryostaten infolge der Implementierung lediglich eines 3D-Bildkorrelation Systems mit einseitigem optischen Zugang nicht umgesetzt werden. Jedoch würde eine zugleich ermittelte positive und negative Biegung nach Formel (3), sowie das Ausbilden von Knickbändern nach Yuan et al. [77] zu einer entsprechend unterproportionalen Verschiebung, sowie zu einem definierbaren aber invalidem Versagensbild führen. Yuan et al. brachten in ihren Arbeiten gezielt Imperfektionen in eine Druckprobe ein, um Abweichungen von validen Versagensarten zu beschreiben. Hierdurch wurde im Speziellen die optische Auswertung unterstützt, welche lediglich die Oberfläche eines Materials wiedergibt. Infolge können Heterogenitäten im Dehnungs- und Verschiebungsbild der 3D-Bildkorrelation quantitativ dargestellt und einkategorisiert werden. Die verschiedenen Arten von Versagen unter gegebenen Rahmenbedingungen zur Beschreibung eines validen Werkstoffversagens infolge der Druckbelastung sind dabei vorgegeben. So ist die Eingruppierung eines Versagensbildes in bestimmte Kategorien gemäß Abbildung 2.12 zu erfolgen.

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

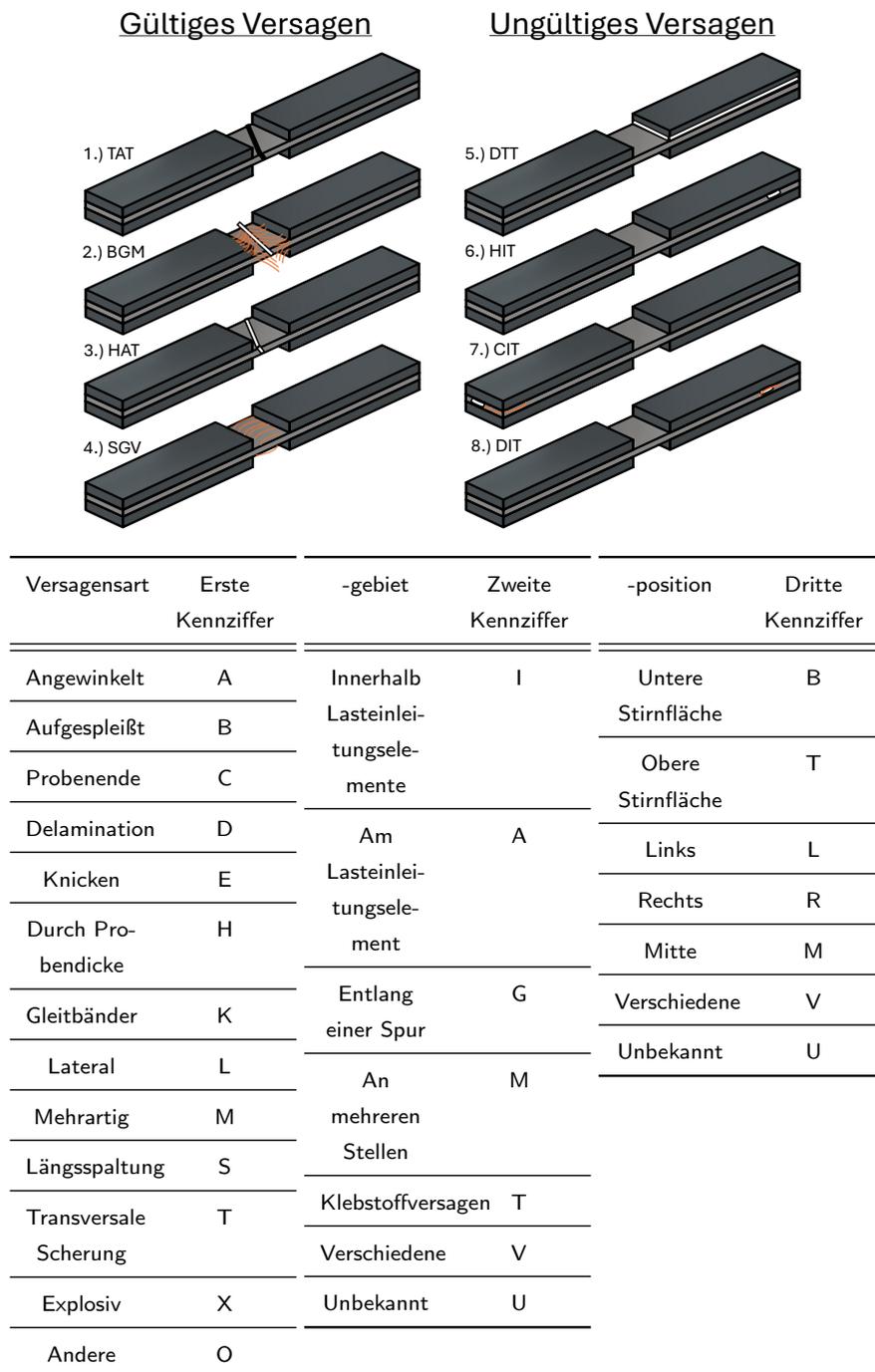


**Abbildung 2.11:** Rechnergestützte schematische Abbildung einer Druckprobe. Grün schraffiert der Bereich der ausgewerteten Flächenkomponente der 3D-Bildkorrektur als RVI.

**Tabelle 2.2:** Maßtechnische Anforderungen an eine Zugprobe im Vergleich.

Art	Bezeichnung	ASTM D 6641-09 [73] [mm]	In dieser Arbeit verwendet [mm]
L_3	Gesamtlänge	140 ± 0.3	80
L_2	Abstand zwischen den Lasteinleitungselementen	13	10
b_1	Breite	12	9,9 ± 0.1
h	Dicke	Gemäß Gleichung	2
L_0	Messlänge (Längenänderungsmessung)	Geeigneter Dehnungsmess- streifen	Arithmetisches Mittel RVI Abbildung 2.11
L_T	Länge der Lasteinleitungselemente	63.5 mm	35
h_T	Dicke der Lasteinleitungselemente	Abhängig vom Torsionsmoment; meist 2 - 3	3

### 2.3 Anforderungen der quasi-statischen Werkstoffprüfung



**Abbildung 2.12:** Schematische Abbildung der Versagensarten von Druckproben und deren Einkategorisierung nach Kennziffern gemäß (angelehnt an [73]).

### 2.3.3 Scherversuch

Der Scherversuch innerhalb einer Ebene im Laminat kann gemäß der eingeführten Konvention in Abbildung 2.3 wahlweise zu einer Scherung in der 2-3- oder 1-2-Ebene führen. Dabei beschreibt die Scherung die Verzerrung (Deformation), die durch Schubkräfte in einem Material entsteht. Sie ist eine Reaktion des Materials auf die Schubbelastung, weshalb folgend die Proben als Schubproben bezeichnet werden.

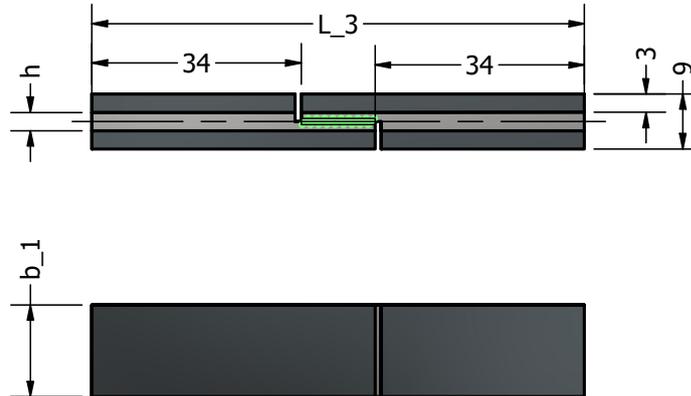
Für die Ermittlung der Kennwerte nach gängigen Normen stehen verschiedene Prüfvorrichtungen und Probengeometrien zu Auswahl. Im Mittelpunkt der axialen Prüfung auf Zug oder Druck steht dabei stets ein gekerbter Prüfkörper im Mittelpunkt. ASTM D 7078 und ASTM D 5379 [78, 79] beschreiben zwei Beispiele an Probengeometrien zur Bestimmung der interlaminaren Scherfestigkeit. Die Prüfvorrichtungen in den genannten Normen müssen jedoch zur Vermeidung von Biegungen der beiden gekerbten Probenhälften infolge des Drehmoments vergleichsweise massiv ausgelegt werden. Das Drehmoment resultiert aus der exzentrischen Kraftwirkung entlang der gekerbten Prüfflächen der beiden Probenhälften, also einer nicht exakt gegenüberliegenden Klemmung, was zu einem Abgleiten der gewünschten Ebenen zueinander führt. Dabei bezieht sich der Vergleich der massiven Auslegung auf die Prüfvorrichtung nach ASTM D 3846, welche in Analogie zur Druckprüfvorrichtung nach EN 2850 steht [?]. Hier wird der Prüfkörper direkt über die Stirnfläche belastet, was eine Scherung in der Probe hervorruft. Die mit der Maschinenachse verlaufende axiale Belastung, sowie die verringerte Prüffläche lässt hierbei einen geringeren Materialeinsatz zu.

Die ASTM D 3864 zur Prüfung der Scherfestigkeit fordert eine Probenlänge von 79,5 mm, eine Breite von 12,7 mm und eine Laminatdicke zwischen 2,54 mm und 6,60 mm. Durch zwei parallele Einschnitte an jeweils einer Seite werden die Kerben eingeführt, wobei die Ebene 79,5 mm × 12,7 mm bis zur halben Laminatdicke eingeschnitten wird, um eine Prüffläche von 6,4 mm × 12,7 mm zu schaffen. Dabei weist die Kerbe eine Breite von 1,02 mm bis 1,63 mm und darf bis zu 0,2 mm tiefer als die halbe Laminatdicke gehen. Eine definierte Geometrie der Spitze ist nicht gefordert. Der Probekörper wird im Prüfaufbau geführt, um Knicken oder Biegung zu verhindern, wobei das Versagen entlang der Mittellage des Laminats als glattes Abscheren interpretiert wird. Lamine werden üblicherweise in der 2-3-Ebene auf ihre Scherfestigkeit geprüft, da durch den schichtweisen Herstellungsprozess geringere Laminatdicken verwendet werden können.

## 2.3 Anforderungen der quasi-statischen Werkstoffprüfung

### 2.3.3.1 Schub 2-3-Ebene

In der folgenden Abbildung ist die Geometrie zur Prüfung der interlaminaren Scherfestigkeit entlang der 2-3-Ebene dargestellt. Die Tabelle 2.3 zeigt eine Gegenüberstellung der in dieser Arbeit verwendeten zur nach Norm geforderten Probengeometrien.



**Abbildung 2.13:** Rechnergestützte schematische Abbildung einer Schubprobe der Prüfung in 2-3-Ebene. Grün schraffiert der Bereich der ausgewerteten Flächenkomponente der 3D-Bildkorrelation als RVI.

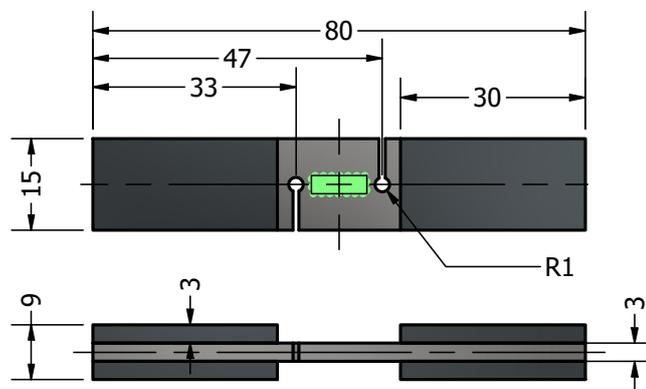
**Tabelle 2.3:** Maßtechnische Anforderungen an eine Schubprobe der Prüfung in 2-3-Ebene im Vergleich.

Art	Bezeichnung	ASTM D 3846-02 [80][mm]	In dieser Arbeit verwendet [mm]
L_3	Gesamtlänge	79,5	80
L_2	Abstand zwischen den Lasteinleitungselementen	Elemente nicht vorgesehen	10
b_1	Breite	12,7	14.9 ± 0.1
h	Dicke	2,54 - 6,60	3
L_0	Messlänge (Scherdehnung)	Messung nicht vorgesehen	Arithmetisches Mittel RVI Abbildung 2.13
L_T	Länge der Lasteinleitungselemente	Elemente nicht vorgesehen	Durchgehend bis Einkerbung
h_T	Dicke der Lasteinleitungselemente	Elemente nicht vorgesehen	3

### 2.3.3.2 Schub 1-2-Ebene

Die Prüfung eines Werkstoffes in der 1-2-Ebene und 2-3-Ebene erfordert entsprechend des Herstellungsprozesses bei den bereits dargestellten Prüfvorrichtungen jeweils unterschiedliche Prüfplatten. Lediglich die Änderung der Probengeometrie ist hierbei gemeinhin nicht ausreichend. Diesem Umstand soll mit der in dieser Arbeit verwendeten Prüfvorrichtung nach Abbildung 2.21 begegnet werden, indem eine neuartige Probengeometrie eingeführt wird.

In der folgenden Abbildung 2.14 ist diese Geometrie zur Prüfung der interlaminaren Scherfestigkeit entlang der 1-2-Ebene dargestellt. Die Tabelle 2.4 zeigt die verwendete Probengeometrie. Da eine Festigkeitsprüfung mit demselben Laminat der Prüfung entlang der 2-3-Ebene erfolgt, wird hierfür eine spezielle weitere Probengeometrie eingeführt.



**Abbildung 2.14:** Rechnergestützte schematische Abbildung einer Schubprobe der Prüfung in 1-2-Richtung. Grün schraffiert der Bereich der ausgewerteten Flächenkomponente der 3D-Bildkorrelation als ROI für das arithmetische Mittel des Scherwinkels.

## 2.4 Anforderungen der bruchmechanischen Werkstoffprüfung

**Tabelle 2.4:** Maßtechnische Anforderungen an eine Schubprobe der Prüfung in 1-2-Ebene.

Art	Bezeichnung	In dieser Arbeit verwendet [mm]
L_3	Gesamtlänge	80
L_2	Abstand zwischen den Lasteinleitungselementen	20
L_1	Abstand zwischen den Bohrungen	12
b_1	Breite	14,9 ± 0.1
h	Dicke	3
L_0	Messlänge (Längenänderungsmessung)	Arithmetisches Mittel RVI Abbildung 2.14
L_T	Länge der Lasteinleitungselemente	30
h_T	Dicke der Lasteinleitungselemente	3

## 2.4 Anforderungen der bruchmechanischen Werkstoffprüfung

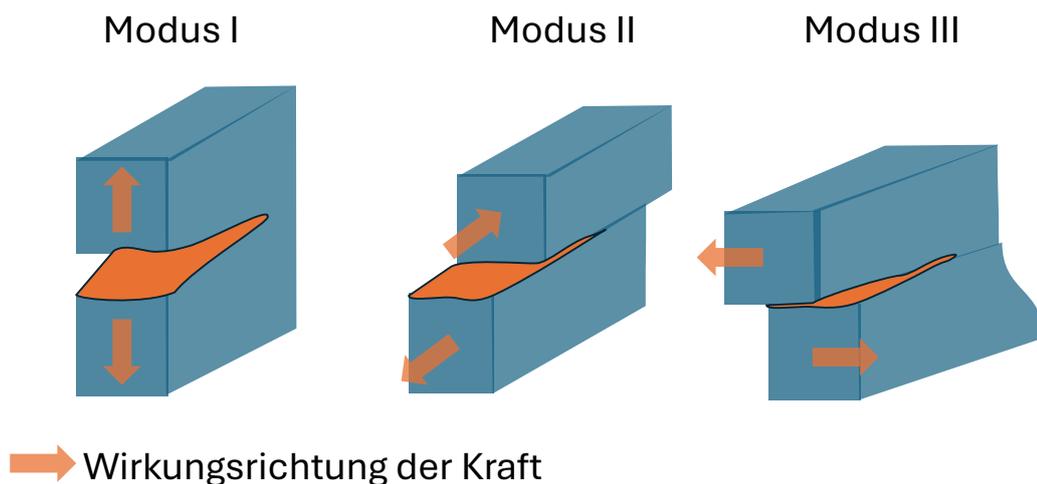
In dieser Arbeit wurden neben klassischen quasi-statischen Prüfungen (Zug, Druck, Schub) auch Prüfvorrichtungen für Belastungen nach Modus I und Modus II an kryogene Bedingungen angepasst. Dazu werden die nach Norm geforderten Probengeometrien mit den in dieser Arbeit verwendeten gegenübergestellt. Da den Lasteinleitungselementen bei der Modus I-Belastung zusätzliche Aufgaben in der Auswertung der Messergebnisse zukommen, werden diese detaillierter beschrieben. Zuvor erfolgt eine Einführung in die Grundlagen der Zähigkeitsprüfung, um die erweiterten Anforderungen an die Messdaten im Vergleich zur quasi-statischen Werkstoffprüfung hervorzuheben.

### 2.4.1 Grundlagen der Zähigkeitsprüfung

Die linear elastische Bruchmechanik basiert auf der Analyse der Spannungsverteilung vor der Risspitze eines elastisch verformten Körpers. Dabei umfasst die Analyse eine Untersuchung auf mehrere Delaminationsmodi und deren Kombinationen. Allgemein wird hierbei zwischen drei Delaminationsmodi mit je einem definierten Belastungszustand unterschieden, deren Kombination in beliebigen Anteilen auch einen gemischten Belastungszustand zulassen. Die einzelnen Delaminationsmodi sind in Abbildung 2.15 mit der jeweiligen Belastungsrichtung zur Erreichung des adressierten Belastungszustandes dargestellt. Die

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

Delamination, also das Trennen / Ablösen der Schichten, wird innerhalb von Modus I durch Normalbelastung hervorgerufen. Modus II und Modus III verursachen eine Trennung hingegen durch Schub-/Scherbelastungen. Innerhalb von Modus II wird ein paralleles Abgleiten der Probenarme in Längsrichtung erzwungen [81]. Die mechanische Belastung erzeugt eine Spannung in der Probe, die sich lokal an der Risspitze erhöht und die Belastung auf das Material verstärkt. Der Spannungsintensitätsfaktor  $K_i$  dient als Maß für das Spannungsfeld in der Nähe der Risspitze. Solange  $K_i$  an der Risspitze unterhalb einer kritischen Größe liegt, ist der Riss stabil. Die Bestimmung der Bruchzähigkeit erfolgt durch die Ermittlung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors  $K_{ic}$  der die Spannungskonzentration an der Risspitze beim Bruch beschreibt. Die Voraussetzung der Bestimmung von  $K_{ic}$  erfolgt innerhalb der linear elastischen Bruchmechanik durch die elastische Verformung einer genormten, gekerbten Probe mit Anriss unter zunehmender Belastung bis zum Bruch. Dabei wird die zur Verformung benötigten Kraft  $F$  und die Messung einer dem Delaminationsmodi passenden Verschiebung  $\delta$  gemessen.



**Abbildung 2.15:** Schematische Abbildung von verschiedenen Rissöffnungsmodi mit der Wirkungsrichtung der anliegenden Kraft.

Als Folge eines Bruches wird sich ein Rissfortschritt, also eine Verlängerung des Risses, einstellen, wodurch zuvor elastisch gespeicherte Energie im Material umgesetzt wird. Während dieses Vorganges wird die elastisch gespeicherte Verformungsenergie  $U_{el}$  in die Erzeugung von neuen Oberflächen und Wärme als Rissenergie  $U_{Riss}$  umgesetzt. Energetisch, nach den Büchern von Ashby [82] oder Callister [47] betrachtet, ergibt sich die benötigte Gesamtenergie  $U_{ges}$  beim ideal spröden Risswachstum aus folgendem Zusammenhang:

## 2.4 Anforderungen der bruchmechanischen Werkstoffprüfung

$$U_{ges} = U_{Riss} - U_{el} \quad (2.4)$$

Wobei

$$U_{Riss} = G_C \times 2 \times a \times b \quad (2.5)$$

$$U_{el} = \frac{\sigma^2}{2 \times E} \times \pi \times a^2 \times b \times 2 \quad (2.6)$$

Da sich dieser Vorgang des Rissfortschrittes durch eine erneute Belastung des Materials wiederholen lässt, wurde der Begriff der bei Erreichen der kritischen Last kritischen Energiefreisetzungsrates  $G_C$  eingeführt und durch den jeweiligen Delaminationsmodi in  $G_{IC}$ ,  $G_{IIC}$  sowie  $G_{IIIC}$  quantifiziert.  $G_c$  beschreibt die Energie pro Rissfläche, wobei  $a$  die Risslänge und  $b$  die Rissbreite, beziehungsweise Probenbreite, beschreibt.  $G_C$  bezeichnet und beschreibt somit die Zähigkeit im Rahmen des zur Rissausbreitung erforderlichen Energieaufwandes. Griffith [83] beschreibt dies derart, dass Rissfortschritt entsteht, sobald die Gesamtenergie des Systems bei wachsendem Riss wieder reduziert wird.

$$\frac{dU_{ges}}{da} \leq 0 \quad (2.7)$$

Wobei

$$\sigma \geq \sqrt{\frac{G_c \times E}{\pi \times a_c}} \quad (2.8)$$

$$K_{ic} = \sigma_B \times \sqrt{\pi \times a_c} = \sqrt{G_c \times E} = K_{ic} \quad (2.9)$$

Die Berechnung erfordert demnach keine Kenntnis über die Risspitzengeometrie und der tatsächlich an der Risspitze vorliegenden Spannung. Es sind neben der Probengeometrie lediglich die bereits beschriebenen Messdaten Kraft, Verschiebung und Rissfortschritt zur Bestimmung der jeweiligen Bruchzähigkeit notwendig.

### 2.4.2 Modus I Energiefreisetzungsrates

Als standardisiertes Prüfverfahren für eine Modus I Belastung von FVK hat sich der Versuch mit dem sogenannten doppelten freitragenden Balken (engl. Double Cantilever Beam Test) etabliert. Dabei erfolgt die Rissöffnung durch die vertikale Öffnung eines Paares an Probenarme erzeugt. Ein etabliertes Prüfverfahren ist in ASTM D 5528 be-

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

schrieben, zudem beschreibt die EN ISO 15024 ein analoges Prüfverfahren [84, 85]. Der Probekörper wird grundsätzlich monolithisch hergestellt, durch eine teilweise einlamierte Trennfolie (zumeist in der Symmetrie-/ Mittelebene). Diese Trennung erzeugt die initialen Probenarme sowie den Anfangsriß bzw. die initiale Risspitze und -länge. Die Probenarme werden so belastet, dass der erzeugte Initialriß geöffnet wird.

Die genannten etablierten Prüfverfahren schreiben eine Prüfkörperlänge von mindestens 125 mm vor. Es wird eine Breite von 20 bis 25 mm bei einer Gesamtdicke von 3 bis 5 mm empfohlen. Die initiale Risslänge  $a_0$  wird mit mindestens 50 mm zur Lotrechten des Krafteinleitungspunktes mit der Oberfläche des Prüfkörpers in der ASTM D 5528, beziehungsweise 45 mm zur nächstgelegenen Kante des Lasteinleitungselementes in der ISO 15024 angegeben [84, 85]. Ein Bolzen dient bei allen Varianten von Lasteinleitungselemente als Drehpunkt um eine freie Krümmung der Probenarme während des Versuches zu ermöglichen. Dieser Drehpunkt liegt senkrecht zur Oberfläche des Prüfkörpers und stimmt mit dem Kraftangriffspunkt überein, der sich somit auf derselben Vertikalen wie die Dreh- und Symmetrieachse der Prüfmaschine befindet. Abbildung 2.16 zeigt schematisch die in dieser Arbeit verwendete Probe. Tabelle 2.5 zeigt die Maße. Dabei ist zu berücksichtigen, dass Abbildung 2.16 Bohrungen aufweist, welche sich in der Norm nicht wiederfinden. Während die Norm die Lasteinleitungselemente verklebt, wird in dieser Arbeit ein Ansatz basierend auf Verschraubungen gewählt. Detailliert wird der Aufbau in Abschnitt 2.5.4 beschrieben. Die Berechnung der Energiefreisetzungsrate  $G_I$  erfolgt im Rahmen dieser Arbeit mit in der ASTM D 5528 beschriebenen modifizierten Balkentheorie-Methode (engl. modified beam theory). In analoger Weise kann die korrigierte Balkentheorie-Methode (engl. corrected beam theory), beschrieben in ISO 15024, verwendet werden. Der Zusammenhang der aufgezeichneten Messwerte ergibt sich nach aus folgender Formel (11).  $\delta$  [mm] beschreibt die Öffnung der beiden Probenarme zueinander,  $F$  die hierbei angelegte Kraft.

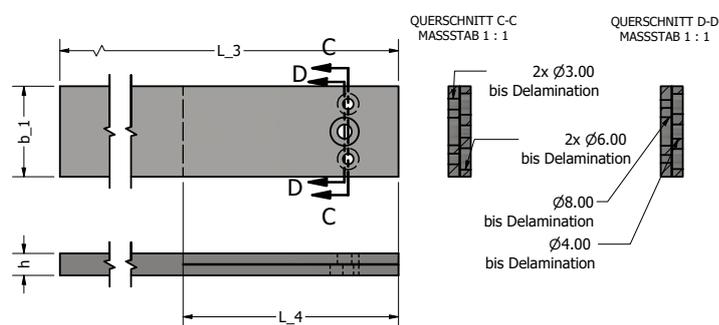
$$G_I = \frac{3 \times F \times \delta}{2 \times b \times (a + |\Delta|)} \quad (2.10)$$

Diese Formel wurde maßgeblich durch Kageyama und Hojo sowie Hashemi et al. beeinflusst [86, 87, 88, 89]. Dabei ergibt sich  $\Delta$  als Betrag des negativen x-Achsenversatz der Ausgleichsgeraden der Nachgiebigkeit  $C$  (engl. Compliance) als  $C^{\frac{1}{3}}$  bezogen auf die Probenbreite  $b$  und die Delaminationslänge  $a$ . Letztere ergibt sich aus dem Abstand von Lasteinleitungspunkt zu Risspitze. Sollte an dieser Stelle ein positiver x-Achsenversatz auftreten, so wird 0 als Wert angenommen.

$$C = \frac{\delta}{F} \quad (2.11)$$

## 2.4 Anforderungen der bruchmechanischen Werkstoffprüfung

Die Geradengleichung der Ausgleichsgeraden ergibt sich nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate. Diese Modifizierung der Formel zur Balkentheorie verlängert die optisch ermittelte Risslänge, indem sie die Rotation der Biegebalken berücksichtigt. Für die Berechnung der kritischen Energiefreisetzungsrate  $G_{IC}$  können verschiedene Kräfte angenommen werden. Die Kraft an jenem Punkt des Kraft-Weg-Diagramms, an welchem eine Abweichung von einer linearen Lastzunahme vor Beginn des ersten Risswachstums eintritt, ergibt die Energiefreisetzungsrate  $G_{I,NL}$  am nicht-linearen Punkt (engl. non-linearity point; kurz: NL). An jenem Punkt, an welchem erstmals visuell (engl. visual point; kurz: VIS) ein Rissfortschritt beobachtet werden kann, ergibt sich  $G_{I,VIS}$ .



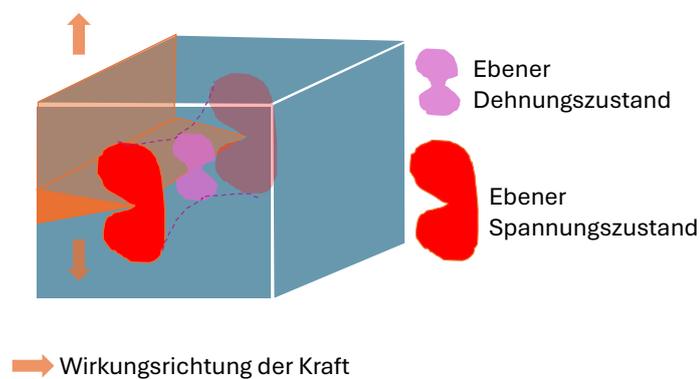
**Abbildung 2.16:** Rechnergestützte schematische Abbildung einer bruchmechanischen Probe unter Modus I Belastung. Die runden Ausschnitte wurden für die in der vorliegenden Arbeit verwendete Methode eingebracht. Die initial eingebrachte Delamination erfolgte durch eine Trennfolie in der Mittelebene des Laminates.

**Tabelle 2.5:** Maßtechnische Anforderungen an eine bruchmechanische Probe unter Modus I Belastung

Art	Bezeichnung	ASTM D 5528-01 [84] [mm]	In dieser Arbeit verwendet [mm]
L_3	Gesamtlänge	> 125	160
L_4	Länge Delamination	$50 + 1/2 \times \text{Breite}$ Lasteinleitungselement	60
L_5	Initialrisslänge	50	57
b_1	Breite	20 - 25	20
h	Dicke	3 - 5	$3.2 \pm 0.02$

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

Den Berechnungen beider Normen liegt die klassische Balkentheorie zugrunde, wodurch die Voraussetzung zur Bestimmung der Bruchzähigkeit einen Ebenen Dehnungszustand (kurz: EDZ) erfordert. Zur Validierung einer Prüfung und einer Prüfvorrichtung kann der EDZ optisch durch eine Verteilung der Scherspannungen/-winkel an der Risspitze (vgl. Abbildung 2.17) mithilfe der 3D-Bildkorrelation nachgewiesen werden. Geometrisch ähnelt die Verteilung einem „Hundeknochen“ (engl. Dog-Bone) und wird beispielsweise in dem Buch von Bargel detaillierter beschrieben [90]. Eine physikalische und mathematisch detaillierte Heranführung an die geschätzte Form der plastischen und elastischen Zustände, auch für die weiteren Belastungsmodi, ist in dem Buch von Anderson [91] gegeben.



**Abbildung 2.17:** Schematische Abbildung von Dehnungs- und Spannungszustand innerhalb einer Modus I Probe an der Risspitze. Angelehnt an [91].

### 2.4.3 Modus II Energiefreisetzungsrate

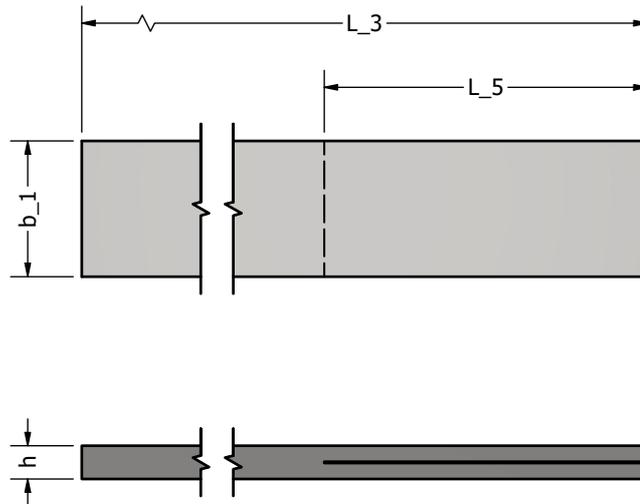
Als standardisiertes Prüfverfahren für eine Modus II Belastung von unidirektionalen FVK-Prüfkörper hat sich der Biegeversuch mit an einem Ende gekerbter Probe (engl. End-Notched-Flexure-Test) etabliert. Der gewünschte Delaminationsmodus wird durch eine Drei-Punkt-Biegung eingebracht. Dabei wird der Prüfkörper, analog zum Modus I Prüfkörper, mit einer Trennfolie in der Symmetrie-/Mittlebene hergestellt. Infolge der Durchbiegung der Probe durch eine Druckfinne parallel zur Rissfront, wird die obere Hälfte der Probe auf Druck, die untere Hälfte auf Zug belastet. Entlang einer unbelasteten neutralen Faser in der Symmetrie-/Mittlebene des Prüfkörpers wird sich die Belastungsart umkehren, wodurch sich eine Schubbelastung entlang dieser Ebene einstellt. Oberer und unterer Probenarm scheren demnach aneinander ab.

Anhand der ASTM D 7905 [92] wird eine Initialrisslänge  $a_0$  von mindestens 45 mm mit einem anschließenden rissfreien Bereich von mindestens 115 mm gefordert. Dabei beträgt

## 2.4 Anforderungen der bruchmechanischen Werkstoffprüfung

die freie Länge zwischen den Auflagern  $2 \times L$  der Drei-Punkt-Biegevorrichtung nominal 100 mm. Die Breite  $b$  des Prüfkörpers wird mit einem Wert zwischen 19 mm und 26 mm bei einer Gesamtdicke von 3,4 mm bis 4,7 mm empfohlen. Durch entsprechende Vorversuche kann die Probengeometrie variiert werden. Weitere Rahmenbedingungen zur Anwendung der Norm ergeben sich aus der Materialhärte und der Radien der Auflagere und Druckfinne. Für die Auflagere wird ein Radius von 3 mm bis 6,4 mm und für die Druckfinne ein Radius von 4,4 mm bis 9,7 mm beschrieben. Als Härte der Elemente wird 60 HRC bis 62 HRC gefordert. Zur Berechnung des Kennwertes der Energiefreisetzungsrates  $G_{IIc}$  nach den Möglichkeiten in ASTM D 7905 wird die aufgebrachte Kraft  $F$  in Abhängigkeit der Durchbiegung des Prüfkörpers benötigt [92]. Die Bestimmung der Energiefreisetzungsrates ist dabei angelehnt an die Arbeiten von Davidson et al. [93, 94] und erfordern eine Korrektur basierend auf der Nachgiebigkeit der Probe. Während bei Prüfungen unter Modus I Belastung vorwiegend ein stabiles Risswachstum beobachtet werden konnte, ist das Risswachstum bei ENF-Versuchen zumeist durch ein instabiles Risswachstum gekennzeichnet [95]. Hierdurch kann die Ermittlung des Rissfortschrittes nach einem abrupten Abfall der Kraft-Durchbiegung-Kurve erfolgen. Zur Bestimmung der kritischen Energiefreisetzungsrates  $G_{IIc}$  bei instabilem Risswachstum ist somit die Kenntnis der kritischen Kraft  $F_c$  und die Durchbiegung des Balkens erforderlich. Jedoch muss hierbei im Speziellen ein Rissfortschritt bei  $F_c < F_{max}$  berücksichtigt werden. Dieses Phänomen konnte durch die Anwendung von Bildkorrelation in den Arbeiten von Monden [95] gezeigt werden.

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren



**Abbildung 2.18:** Rechnergestützte schematische Abbildung einer bruchmechanischen Probe unter Modus II Belastung,

**Tabelle 2.6:** Maßtechnische Anforderungen an eine bruchmechanische Probe unter Modus II Belastung

Art	Bezeichnung	ASTM D 7905-14 [92] [mm]	In dieser Arbeit verwendet [mm]
L_3	Gesamtlänge	> 115	160
L_5	Initialrisslänge	$\gtrsim$ 45	57
b_1	Breite	19 - 26	20
h	Dicke	3.4 - 4.7	$3.2 \pm 0.02$

## 2.5 Anpassung der Prüfvorrichtungen an kryogene Bedingungen

Gängige Prüfvorrichtungen, beschrieben in diversen Normen, sind nur in geringem Maße bei kryogenen Umgebungsbedingungen anwendbar. In speziellen Vorrichtungen mit pneumatischen und hydraulischen Aktuatoren tendieren mit tieferen Temperaturen zu einem Ausfall durch Erhöhung der Viskosität des Betriebsmittels und der Änderung des Aggregatzustandes. Daher sind Probenhalterungen und deren Klemmprinzip für derartige Anwendungen grundsätzlich auf mechanische Konzepte beschränkt. Beispielsweise die für den Zugversuch weit verbreiteten Keilspannzeuge (engl. Body over Wedge), die zunächst durch eine Schraubkappe geklemmt werden, können die Klemmung der Probe während der Prüfung durch das relative Gleiten der Elemente in einem konischen Ausschnitt im Werkzeug aufrechterhalten. Dieses Prinzip birgt jedoch auch die Gefahr des Herausrutschens der Probe aus den Prüfklemmen, sollte sich eine erhöhte Reibung oder gar Haftung zwischen den Gleitelementen und dem konischen Ausschnitt einstellen [96]. Dies kann durchaus infolge thermischen Verzuges und dem Verfestigen von Fetten und Feuchtigkeit auftreten. Die Art der Einspannung bei kryogenen Temperaturen ist somit entscheidend für den Erfolg der kryogenen Werkstoffprüfung. Aus diesem Grund wird in der Arbeit auf mechanische Aktuatoren zurückgegriffen. Während bei einem Probenwechsel standardisierte Vorrichtungen lediglich den Wechsel der Probe vorsehen, wird bei den hier dargestellten Designs die funktionalen Teile der Klemmung ebenfalls gewechselt. Sowohl die Probe als auch das Klemmprinzip werden zunächst separat von den kryogenen Bedingungen und dem Prüfraum angepasst und justiert. Da die Klemmung so stets bei Raumtemperatur eingebaut wird, reduzieren sich so die Herausforderungen, die durch kondensierende und fest werdende Bestandteile der Luft entstehen. Der funktionelle Part wird anschließend unter kontrollierten kryogenen Bedingungen abgekühlt. Die angepassten Probenhalter sind in diesem Abschnitt schematisch und entsprechend kurz als Überblick dargestellt. Sie erweitern das Verständnis zur Festlegung der Probengeometrie. Eine detaillierte Beschreibung der Probenhalter und deren Anwendung erfolgt in Kapitel 4.

### 2.5.1 Werkstoffauswahl

Alle folgend dargestellten Probenhalter für quasi-statische Prüfvorrichtungen wurden zur Validierung und Eignungsprüfung bei Standard-Raumbedingungen und im Bad aus flüssigem Stickstoff zuerst aus Stahl 1.4401 bis 1.4404 gefertigt. Standard-Raumbedingungen beschrieben hierbei einen Raum mit 293,15 K Temperatur und einer relativen Luftfeuchte

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

von 50 % bei gängiger Luftzusammensetzung nach europäischer und internationaler Norm EN ISO 291 [97]. Da im Kryostaten den Probenhaltern auch die funktionelle Aufgabe der Wärmeleitung zukommt, wurde der Werkstoff auf eine Kupfer-Beryllium-Legierung geändert. Alle im Folgenden beschriebenen Bauteile aus Kupfer-Beryllium bestanden aus der Legierung Kupfer mit 2 % Beryllium (2.1247 [98], CW101C[99]). Diese wird folgend unter der Werkstoffbezeichnung nach europäischer Norm als CuBe2 beschrieben [99]. Eine Übersicht über die Anwendbarkeit, Normbezeichnung und grundlegende Vergleichsarten charakteristischer Größen von Kupfer und dessen Legierungen findet sich in den Unterlagen des Deutschen Kupfer Institutes [100]. Das Material wurde im Bearbeitungszustand bis R680 bearbeitet und anschließend für 2 Stunden bei 325 °C ausgehärtet [101]. Wesentliche Bauteile der bruchmechanischen Prüfvorrichtungen bestehen ebenfalls aus CuBe2. Abweichungen sind an gegebener Stelle in Kapitel 4 beschrieben.

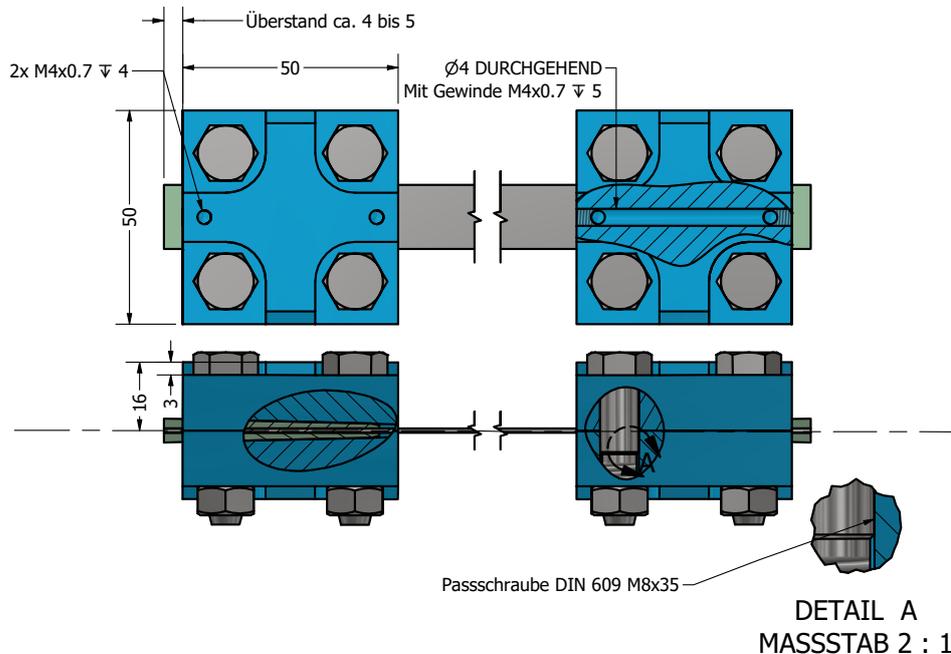
### 2.5.2 Zugprüfvorrichtung

Angewandt auf kryogene Temperaturen ergeben sich Einschränkungen durch die Verwendung der mit der Probe verklebten quaderförmigen Lasteinleitungselementen aus FVK in Kombination mit den vorgeschriebenen Klemmsystemen basierend auf mechanischen, pneumatischen oder hydraulischen Aktuatoren. Zudem neigen die Bestandteile der Probe (Probenwerkstoff, Klebstoff dem Werkstoff der Verstärkungselemente) aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten sich voneinander zu lösen [96]. Um eine höhere Zuverlässigkeit zu erreichen, verwendeten Kumagai et al. [68] daher keilförmige Lasteinleitungselemente, womit Spannungsüberhöhungen entlang der Kanten reduziert wurden. Hierauf basiert im Wesentlichen die in der vorliegenden Arbeit verwendete Zugprüfvorrichtung. Es werden keilförmigen Lasteinleitungselemente aus Aluminium verwendet, welche während der Prüfung in den dynamischen Probenhalter gezogen werden. Dies unterscheidet sich zu den Arbeiten von Kumagai et al., welche mit einer festen Fixierung arbeiteten. Unter der sich ergebenden Lasteinwirkung der dynamischen Fixierung wird das Aluminium sowohl elastisch als auch plastisch deformiert, wodurch sich das Aluminium an die Kontur des Probenhalters anfügt und eine ausreichende Klemmung der Probe bewerkstelligt. In diesem Zusammenhang wurde eine naturharte Aluminiumlegierung der Art nach EN AW 5754 gewählt [69].

Der Probenhalter besteht aus insgesamt vier Platten, zwei pro Seite der Probe. Die freie Prüflänge der Probe betrug 150 mm, zusätzlich mit je 50 mm für die Aluminiumkeile pro Seite. Zwei Platten pro Seite umschließen die Aluminiumkeile und sind durch vier Passschrauben miteinander verbunden und bilden den funktionellen Teil der dynamischen

## 2.5 Anpassung der Prüfvorrichtungen an kryogene Bedingungen

Klemmung. Die mit der Probe verklebten Aluminiumkeile sind mit einer solchen Geometrie gefertigt, dass sie beim Einsetzen der Probe einige Millimeter aus dem Probenhalter herausragten (vgl. Abbildung 2.19). Mit zunehmender Last erweitert sich so die Klemmfläche, wodurch idealerweise bei Kraftmaximum die maximale Klemmfläche zur Verfügung steht.

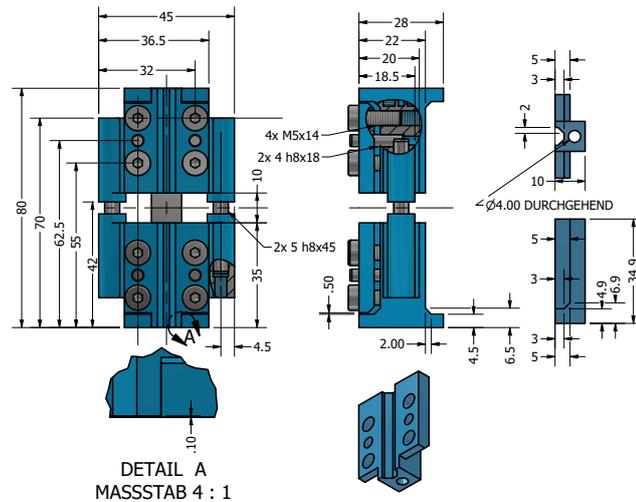


**Abbildung 2.19:** Rechnergestützte schematische Abbildung einer in die Probenhalter eingespannten Zugprobe. Die Probenhalter in blau besitzen Anschlussstellen (Gewinde) für Temperatursensoren, als auch für die thermische Ankopplung eines Kupfergewebes zum Kühlen der Probe. Die Passschrauben ermöglichen eine genaue Ausrichtung der Platten der Probenhalter.

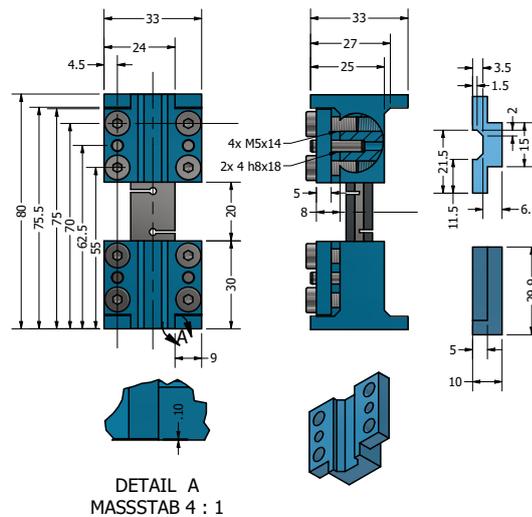
### 2.5.3 Druck- und Schubprüfvorrichtung

Die grundlegende Probengeometrie der Druck- und Schubproben, nach ASTM D 6641 für Druck und ASTM D 3846 für Schub [73, 80], wurde in dieser Arbeit beibehalten. Jedoch sind beide Geometrien auf eine Gesamtlänge von 80 mm, anders als von den jeweiligen Normen gefordert, reduziert. Dabei wird, vor allem der Druckprüfung, ein homogener Spannungszustand vorausgesetzt, welcher in dieser Arbeit durch die Begleitung der Prüfung mithilfe der 3D-Bidkorrelation nachgewiesen wird. Dennoch folgt die Geometrie der Druckprobe den Anforderungen der Norm in Formel (2.1) bis Formel (2.3).

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren



**Abbildung 2.20:** Rechnergestützte schematische Abbildung einer in die Probenhalter eingespannten Druckprobe. Die Probenhalter in blau besitzen Anschlussstellen (Gewinde) für Temperatursensoren. Passbolzen an den Seiten verhindern ein Knicken der Prüfvorrichtung.



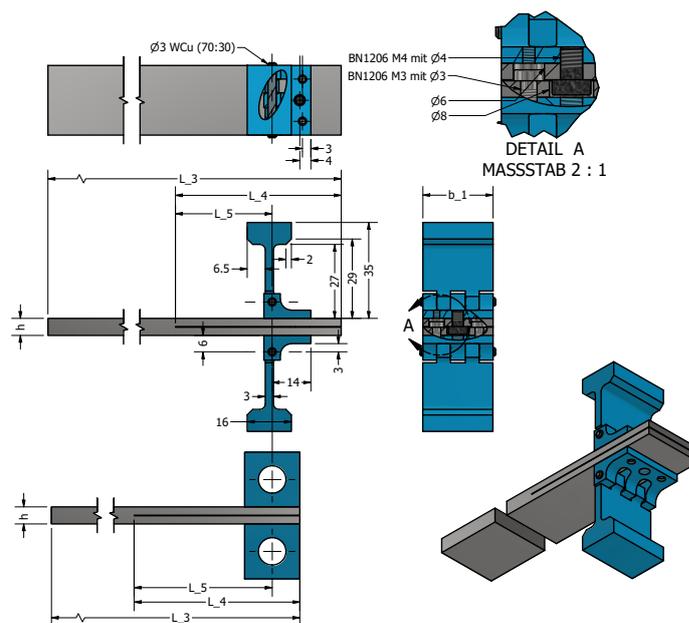
**Abbildung 2.21:** Rechnergestützte schematische Abbildung von in die Probenhalter eingespannten Schubproben. Die Probenhalter in blau besitzen Anschlussstellen (Gewinde) für Temperatursensoren.

## 2.5 Anpassung der Prüfvorrichtungen an kryogene Bedingungen

Sowohl die Druckprüfvorrichtung, als auch die Schubprüfvorrichtung, sind angelehnt an das Prinzip der kombinierten Lasteinleitung. Also eine Lasteinleitung über die Stirn- und Seitenflächen der Probe beziehungsweise der Lasteinleitungselemente. Die präparierten Proben werden im Probenhalter über eine aufgeschraubte Klemmplatte fixiert, wodurch gleichzeitig die Klemmung zur Lasteinleitung über die Seitenfläche umgesetzt wird. Die hohe Belastung bei einer Druckprüfung erforderte zudem das Einbringen von Führungsstiften in die Prüfvorrichtung, um die Bewegung der Probenhälften zueinander symmetrisch zu halten.

### 2.5.4 Bruchmechanische Prüfvorrichtung

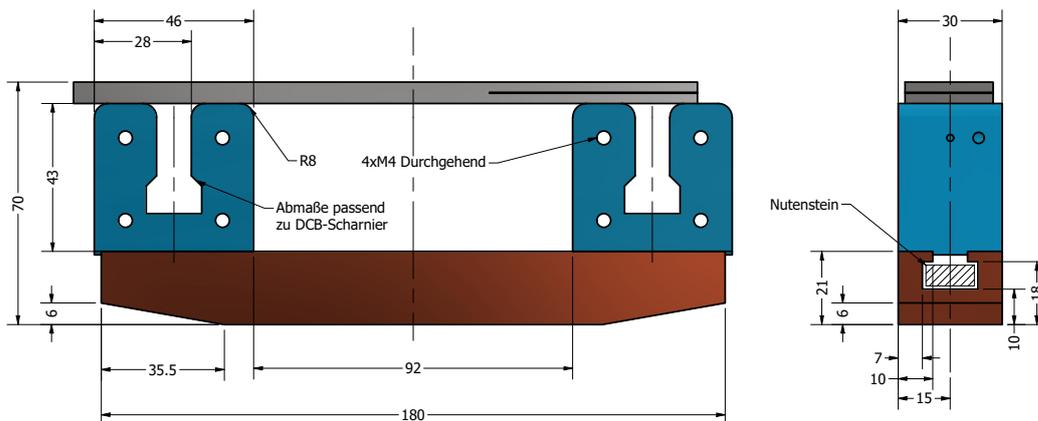
Grundsätzlich beschreiben die Normen für die Rissöffnungsprüfung unter Modus I Belastung zwei Möglichkeiten, um die Last in eine Probe einzuleiten. Einerseits über Lasteinleitungsblöcke und dem Durchtrieb eines Bolzens durch eine geeignete Bohrung, andererseits über Scharniere mit wesentlich kleineren Bolzen.



**Abbildung 2.22:** Computergestützte schematische Abbildung einer Probe versehen mit Lasteinleitungselementen für die Rissöffnungsprüfung unter Modus I Belastung. Dabei sind die Lasteinleitungselemente in blau dargestellt. Die in dieser Arbeit verwendeten Scharniere stehen dabei im Vergleich zu den in der Norm ASTM D 5528 beschriebenen Lastblöcken (unten-links). Die Kenntnis der Maße der Lasteinleitungselemente ist für die rechnerische Auswertung nötig [84].

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

Beide Methoden sind somit drehbar gelagert, durch die Mitte der jeweiligen Bolzen verläuft die Lastachse. Jedoch werden in den Normen beide Arten von Lasteinleitungselementen mit der Probe verklebt, was wesentliche Nachteile mit tieferen Temperaturen mit sich bringt. Der Grund dafür ist, dass die überwiegende Mehrheit der Polymermoleküle dazu neigt, bei ultratiefen Temperaturen eingefroren zu werden, wodurch ihre Beweglichkeit stark eingeschränkt wird, was den Aufbau der Klebstoff-Matrix-Grenzfläche und die gegenseitigen Wechselwirkungen erheblich behindert [102]. Zudem führen die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Werkstoffe von Probe, Klebstoff und Lasteinleitungselement zu einer mechanischen Belastung der Verbindung. In Kombination mit einer zunehmend höheren Steifigkeit des Polymers des Klebstoffes und einer Schälbelastung infolge der Lasteinleitung, kann dies zu einem vorzeitigen Versagen der Klebeverbindung führen [103]. Das in dieser Arbeit verwendete Konzept, dargestellt in Abbildung 2.22 basiert daher auf Schraubverbindungen. Diese Methode zur Verbindung der Lasteinleitungselemente zeigte sich in den Versuchen von Melcher et al. [55] als vielversprechend. Melchior et al. untersuchten FVKs unter Modus I Belastung bei kryogenen Temperaturen in einer modifizierten Klimakammer. Dabei verwendeten Sie modifizierte Lasteinleitungsblöcke bei denen die einzelnen Probenarme der Probe und die jeweiligen Blöcke miteinander verbunden werden. Der Aufbau zur Rissöffnungsprüfung unter Modus II Belastung, dargestellt in Abbildung 2.23 folgt den grundsätzlichen Bedingungen der Norm ASTM D 7905 [92]. Das Auflager ist entsprechend des Drei-Punkt-Biegeversuches im geforderten Radius von 5 mm abgerundet, jedoch nicht drehbar gelagert um die Zuverlässigkeit und Funktionsfähigkeit der Prüfvorrichtung auch nach einem Probenwechsel zu aufrechtzuerhalten. Speziell die Lagerung der drehbaren Auflager wird durch die bereits erwähnten Vorgänge mit Kondensatbildung beeinflusst.



**Abbildung 2.23:** Computergestützte schematische Abbildung einer Probe für die Rissöffnungsprüfung unter Modus II Belastung. Die Probe liegt dabei auf den Auflagern in blau auf. Die Auflager sind über einen Nutenstein mit der T-Nut-Schiene in Orange an der gewünschten Position fixiert. Die Auflager besitzen Anschlussstellen (Gewinde) für Temperatur- und Schallemissionsensoren. T-Nut-Schiene und Auflager werden auch für die Rissöffnungsprüfung unter Modus I Belastung verwendet, dabei befindet sich das Scharnier in der Aussparung der Auflager. Der Aufbau entspricht der Norm ASTM D 5528 [84].

## 2.6 Anwendung der 3D-Bildkorrelation

Die standardisierten Prüfmethode gemäß den jeweiligen Normen erfordern zur Bestimmung der charakteristischen Werkstoffkennwerte in der Regel die primären Messdaten Kraft und Weg bzw. Kraft und Dehnung. Diese Daten sind grundlegende Maschinendaten, die sowohl vor als auch während der Prüfung parametrisiert werden können, sodass die Prüfung sowohl kraft- und weggeregelt als auch spannungs- und dehnungsgeregelt durchgeführt werden kann. Zur Minimierung des Einflusses des Prüfaufbaus wird in den gängigen Normen die Verwendung von Dehnungsmessstreifen in der Interessenszone des Prüfkörpers vorgeschrieben. Diese messen einen Mittelwert der Dehnung, da sie einen bestimmten Flächenbereich der Prüffläche abdecken. Dehnungsmessstreifen sind jedoch nur bedingt in der Lage, die Dehnungsverteilung in der Probe exakt wiederzugeben. Sie geben lediglich lokale Werte wieder, wodurch valide Interpretation der Prüfung eingeschränkt wird. Eine präzise Lokalisierung von Schädigungen vor dem Bruch der Probe sowie deren Eingruppierung in einen Schädigungsmodus ist mit Dehnungsmessstreifen kaum zuverlässig möglich. Eine valide Werkstoffcharakterisierung erfordert jedoch die genaue Kenntnis des Dehnungs- und Verzerrungszustands. In diesem Zusammenhang hat sich die 3D-Bildkorrelation als fortschrittliche Messtechnik etabliert.

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

In diesem Kapitel wird die Eignung der 3D-Bildkorrelation als Ersatz für Maschinendaten und kontaktbasierte Systeme zur Dehnungsmessung sowie die damit verbundenen Herausforderungen bei der Anwendung in Kryostaten erläutert.

### 2.6.1 Funktionsweise

In der 3D-Bildkorrelation wird die Probenoberfläche in überlappende Facetten unterteilt. Die Facettengröße bewegt sich im Bereich weniger Pixel entsprechend der Pixelgröße des optischen Sensors. Eine Facette, deren Größe im System zur Berechnung von Verschiebungen angepasst werden kann, resultiert dabei als kontrastreiches Element eines aufgetragenen statistischen Musters (engl. Speckle-Pattern, folgend als Pattern bezeichnet). Ein Kamerasystem definiert hier unter Anwendung einer Korrelationssoftware diese kontrastreichen Elemente entsprechend als Facetten. Dabei grenzen sich die schwarzen Punkte durch ihren Graustufen-Kontrast vom weißen Untergrund ab. In dieser Arbeit wurde ein monochromes Kamerasystem in Kombination mit einem Schwarz-Weiß-Pattern verwendet, wobei Weiß als Untergrund dient.

Die 3D-Bildkorrelation ermöglicht eine vollflächige Bestimmung von Verschiebungen und Verformungen auf der mit einem Pattern versehenen Probenoberfläche. Dabei kann die Ortsauflösung durch den Abstand der Facetten zueinander angepasst werden, was im Vergleich zu kontaktbasierten Extensometern und Dehnungsmessstreifen eine signifikant höhere Präzision bietet. Dieses Verfahren löst die Problematik der Punkt- und Flächenmittelmessungen, da die Verteilung des Verschiebungs- und Verformungszustands zwischen den Facettenpunkten quantitativ dargestellt werden kann. Hierdurch wird nicht nur der Dehnungs- und Verzerrungszustand der Probenoberfläche erfasst, sondern auch eine valide Prüfung gewährleistet. Dies umfasst unter anderem Scherungen entlang einer Laminebene und dreidimensionale räumliche Verschiebungen. Somit bietet die 3D-Bildkorrelation eine Grundlage für die Validierung neuartiger Methoden zur Ermittlung von Werkstoffkennwerten unter gezielter mechanischer Beanspruchung und erlaubt Rückschlüsse auf die Verlässlichkeit der gewonnenen Mess- und Kennwerte. Jedoch ist der optische Zugang zur Probenoberfläche und dem Interessensgebiet eine wesentliche Voraussetzung zur Anwendung der Messtechnik, welcher durch massive Prüfvorrichtungen erschwert wird.

In der 3D-Bildkorrelation werden mithilfe eines stereoskopischen Kamerasystems die in Facetten unterteilten Bilder der beiden Kameras korreliert. Die Kameras sind in unterschiedlichen Perspektiven zueinander ausgerichtet und kalibriert, um den Ursprungszustand

der Probe aufzunehmen. Dadurch wird die exakte Position jeder Facette im Raum definiert. Die stereotypische Anordnung der beiden Kameras der 3D-Bildkorrelation ermöglichen so die dreidimensionale Vermessung von Punkten und Oberflächen sowie deren Beobachtung während einer Belastung. Durch die Kalibrierung des Systems lassen sich die räumlichen Koordinaten eines Punktes oder einer Facette aus den Bildpositionen der beiden Kameras rekonstruieren. Dabei ist die Voraussetzung, dass sich die einzelnen Punkte und Facetten im jeweils anderen Bild in Position und Geometrie wiederfinden. Durch lokale Überbelichtungen, Reflektionen und optische Faktoren wie Linsenverzerrung, Kamerapositionierung, sowie die falsche Zuordnung von Bildpunkten oder numerische Ungenauigkeiten können dazu beitragen, dass sich vereinzelt Facetten oder Bereich nicht mehr in den Abbildungen der Kameras schneiden. Diese sogenannte Einschneideabweichung bezeichnet in der Bildverarbeitung den Fehler, der bei der Rekonstruktion von 3D-Koordinaten auftritt, wenn sich die Abbildungsbereiche nicht genau in einem Punkt schneiden, wie es theoretisch erwartet wird [104, 105]. Das Verfahren der Kalibrierung dient hierbei der Erstellung eines präzisen mathematischen Modells des Systems zur Bildgebung, das für genaue dreidimensionale Messungen unerlässlich ist [106]. Ein sich überschneidender Fokuspunkt beider Kamerasysteme fördert hierbei eine geringere Einschneideabweichung. Die Verwendung von Polarisationsfiltern auf der Lichtquelle sowie des Kamerasystems erhöht den Kontrast und verringert Weißpunkte infolge von Reflektionen und Interferenzen von Lichtquellen. Eine detaillierte Beschreibung der Messtechnik ist beispielsweise in dem Buch von Sutton sowie in dem Buch von Sause zu finden [107, 108].

### 2.6.2 Herausforderungen

Die 3D-Bildkorrelation stellt in vielen Bereichen der Materialwissenschaft und mechanischen Analyse ein zentrales Verfahren zur Untersuchung von Verformungen und Bewegungen, Dehnungen und Verzerrungen dar. Dennoch sind insbesondere die Lichtbrechung und die damit verbundenen physikalischen Effekte häufig problematische Faktoren, die die Genauigkeit und Verlässlichkeit der Ergebnisse einschränken. Eine wesentliche Herausforderung ergibt sich aus der Differenz zwischen Einfallswinkel und Brechungswinkel, die Abweichungen zwischen der realen Position von Facetten und deren Abbildung durch die 3D-Bildkorrelation verursacht. In den Arbeiten von Su et al. [109] werden diese potenziellen Abweichungen anschaulich betrachtet. Sie verwendeten eine sphärische Geometrie innerhalb eines Wasserbeckens und betrachtete diese mithilfe der 3D-Bildkorrelation. Ein entscheidender Aspekt war der optische Zugang durch eine Glasscheibe, die nicht parallel zu den Kameralinsen, sondern senkrecht zum Mittelpunkt / zur Symmetrieachse der Kugel

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

angeordnet war. Sie stand somit nicht parallel zu den jeweiligen Kameralinsen. Die durch Lichtbrechung bedingten Abweichungen wurden nachträglich durch eine Datenbearbeitung korrigiert. Hierbei wurde der optische Einfluss der Medien berücksichtigt, insbesondere durch die Verwendung einer Reverse-Raytracing-Methode, die Verschiebungen des Strahlengangs nach dem Snelliusschen Brechungsgesetz vorhersagte und in die Datenrückrechnung einfließen ließ. Bewegungen von bis zu 1 mm außerhalb der Ebene konnten so mit einem Fehler von maximal 1 % dargestellt werden. Eine Anwendung der Methode auf Dehnungen und Verzerrungen erfolgte jedoch nicht.

Eine alternative Herangehensweise wurde von Genovese et al. vorgestellt [110]. Sie entwickelten ein Kalibrierungsmodell, bei dem ein regelmäßiges Muster sowohl in Wasser als auch in Luft aufgenommen wurde. Zunächst wurde das Kalibriermodell im Wasser verwendet, um die Kameras zu kalibrieren und die Verzerrungen durch Refraktion des Lichtes zu erfassen. Danach wurde der Kalibrierungsrahmen in der Luft aufgenommen, um die Kamerapositionen zu bestimmen. Durch den Vergleich der 3D-Rekonstruktionen konnten pixelweise Verzerrungsfunktionen ermittelt und angewendet werden. Diese Art der Rekonstruktion verbesserte die Genauigkeit der 3D-Bildkorrelation zur Aufnahme einer quasi-zylindrischen Probe. Über quasi-statische mechanische Tests wurden so spezifische Werte für die Dehnungen in den Hauptdehnungsrichtungen angegeben, um das mechanische Verhalten von Arterien zu charakterisieren. Die Genauigkeit einer Dehnungsmessung wird mit  $0,18 \pm 0,06$  % angegeben. Somit kann die tatsächliche Dehnung etwa 33 % abweichen. Die größten Fehler entstanden an den Übergangsbereichen der vier symmetrisch angeordneten Kameras über ein Multi-Bi-Prismensystem, um eine 360° Aufnahme zu erzeugen. Da die automatische Tessellation überlappender Punkte dreieckige Facetten mit ungünstigen Seitenverhältnissen erzeugte, wurde die Dehnungsberechnung an hier beeinträchtigt. Die Fehler sind jedoch an den Übergängen zwischen den verschiedenen Ansichten lokalisierbar.

Ein vielversprechender Ansatz zur Reduktion von Fehlerquellen ist die Verwendung bilateraler telezentrischer Linsen, Spiegel oder Bi-Prismen, die den Einsatz von lediglich einer Kamera ermöglichen [111, 112, 113]. Dies reduziert den Aufwand für die Synchronisierung und Kalibrierung zweier Kamerasysteme. Die Verwendung von lediglich einer Kamera bietet einige Vorteile, speziell in der Hochgeschwindigkeitsmessung, aber auch in der Genauigkeit der Rekonstruktion von Probenoberflächen. Während die bereits erwähnten Arbeiten von Su et al. [109] mithilfe der Reverse-Raytracing-Methode vielversprechende Ergebnisse liefert, ist die Kenntnis der genauen Position der Kameras, des optischen Zugang und der Probe von wesentlicher Bedeutung. Auch Genovese et al. [110] benötigen eine

genaue Kenntnis der Positionen der einzelnen Komponenten der Bildkorrelation. Systeme mit einer Kamera reduzieren den Fehlereinfluss aufgrund der Ungenauigkeiten bei der Bestimmung der Positionierung von Komponenten der 3D-Bildkorrelation. Chen et al. [114] zeigten, dass mit einer bilateralen telezentrischen Linse und einem Bi-Prisma pseudo-stereoskopische Bilder erstellt werden können. Mithilfe des Snelliussches Brechungsgesetz konnte die Oberfläche ohne die Notwendigkeit einer Stereo-Kalibrierung rekonstruiert werden. Zudem zeigte sich das System robust gegen Wasserfluktuationen. Das verwendete Bi-Prisma lag auf der Wasseroberfläche. In diesem Kontext der mechanischen Prüfung von Werkstoffen bei verschiedenen Temperaturen stellt die Bewegung von Materie eine weitere Herausforderung dar. Der Einfluss von Konvektionsströmungen wurde von Jones et al. [115] untersucht, die Konvektionswellen zwischen Kamera und Probe erzeugten. Diese führten zu signifikantem Rauschen in den Abbildungen der 3D-Bildkorrelation, das bis zu 0,5 % der Dehnung ausmachte. Die Einflüsse eines bewegten Mediums auf den Strahlengang quantitativ zu beschreiben ist jedoch derart spezifisch, dass es nur wenige weitere Veröffentlichungen hierzu gibt.

Das Review von Pan et al. [111] verglich verschiedene Methoden, darunter Bi-Prismen, Spiegel und Beugungsgitter, sowie die Separierung von Farben in Farbkameras. Hierbei zeigte sich die Kalibrierung von Biprismen (ausgenommen die bereits erwähnte kalibrierfreie Methode von Chen [114]) als besonders herausfordernd, während Spiegelkonfigurationen mit werksseitig vorgegebenen Kalibrierverfahren der Bildkorrelation präzise Ergebnisse lieferten.

Die vorliegenden Methoden sind vielversprechend, doch die Implementierung in spezifische Systeme wie Kryostaten wird an dieser herausfordernd angenommen. Eine exakte Positionierung der Kameras zur Probe durch einen geschlossenen Behälter wurde in den dargestellten Arbeiten nicht umgesetzt, die Positionierung der Proben und der Kameras unterstand zudem keiner Variation und lässt keine Bewertung der Reproduzierbarkeit zu. Zudem sind die für die Arbeit äußerst relevanten Messungen zur Verzerrung und Deformation in den beschriebenen Arbeiten vorab durch ein Verhaltensmodell evaluiert worden. Zur Rekonstruktion der Abbildungen sowie der Validierung der Korrekturen stand also ein Materialmodell zur Verfügung. Es müsste also für die vorliegende Arbeit zuvor ein Materialmodell für die variablen bis kryogenen Temperaturen erstellt werden. Jedoch zeigt sich zusammengefasst in den Reviews von Hohe et al. und Sápi et al. [29, 22], welche zusammen auf eine Datenlage von rund 150 Veröffentlichungen zurückgreifen, für kryogene Temperaturen widersprüchliche Ergebnisse im Materialverhalten. Es wird zudem

## 2 Grundlagen und Prüfverfahren

von keinem interpolierbaren oder linearen Materialverhalten in Bezug auf Steifigkeit und Festigkeit berichtet. Die Arbeiten zeigen eine starke Abhängigkeit der Ergebnisse, ob eine höhere oder niedrigere Festigkeit sowie Steifigkeit zu erwarten ist, von der Faser zu Matrix Kombination. Die Faseranhaftung, die Entstehung von Mikrorissen und die Tendenz bei niedrigen Temperaturen ein matrixdominierendes Versagen zu erhalten sind wesentliche Punkte. Im Rahmen dessen existieren viele Möglichkeiten der Verarbeitung eines Harzes, der Behandlung von Kohlenstofffasern sowie den Konditionierungsbedingungen der Prüf- und Lagerräume. Defakto beeinflusst der gesamte Herstellungsprozess bis zur Prüfung das Material und es benötigt vorangegangene empirische Daten, um eine Faser-Matrix-Kombination zu modellieren.

Su et al. [116] begegneten der Herausforderung zur Erstellung eines Materialmodells für temperaturvariable Bedingungen in einem Hochtemperaturofen. Sie erstellen für Ihren Aufbau ein Korrekturmodell basierend auf dem Snelliussches Brechungsgesetz ohne hierbei die Deformation des Materials vorhersagen zu können. Die Probe im Hochtemperaturofen wurde mittels einer Kamera zur 2D-Bildkorrelation durch Sichtfenster aus Quarzglas beobachtet. Bei verschiedenen Temperaturen wurde sowohl eine Aufnahme durch das Sichtfenster, als auch ohne Sichtfenster erstellt. Das Sichtfenster konnte entfernt werden, ohne die Proben temperatur bis zur Aufnahme des Bildes wesentlich zu beeinflussen. Hierbei handelte es sich um eine Probe basierend auf Eisenmetall. Ein Einfluss von Konvektion wurde nicht auf das Korrekturmodell übertragen, das damit verbundene Rauschen nicht dargestellt. Darüber hinaus wird hier der thermische Einfluss auf die optischen Eigenschaften des Sichtfensters begegnet. Für die Anwendung im in dieser Arbeit verwendetem Kryostaten in Kombination mit einer 3D-Bildkorrelation erscheint dieses Verfahren weiterhin nicht geeignet. Das Kryostat steht und Hoch- bis Ultrahochvakuum, aufgrund der Kryopumpe. Der vergleichsweise hohe Eintrag von Wärme aufgrund des Zusammenbruchs des Vakuums, als auch die Kondensation und Verfestigung der Bestandteile einströmender Luft verringert die Verlässlichkeit und Reproduzierbarkeit der Messwerte. Dabei wird der Einfluss auf die Messwerte als signifikant und nicht korrigierbar angenommen.

Gupta et al. [117, 118, 119, 120, 121] zeigten hingegen, dass eine präzise 3D-Bildkorrelation auch in geschlossenen Behältern möglich ist. Sie führten Unterwasser-Implosionsversuche an zylindrischen Schalen durch und erreichten eine Genauigkeit der Verschiebungsmessung von weniger als 3 % bei Bewegungen außerhalb der Ebene und auf weniger als 1,2 % bei Bewegungen innerhalb der Ebene. Diese Werte wurden auf der Grundlage einer vorherigen Kalibrierung in einem mit Wasser gefüllten Bad ermittelt. Voraussetzung für diesen Ansatz

## *2.6 Anwendung der 3D-Bildkorrelation*

ist die Verwendung von flachen Sichtfenstern. Bei Ihrem Ansatz sind die Kameraachsen mit der Oberflächennormalen jedes flachen Sichtfensters zu den stereotypisch angeordneten Kameras der 3D-Bildkorrelation ausgerichtet. Darüber hinaus ähnelt der Aufbau und die Verwendung des Systems von Gupta et al. des in dieser Arbeit verwendeten Kryostaten. Die Messungen von Gupta et al. wurde in weiteren Arbeiten verifiziert. Dieser Ansatz zeigt sich für die Messung im Rahmen der vorliegenden Arbeit als vielversprechend.

Die Verwendung einer 3D-Bildkorrelation in Kombination mit einer Klimakammer ist selten und im Rahmen der kryogenen Werkstoffprüfung mit weiteren als den bereits dargestellten Herausforderungen verbunden. Eine davon ist, dass die Materialoberfläche bei kryogenen Temperaturen aufgrund der extremen Umgebung beeinträchtigt werden und zum Verlust des für die Analyse erforderlichen Patterns führen kann.

## 3 Material und Probenpräparation

Dieses Kapitel beschreibt das für diese Arbeit verwendete CFK und den Laminataufbau. Während die Probengeometrien bereits in Kapitel 2 detailliert beschrieben wurde, steht hier die Prüfkörperherstellung und Probenvorbereitung im Vordergrund. In diesem Zusammenhang wird auch die Positionierung der Temperatursensoren als Präparationsmethode gewertet um diese vom Kapitel 4 abzutrennen. Das Kapitel 4 behandelt die Hauptthemen dieser Arbeit, die Methodik zur Durchführung der Werkstoffprüfung und die Aufnahme der notwendigen 3D-Bildkorrelations-Daten zur Auswertung der mechanischen Kennwerte.

### 3.1 Laminatherstellung

Die Eignungsprüfung der Prüfvorrichtung sowie deren Anwendung im Kryostaten erfolgte anhand zweier unterschiedlicher CFK-Werkstoffe. Sie wurden jeweils unter Standard-Raumbedingungen und unter einer, jeweils unterschiedlichen, tiefkalten sowie kryogenen Bedingungen geprüft. Infolge werden die verwendeten CFK-Werkstoffe getrennt ihrer Verwendung betrachtet.

#### 3.1.1 Eignung unter Standard-Raum- und kryogenen Bedingungen

Als Werkstoffsystem zur Eignungsprüfung der Prüfvorrichtungen für Druck, Schub und Bruchmechanik unter Standard-Raum- und kryogenen Bedingungen wurde ein epoxidharzbasiertes Prepreg mit niedrigen Aushärtetemperaturen verwendet. Dies ist für primäre und sekundäre Strukturanwendungen in der Luft- und Raumfahrt geeignet und entspricht im wesentlichen Cycom® 5320 1 Harz mit Hexcel HexTow IM7 Kohlenstofffasern. Dabei wurden sämtliche Prüflamine von der Firma MT Aerospace AG Augsburg bereitgestellt.

#### 3.1.2 Validierung im Kryostat

Die hergestellten CFK-Lamine zur Validierung aller Prüfvorrichtungen im Kryostaten basieren auf dem vorimprägnierten (engl. pre-impregnated; kurz: prepreg) textilen Halbzeug SIGRAPREG® C U230-0/NF-E320/39% der Firma SGL Carbon GmbH [2]. Das Faserflächengewicht des in 0° unidirektionaler Richtung gelegten Prepreg beträgt 230 g/m<sup>2</sup>. Das Fasergelege liegt ungebunden ohne Stützfäden als kräuselfreies Textil vor. Die Langfasern vom Typ SIGRAFIL® C T50-4.0/24-E100 befindet sich in einem endlosen Zustand. Der

Gewichtsanteil des unter dem kommerziellen Namen vertriebenen E320 Epoxid-basierten Harzes im nicht ausgehärteten Prepreg beträgt 39 % [2]. Eine ausgehärtete Einzellage des Prepregs erzielte in der Herstellung eine Dicke von 0,22 mm, dabei wurden die Schichten des Laminats händisch in einem konsequenten unidirektionalen 0°-Lagenaufbau geschichtet und unter Vakuum in einem Autoklav für 90 Minuten bei 130 °C ausgehärtet. Der Umgebungsdruck auf den Vakuumsack betrug 5 bar bei einer Aufheizrate von 4 K/min. Beide Oberflächen des Laminats wurden vor der Aushärtung mit Abreißgewebe versehen, welches nach dem Aushärtezyklus abgetrennt wurde. Die folglich entstandene Oberfläche wurde an einer Bandschleifanlage und einem Schleifpapier mit FEPA P 320er-Körnung geschliffen [122]. Die Prüfkörperplatten wurden in einem Maß von 800 mm x 600 mm gefertigt und anschließend auf ein Maß von 600 mm x 400 mm besäumt. Dabei wurde auf jeder Kante ein 100 mm breites Stück vom Rand aus abgetrennt. Der gesamte Aushärtezyklus erfolgte in Analogie zu den Angaben in [2], Anhang A.2, bei der Firma Haufler Composites GmbH & Co. KG Blaubeuren.

## 3.2 Vorbereitung der Proben

Im Nachfolgenden wird auf die jeweiligen zur Prüffart speziellen Schritte zur Probenpräparation eingegangen. Dies schließt sich somit dem Zuschnitt der Grundkörper (in Kapitel 2) aus den hergestellten Platten an. Da der Zuschnitt, das Schleifen auf Maß und die Verklebung von Lasteinleitungselementen sich wiederholen, werden diese zuerst innerhalb eines separaten Abschnittes betrachtet.

### 3.2.1 Probenzuschnitt und Befestigung der Lasteinleitungselemente

Der Zuschnitt von Prüfkörpern und Lasteinleitungselementen erfolgte mit der Tischkreissäge Mutronic DiaDisc 5200 unter Verwendung einer wassergekühlten 1,2 mm dicken Diamanttrennscheibe. Die Schnittkanten aller Prüfkörper wurden nachfolgend mithilfe der wassergekühlten Tellerschleifmaschine Struers Tegramin-25 und einer FEPA P 320er-Körnung auf Maß geschliffen [122]. Die Verklebung von Lasteinleitungselementen erfolgte mit Henkel LOCTITE® STYCAST 1266 bei einer Aushärtungstemperatur von 40 °C für 12 Stunden. Zuvor wurden alle zu verklebenden Oberflächen mit FEPA P 220er-Körnung angeraut. Die Aushärtung erfolgte in einem Ofen Memmert UN 260 auf mittlerer Schiene.

#### 3.2.2 Zugproben

Die Probengeometrie beim Zugversuch entspricht den Vorgaben nach ISO 527-5 mit einer Prüfkörperdicke von 1 mm bei Seitenlängen von 250 mm x 15 mm. Die Lasteinleitungselemente wurden gemäß Abbildung 2.10 an einer Diamantdrahtsäge gefertigt. Anschließend wurden zu verklebenden Oberflächen von Probe und Lasteinleitungselement mit Isopropanol gereinigt. Die zu verklebende Oberfläche des Aluminiums wurde mit einem FEPA P 120er-Körnung Schleifpapier angeraut [123], nachfolgend mit Isopropanol gereinigt und drei Minuten mit übersättigter Natronlauge behandelt. Die zu verklebenden Oberflächen der Zugprobe wurden mit FEPA P 220er-Körnung angeraut.

Darauf erfolgte eine Reinigung von Probe und Lasteinleitungselementen mit Isopropanol, anschließend mit Wasser und eine Trocknung mit Druckluft. Der Klebstoff wurde vor dem Auftrag für 5 Minuten unter einer Vakuumlöcke entgast und anschließend aufgetragen. Der Auftrag des Klebstoffes erfolgte auf allen zu verklebenden Oberflächen, somit beidseitig. Nach dem Auftrag wurde zwei Minuten gewartet, bevor die Klebeflächen in Kontakt gebracht wurde. Hierdurch konnten eingebrachte Gasblasen an die Oberfläche gelangen und sich öffnen.

Lasteinleitungselemente und Proben wurden durch Federzwingen mit einer Spannkraft von 30 N fixiert und unter diesem Einfluss ausgehärtet. Es befanden pro Seite wurden 2 Federzwingen verwendet, insgesamt 4 pro Probe.

#### 3.2.3 Druckproben

Die Probekörper für die Druckprüfung parallel zur Faserrichtung des CFK im unidirektionalen Aufbau wurden entsprechend den Anforderungen nach ISO 14126 oder ASTM D 6641 hergestellt, wobei beide dieselbe Probengeometrie vorschreiben. Für die vorliegende Arbeit wurde die Geometrie jedoch verkürzt. Die Proben waren 80 mm lang, 2 mm dick und 10 mm breit. Dazu wurde eine nominelle Prüffläche von 10 mm x 2 mm, wie in Abbildung 2.11 dargestellt, gewählt. Die Lasteinleitungselemente basieren auf ein mit kohlenstofffaserverstärktes Epoxidharz. Darin basieren die Lagen dieses Materials auf einem 0°/90° Köpergewebe, die resultierende Dicke betrug 3 mm. Die 0° Ausrichtung des Gewebes ist dabei parallel zur Faserrichtung des zu prüfenden Materials ausgerichtet.

Alle zu verklebenden Oberflächen der Druckprobe und der Lasteinleitungselemente aus CFK wurden zunächst mit Isopropanol gereinigt und anschließend mit FEPA P 220er-Körnung angeraut. Anschließend wurde die Prüffläche mit Klebeband abgeklebt. Darauf erfolgte eine Reinigung von Probe und Lasteinleitungselementen mit Isopropanol, anschließend mit Wasser und eine Trocknung mit Druckluft. Dies gefolgt mit dem möglichst

zeitnahen Auftrag des Klebstoffes. Der Klebstoff wurde dabei zuvor für 5 Minuten unter einer Vakuummantelung entgast. Anschließend erfolgte der Auftrag des Klebstoffes auf allen zu verklebenden Oberflächen, somit beidseitig. Nach dem Auftrag wurde zwei Minuten gewartet, bevor die Klebeflächen in Kontakt gebracht wurde. Hierdurch konnten eingebrachte Gasblasen an die Oberfläche gelangen und sich öffnen.

Lasteinleitungselemente und Proben wurden durch Federzwingen mit einer Spannkraft von 30 N fixiert und unter diesem Einfluss ausgehärtet. Es befanden pro Seite wurden zwei Federzwingen verwendet, insgesamt vier pro Probe.

#### 3.2.4 Schubproben

Die Proben der Schubprüfung in der Ebene wurden mit in einem unidirektionalen Aufbau und einer Nenndicke von 3 mm hergestellt. Dabei wurden die Proben mit der bereits dargestellten Diamanttrennscheibe eingekerbt. Die Löcher der Prüfkörper zur Prüfung der interlaminaren Scherfestigkeit in 1-2-Richtung wurden anschließend mithilfe eines unbeschichteten Vollhartmetallbohrers und 45° Ausprägung der Bohrspitze mit einem Durchmesser von 2,3 mm eingebracht. Die Lasteinleitungselemente und deren Auftragsweise entsprechen jener der Druckprüfung in Abschnitt 3.2.3.

#### 3.2.5 Bruchmechanische Proben

Die Herstellung des Grundkörpers für die Prüfungen unter Modus I und Modus II Belastung entsprachen den Anforderungen der Normen ASTM D 5528 und ISO 15024 für Modus I Prüfungen und ASTM D 7905 für Modus II Prüfungen. Für beide Prüfungsarten wurde derselbe Grundkörper verwendet und, entsprechend der Bedingungen beschrieben in Abbildung 2.16 und 2.18, zugeschnitten. Der jeweilige Grundkörper war nominal 180 mm lang und 20 mm breit. Die Längsachse der Probekörper wurde parallel zur Faserrichtung des CFK-Materials ausgerichtet, sodass ein unidirektionaler Aufbau von 0° entstand. Dabei wurden die Lamine mit einer Folie in der Mittelebene hergestellt, um einen ersten Rissauslöser einzuführen. Die eingelegte Folie aus Ethylen-Tetrafluorethylen Nowoflon ET der Firma Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG Siegsdorf war 13 µm dick und in zwei Lagen mit einem Versatz von 0,5 mm bis 1 mm gestapelt. Diese Fehlanpassung erzeugt eine scharfe initiale Risspitze und basiert auf den Ergebnissen von Monden [95]. Infolge der eingelegten Trennfolie verfügte die Probe über eine initiale Delamination mit einer Länge von 60 mm. Die geprüften Proben waren 3,4 mm dick.

Für die Proben unter Modus I Belastung erfolgte eine weitere Präparation durch Einbringen der für die Prüfvorrichtung benötigten runden Ausschnitte und Durchgangsbohrungen.

### 3 Material und Probenpräparation

Hierfür wurden unbeschichtete Vollhartmetallbohrer sowie mit diamantartigem Kohlenstoff beschichtete Fräser, entsprechend der Anforderungen nach Abbildung 2.16 und 2.22, verwendet. Dabei wurden vier-schneiden Schaftfräser einer flachen Ausführung verwendet, wodurch die Bearbeitung lediglich bis zur Mittellage erfolgte.

Die weitere Präparation der Prüfkörper für Modus II Belastungen erfolgte durch einen Zuschnitt des Grundkörpers auf 160 mm. Hierfür wurde die Seite des Grundkörpers ohne Initialriss verkürzt.

#### 3.2.6 Auftrag des Patterns

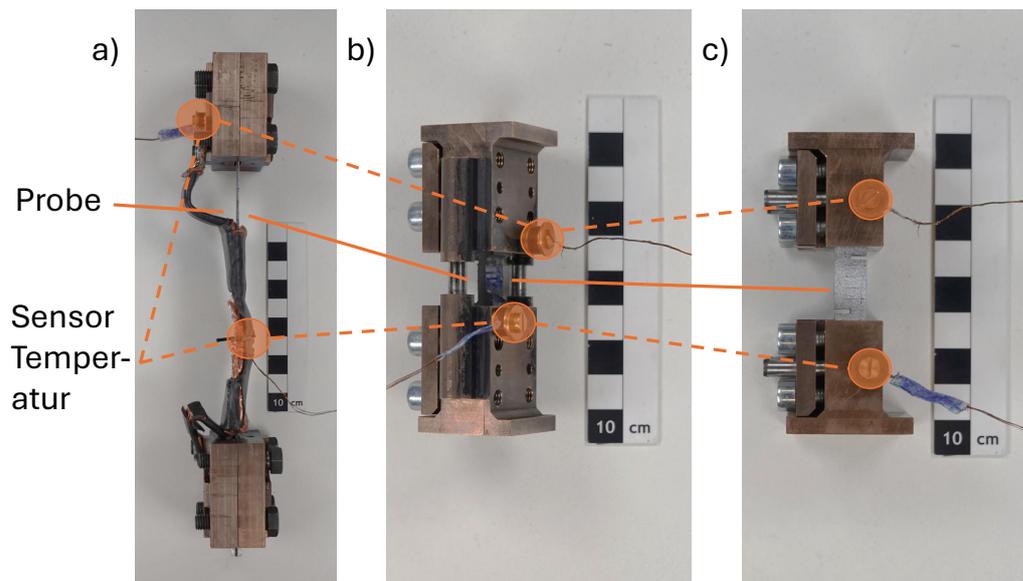
Für die 3D-Bildkorrelation wurde ein Schwarz-Weiß-Kontrast mit schwarzen Punkten auf weißem Untergrund verwendet. Dies wurde mit einer handelsüblichen Lackierpistole unter Druckluftbetrieb aufgetragen. Hierfür wurde zuerst eine etwa 120 µm dicke weiße Grundschrift in mehreren Durchgängen aufgetragen, anschließend mit schwarzer Farbe gesprenkelt. Die Dicke wurde mithilfe einer Bügelmessschraube Horex 421492 der Firma Hoffmann Group SE München mit einer Ablesegenauigkeit von 0,001 mm und einer Messkraft von 5 N gemessen. Als Farben wurden Aero Color® Professional Supra-weiß und Aero Color® Professional Schwarz der Firma H. Schmincke & Co. GmbH & Co. KG Erkrath verwendet.

### 3.3 Positionierung Temperatursensoren

Die Temperaturmessung zur Bewahrung einer durch die Messkampagne vergleichbaren Prüftemperatur erfolgte, außer bei der Zugprüfung, nicht direkt an der Probe. Vielmehr wurde die Temperatur an den Probenhaltern und an der Prüfvorrichtung gemessen, um die mechanischen Eigenschaften der Probe nicht zu verändern. Da die Proben in den Prüfvorrichtungen prinzipiell von *oben* und *unten* gekühlt werden, wird als Proben temperatur folgend der Mittelwert dieser Temperaturmessung als Proben temperatur bei Prüfungsstart angenommen. Beim Zugversuch erfolgte eine Temperaturmessung in der Mitte der Probe, da hier der Sensor durch das Kupfergewebe eingespannt werden konnte, ohne dabei die Probe selbst zu beeinflussen. Die folgende Abbildung 3.1 zeigt die Position der Temperatursensoren der quasi-statischen Prüfungen.

Abbildung 3.2 und Abbildung 3.3 zeigt die Positionierung der Sensoren der bruchmechanischen Prüfungen. Als Sensoren wurden Siliziumdioden der DT-670 Serie von Lake Shore Cryotronics Inc. Westerville, Vereinigte Staaten, verwendet. Die Sensoren sind nicht kalibriert, weisen jedoch eine Genauigkeit von  $\pm 0,5$  K im Temperaturbereich von 2

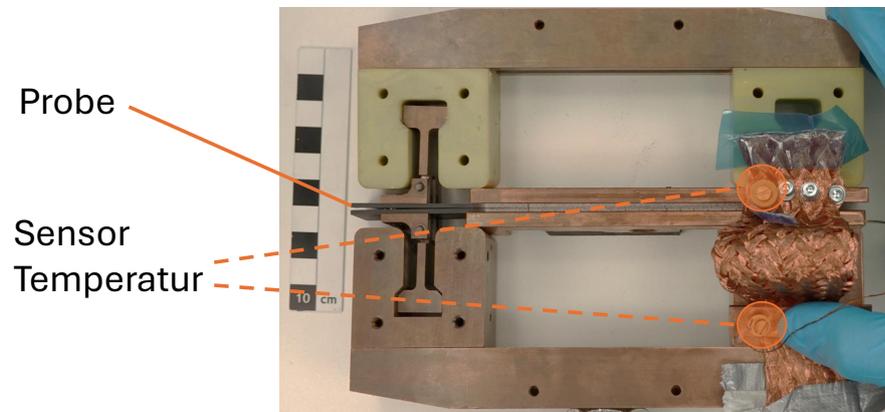
### 3.3 Positionierung Temperatursensoren



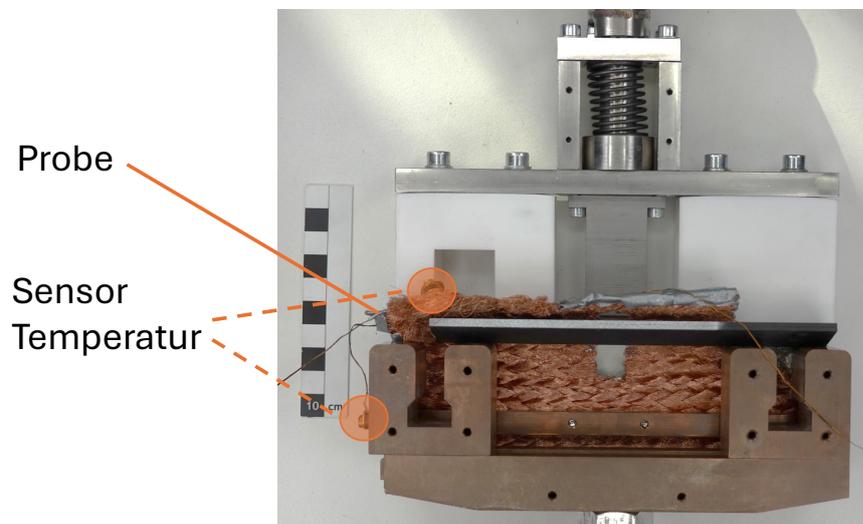
**Abbildung 3.1:** Position der Temperatursensoren (umrandet) und der Probe im Probenhalter. Prüfung nach Belastung a) Zug, b) Druck, c) Schub.

K bis 305 K auf [124]. Die Dioden sind in einem Gehäuse aus Kupfer verbaut. Das Gehäuse besitzt eine Durchgangsbohrung, wodurch die Sensoren an Position geschraubt werden können. Der Einsatz von Hochvakuumfett Apiezon N des Unternehmens Apiezon erhöht die thermische Kopplung des Sensors an das jeweilige Bauteil. Die Sensoren wurden über eine Cryocon 24C Steuereinheit der Cryogenic Control Systems angesteuert. Diese Einheit besitzt verfügt über vorinstallierte grundlegende Sensorkurven für die verwendeten Sensoren, eine Kalibrierung wurde entsprechend nicht durchgeführt. Die Sensoren wurden mit Messingschrauben an ihrer Position fixiert und über eine Vierleitermessung angesteuert. Näheres zur Vierleitermessung ist in dem Buch von Helbig zu finden [125]. Es wurden Litzen aus Phosphor-Bronze mit je einer Querschnittsfläche von  $0,032 \text{ mm}^2$  und einer Isolierung aus Polyimid verwendet. Weitere Sensoren befanden sich entlang der Wärmeleitstrecke bis hin zur Prüfvorrichtung.

### 3 Material und Probenpräparation



**Abbildung 3.2:** Position der Temperatursensoren (umrandet) und der Probe innerhalb der Prüfvorrichtung zur Modus I Belastung.



**Abbildung 3.3:** Position der Temperatursensoren (umrandet) und der Probe innerhalb der Prüfvorrichtung zur Modus II Belastung.

# 4 Werkstoffprüfung im Kryostaten, Vorgehen und Auswertungsmethoden

In diesem Kapitel wird auf die verschiedenen Aufbauten und Prüfvorrichtungen detailliert eingegangen. Dabei steht der gesamte last-tragende Aufbau im Kryostat im Vordergrund. Für die Validierungs- und Eignungsversuche bei Standard-Raumbedingungen und in einem Becken aus flüssigem Stickstoff erfolgte der Aufbau in einer gleichwertigen Ausführung. Das Hauptaugenmerk der Prüfaufbauten im Kryostaten für die einzelnen Prüfvorrichtungen wird anschließend um den Aufbau der 3D-Bildkorrelation im Rahmen der Versuche im Kryostat ergänzt.

## 4.1 Prüfaufbauten im Kryostat

Zuerst erfolgt die Darstellung der mechanischen Aufbauten der Prüfvorrichtungen im Kryostaten mit einer kurzen Beschreibung der jener relevanten Elemente der Wärmeleitstrecke, welche Einfluss auf die Eignung der Prüfvorrichtungen haben kann. Eine ausführliche Beschreibung der thermischen Evaluation ist in den Arbeiten von Gabele beschrieben (vorläufig und im Druck [126]). Die Darstellung der Prüfvorrichtungen umfasst zudem aufbauend auf Kapitel 2 und Kapitel 3 die Präparation dieser Vorrichtung, bevor eine Prüfung durchgeführt wurde.

### 4.1.1 Prüfvorrichtung Zugprüfung

Die Konstruktion der Vorrichtung zur Durchführung von Zugversuchen angelehnt an ISO 527-4/-5 ist in Abbildung 4.1 dargestellt und besteht aus zwei identischen C-förmigen Vorrichtungen. Bei diesem Aufbau wird die vorbereitete Probe über einhängen in die Prüfposition gebracht, sodass eine anfängliche Einspannung oder das Aufbringen einer Spannkraft nicht erforderlich ist. Ein Anschlag gewährleistet die zentrische Ausrichtung der Probe zur Lastachse. Der untere Teil der Struktur ist mit dem Lastrahmen verbunden, der an den Deckel des Kryostaten gekoppelt ist. Dieser Lastrahmen sorgt dafür, dass die Aufwärtsbewegung der Traverse auf die untere Spannvorrichtung übertragen wird und zu einer Zugspannung im zu prüfenden Material führt.

Für eine valide Messung mit möglichst geringem Temperaturgradienten sollte die Einkühlung entlang einer möglichst großen Fläche zum Entzug der Wärmeenergie der Probe

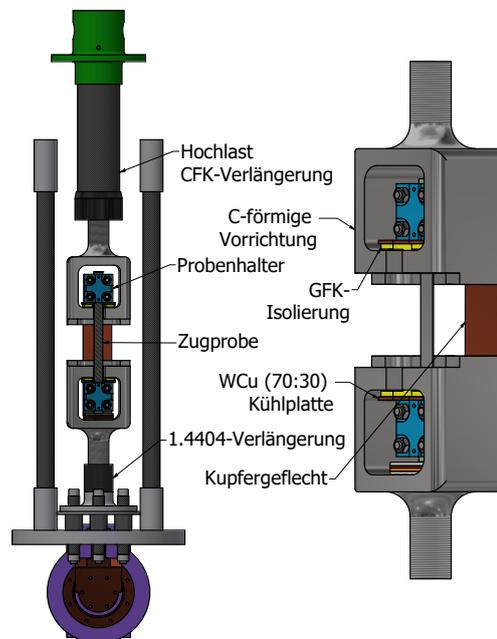
#### 4 Werkstoffprüfung im Kryostaten, Vorgehen und Auswertungsmethoden

erfolgen. Während ein Bad aus einem flüssigen oder gasförmigen Kühlmedium die Probe defakto vollflächig umschließen kann, ergibt sich diese Möglichkeit in einem unter Vakuum stehenden Kryostaten lediglich durch die Verwendung von festen Kühlflächen. Hierfür werden geflochtene Kupferflachlitzen aus oxidfreiem Kupfer der Firma Haarländer GmbH Roth verwendet. Die Kupferflachlitzen besitzen eine Breite von 30 mm (vgl. Abbildung 3.1). Der Nennquerschnitt beträgt  $35 \text{ mm}^2$  bei einer Stärke von 2,5 mm. Hierfür sind 36 Stränge mit je 124 Drähten zu je 0,1 mm Dicke geflochten. Das Geflecht wurde zuerst in einem kreisrunden Hohlkreisquerschnitt geflochten und anschließend gewalzt, wodurch es mittig einen Hohlraum aufweist. Dieser Hohlraum umhüllt hierbei die Zugprobe. Ein eingebrachter Ausschnitt mit 35 mm Länge ermöglicht die optische Zugänglichkeit zur Anwendbarkeit der 3D-Bildkorrelation. Das Band ist mit den Probenhaltern verschraubt und ermöglicht der Probe eine freie Bewegung im Raum.

Die Einkühlung der Probe ab dem Kupferdorn erfolgt durch zwei weitere kreisrunde Kupfergeflechte mit Hohlkreisquerschnitt aus oxidfreiem Kupfer der Firma Haarländer. Diese Kupferflachlitzen mit 50 mm breite weisen einen Nennquerschnitt von  $95 \text{ mm}^2$  auf und sind aus 48 Strängen mit je 253 Drähten zu je 0,1 mm Dicke geflochten. Diese sind via einer Kupferschraube an den Kühldorn fixiert. Die Kupfergeflechte sind an diesem Übergangsbereich zum Kühldorn zwischen zwei Stahlplatten und mehreren Schrauben verpresst. Anschließend führt je ein Kupfergeflecht zu einer 3 mm dicken Platte aus Wolfram-Kupfer (kurz: WCu) mit einem Verhältnis der beiden Elemente von 70 vol.% Wolfram und 30 vol.% Kupfer. Dabei handelt es sich um einen mit Kupfer infiltrierten Sinterverbund. Die Kupfergeflechte sind an der Kontaktstelle ebenfalls mit Schrauben an was WCu verpresst. Also Isolationsstufe von WCu zu den C-förmigen Vorrichtungen dient ein 6 mm dickes glasfaserverstärktes Epoxidharz (Durostone 250 der Firma Röchling Mannheim), welches mit dem WCu mittels Stycast 1266 verklebt ist. Die Probenhalter aus CuBe<sub>2</sub> liegen während der Einkühlung auf dem gekühlten WCu bei einer Vorkraft von 5 kN auf und werden heruntergekühlt. Das 30 mm breite Kupfergeflecht ist mittels Schrauben an den CuBe<sub>2</sub> Probenhalter verschraubt und verteilt die Kühlleistung folglich über die Probe.

Vor einer Prüfung wurden die Probenhalter mithilfe einer Stahldrahtbürste und Ethanol gereinigt. Anschließend erfolgte der Auftrag von trockenem Pulvergraphit, welches mit flusenfreien Tüchern entlang der Gleitflächen von Probe und Probenhalter verrieben wurde. Genauer gesagt zwischen dem Aluminiumkeilen der Zugprobe und den entsprechenden keilförmigen Aussparungen des Zugprobenhalters. Dies sollte eine ausreichende Gleitfähigkeit der Elemente zueinander gewährleisten und sowohl Reibung als auch Haftung vermeiden.

Das Graphit dient als trockenes Schmiermittel, welches dennoch den Funktionsmechanismus des Klemmprinzips auf Basis der elastischen und plastischen Deformation des Aluminiums nicht unterbinden soll. Die Probenhalter bestanden aus CuBe2.



**Abbildung 4.1:** Rechnergestützte schematische Abbildung der Zugprüfvorrichtung im Kryostaten. Der Übersicht halber ohne Kupfergeflecht um die Probe (Abbildung...). Dargestellt sind die C-förmigen Vorrichtung (grau), welche über eine Aussparung zum Einhängen des Probenhalters (blau) verfügen.

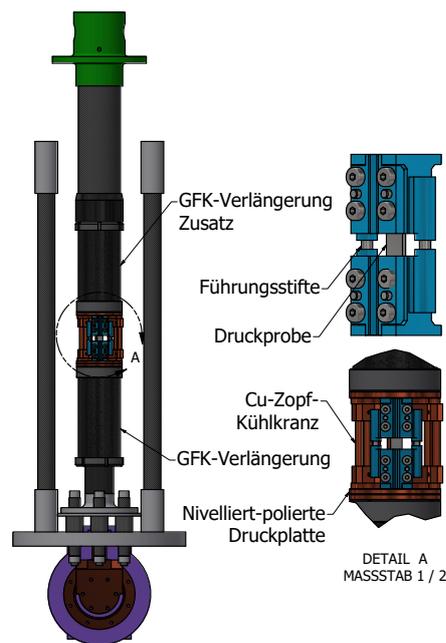
#### 4.1.2 Prüfvorrichtung Druck- und Schubprüfung

Ein detaillierter Aufbau der Prüfvorrichtung für die Druckprüfung ist in Abbildung 4.2 dargestellt und gilt analog für die Prüfvorrichtungen zur mechanischen Kennwertermittlung unter Schubbelastung. Eine Vorrichtung besteht aus zwei identischen Teilen, gefertigt aus CuBe2. Die äußeren Zentrierstifte der Druckprüfvorrichtung führen die Vorrichtungen während der Prüfung parallel zueinander. Das Einspannen der Probe in die Prüfvorrichtung erfolgt über die jeweiligen Spannplatten aus CuBe2, die über Passstifte in die gewünschte Position geführt werden. Die Passstifte und Zentrierstifte wurden vor der Prüfung mit trockenem Graphitpulver eingerieben, um sowohl Haftung als auch Reibung während der Prüfung zu vermeiden.

#### 4 Werkstoffprüfung im Kryostaten, Vorgehen und Auswertungsmethoden

Um ein Kippen beziehungsweise einen inhomogenen Spannungszustand während der Prüfung zu verhindern, sind die Oberflächen der Druckplatten (aus CuBe2) durch Polieren nivelliert. Dabei wurde die Prüfvorrichtung mehrmals zusammen gefahren und mittels Lichtspalt und Schieblehre wurden die Spalte vermessen und entsprechend bearbeitet. Dies gewährleistet eine gleichmäßige Verteilung der aufgebrachten Last auf die Probe.

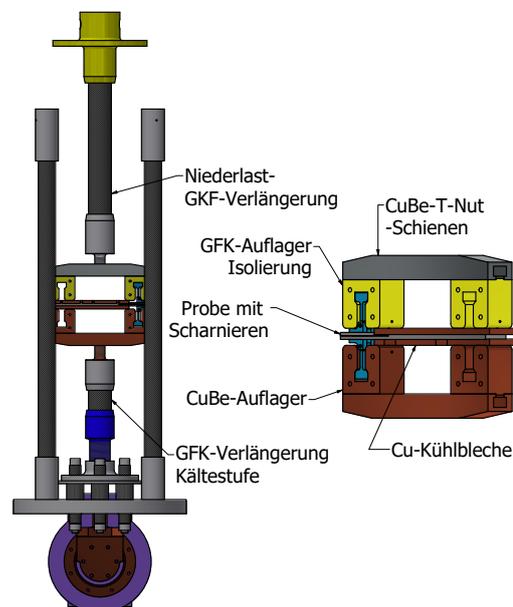
Um die notwendige Kühlleistung an der Probe zu erreichen, sind die untere Druckplatte mit einer Messingschraube an den Kühldorn abgebunden. Die gekühlte Druckplatte aus CuBe2 wiederum steht in Kontakt mit einem verschraubten Kühlkranz, welcher über eine weitere CuBe2-Druckplatte die Probe von der Oberseite kühlt und als Isolation zur mechanischen Verlängerung dient. Beide Druckplatten sind mit insgesamt sechs Kupferzöpfen verbunden. Die Zentrierung der Prüfvorrichtung auf der Druckplatte in die Lastachse der Prüfmaschine erfolgt über Anschlagsschrauben auf der unteren Druckplatte. Hierfür wird ein Kupferzopfgeflecht aus oxidfreiem Kupfer der Firma Haarländer mit einer Nennquerschnittsfläche von 20 mm<sup>2</sup> in einer Konstruktion von 12 Strängen mit je 213 Drähten einer 0,1 mm Dicke verwendet.



**Abbildung 4.2:** Rechnergestützte schematische Abbildung der Druckprüfvorrichtung im Kryostaten. Die Einkühlung erfolgt über den Kühlstab verbunden mit der Druckplatte. Die Einkühlung wird über den Kühlkranz bis zum oberen Ende des Probenhalters fortgeführt. Ein Teller analog zur Druckplatte entkoppelt dabei Probenhalter und obere GFK-Verlängerung thermisch voneinander.

### 4.1.3 Prüfvorrichtung Modus I Belastung

Der in Abbildung 4.3 gezeigte Versuchsaufbau besteht aus zwei gegenüberliegenden Baugruppen. Hauptbestandteil dieser Baugruppe bildet je eine T-Nut-Schiene bestehend aus CuBe2. Darüber hinaus enthält jede Seite einen Träger mit einer Aussparung zur Aufnahme eines zweiteiligen Scharniers. Die unteren Träger bestehen dabei aus CuBe2 zur Wärmeleitung, die oberen aus GFK zur Isolierung. Die zweiteiligen Scharniere bestehen zudem auch aus CuBe2. Beide Bauteile des Scharniers sind von einem Verbindungsstift aus WCu im Anteil 75:25 verbunden, welcher als drehbare Lagerung dient und den Rotationspunkt bildet. Vor der Prüfung wurden die Stifte mit trockenem Pulvergraphit eingerieben, um sowohl Reibung als auch Haftung zu vermeiden.



**Abbildung 4.3:** Rechnergestützte schematische Abbildung der Prüfvorrichtung für die Rissöffnungsprüfung unter Modus I Belastung im Kryostat. Der Kühlstab kühlt die untere T-Nut-Schiene (orange), die Wärmeleitung erfolgt fortan über die Auflager (orange) und über die Kühlbleche auf Ober- und Unterseite der Probe. Die Auflager (gelb) der oberen T-Nut-Schiene aus GFK entkoppeln den oberen Aufbau thermisch. Die beiden Kühlbleche sind über Kupferlitzen miteinander verbunden.

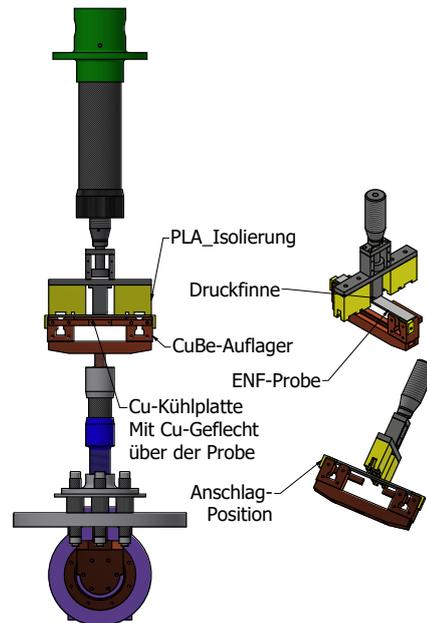
#### *4 Werkstoffprüfung im Kryostaten, Vorgehen und Auswertungsmethoden*

Die Verschraubung des Scharniers mit dem Probekörper wird durch Flachkopfschrauben mit Schlüsselführung Innensechskant und niedrigem Kopf in Anlehnung an DIN 6912 bewerkstelligt [127]. Jedoch wird eine zusätzlich erniedrigte Kopfausführung mit bei M3-Gewinde 1,37 mm und bei M4-Gewinde 1,5 mm Kopfdicke verwendet. Diese Schraubenköpfe lassen sich vollständig in den runden Ausschnitten der Probe versenken. Dies bedeutet, dass der Schraubenkopf nicht aus dem gegenüberliegenden Probenarm herauschaut und die Probe zwangsweise vor der Prüfung bereits öffnet. Der Schraubenkopf ist niedriger als die Dicke des Probenarmes. Die Schraubverbindung der Scharniere mit der Probe vermeidet die Notwendigkeit von aufgeklebten Elementen in der Prüfvorrichtung.

#### **4.1.4 Prüfvorrichtung Modus II Belastung**

Der Prüfstand zur Messung der mechanischen Brucheigenschaften unter Modus II Belastung bestand im Wesentlichen aus den gleichen Komponenten wie der Prüfstand der Modus I Belastung. Die T-Nut-Schiene trägt die Auflager im erforderlichen Abstand von 100 mm abzüglich der beiden Radien der Auflagekanten. Diese waren jeweils 5 mm groß. Nach der thermischen Aushärtung des CuBe2 betrug die Härte der Auflagekante ca. 280 HV10 bis 320 HV10, womit jedoch keine ausreichende Härte gemäß den Normen von zur Prüfung von Faserverbundwerkstoffen von 60 HRC bis 62 HRC erreicht wurde. Die Härte der Druckfinne aus Stahl 1.4542 betrug etwa 360 HV10, der Radius 5 mm. Zur Umrechnung der Härtewerte von Vickers HV10 zu Rockwell HRC wurde die Tabelle beschrieben in ASTM E 140 verwendet [128].

Die Proben wurden mit einem Polymilchsäure-Kunststoff-Isolierelement auf eine gekühlte Kupferplatte gepresst. Die Druckfinne berührte die Probe nicht, während sich die Prüfvorrichtung in dieser Kühlposition befand. Zur Prüfung wurde die Vorrichtung mit Druckfinne und Isolatoren mit einem Manipulator in Anschlagposition gedreht und die Kupferplatte entfernt. Dadurch standen anschließend nur noch die Druckfinne und die abgerundeten Kanten des Auflagers in Kontakt mit der Probe. Anschließend wurde der Drei-Punkt-Biegeversuch durchgeführt.



**Abbildung 4.4:** Rechnergestützte schematische Abbildung der Prüfvorrichtung für die Rissöffnungsprüfung unter Modus II Belastung im Kryostaten. Der Kühlstab kühlt die untere T-Nut-Schiene (orange), die Wärmeleitung erfolgt fortan über die Auflager (orange) und über ein unter der Probe liegendes Kühlblech zur möglichst vollflächigen Einkühlung der Probe. Die Auflager (gelb) der oberen T-Nut-Schiene aus Polylactid (kurz PLA) entkoppeln den oberen Aufbau thermisch. Nach Einkühlung wird der obere Aufbau in Anschlagposition gedreht, sowie das untere Kühlblech entfernt, sodass eine Drei-Punkt-Biegung erfolgen kann.

## 4.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation

In diesem Abschnitt wird auf das eingesetzte 3D-Bildkorrelations-System eingegangen. Zuerst erfolgt eine Beschreibung des verwendeten Kamerasystems und folgerichtig die Durchführung der Kalibrierung. Anschließend wird auf die Beleuchtungseinrichtung eingegangen. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass das dargestellte Mittelpunktskoordinaten unabhängig vom in Kapitel 2 dargestellten 1-2-3-Koordinatensystem agiert. Die x- und y-Achse spannen die mit der 3D-Bildkorrelation beobachtete Fläche auf, während die z-Achse lotrecht zur x-Y-Ebene steht. Das x-y-z Koordinatensystem ist unabhängig von der Faserrichtung des unidirektionalen FVKs, bei welchem sich das 1-2-3-Koordinatensystem an der Faserrichtung orientiert.

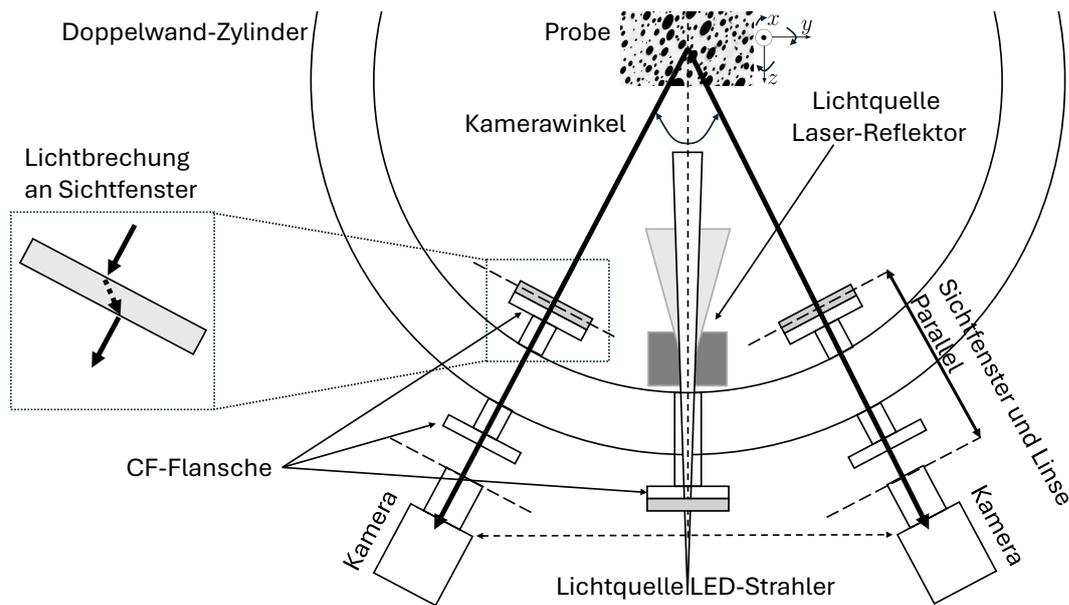
#### 4.2.1 Aufnahmeeinstellungen der Kameras für Messungen im Kryostat

Der experimentelle Teil dieser Arbeit wurde mit kalibrierten 3D-Bildkorrelations-Messungen begleitet. Hierfür wurde das System ARAMIS 12 M der Firma Carl Zeiss IQS Deutschland GmbH Oberkochen unter der Verwendung der in Tabelle 4.2 beschriebenen Aufnahmeparameter eingesetzt. Eine schematische Darstellung des Aufbaus ist in Abbildung 4.5 unter der Verwendung einer externen Lichteinrichtung der einer Laserlichtquelle dargestellt. Der Aufbau entspricht einer horizontalen stereotypischen Konfiguration der Kameras zur Probe. Das Aufnahmeformat ist somit im Portrait mit einer konstanten Tiefenschärfe im Messbereich. Für weitere Analysen wurde das Koordinatensystem an jede Probe angepasst, sodass die Abszisse mit der Probenachse, beziehungsweise der Belastungsrichtung, korreliert. Hierbei liegt der Ursprung an dem unteren linken Ende der x-y-Ebene der Probe und die Ordinate erstreckt sich entlang der Breite der Probe. Die Orientierung des lokalen Koordinatensystems der Probe erfolgte in einer 3-2-1-Ausrichtung (ohne Zusammenhang mit dem 1-2-3-Koordinatensystem). Dabei wird die Primärebene durch drei Punkte auf der Probenoberfläche festgelegt. Abszisse und Ordinate spannen diese Ebene entsprechend auf. Die Sekundärebene wird infolge durch zwei Punkte, die eine Linie auf dieser Fläche bilden, definiert. Durch einen Punkt, welcher den Ursprung und somit die Position der dritten Dimension festlegt, wird die Tertiärebene definiert. Die Ausrichtung des Koordinatensystems erfolgte für jede Probe in einer unbelasteten Referenzstufe, wobei der Nullpunkt der Kraftmessdose hierfür herangezogen wurde. Dieser wurde vor dem Start der Einkühlung definiert, anschließend erfolgte eine Lastaufbringung um die Probe und Kühlelemente in erweiterten Kontakt zu bringen.

Die Analyse der Verschiebungen und daraus folgend der mechanischen Verzerrungen und Dehnungen innerhalb der auswertbaren Flächenkomponente beziehungsweise der jeweiligen RVI erfolgte mit den Parametern zusammengefasst in Tabelle 4.1. Die Wahl der beschriebenen Werte lässt eine Auswertung der beschriebenen Verschiebungen, als auch eine Auswertung von Schwerwinkeln zu, wodurch für jede Prüfung im Folgenden dieselben Parameter verwendet wurden. Die geringe Größe der Facetten und Facettenabstände hingegen verursacht eine Fehleinschätzung, eine funktionelle Verzerrung sowie ein zunehmendes Rauschen. Die Sensitivität wird entsprechend den Arbeiten von Merzkirch überbeansprucht [129]. Nach Ausschluss aller von Merzkirch definierten vermeidbaren Quellen hierfür, bleiben die unvermeidbaren Quellen und im Speziellen die Facettengröße als auch der Facettenabstand entscheidende Faktoren für die Fehleinschätzung. Jedoch konnte auf Basis von Versuchen im analogen Aufbau innerhalb eines Bades aus flüssigem Stickstoff und unter Standard-Raumbedingungen eine Voreinschätzung der zu erwartbaren

## 4.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation

Dehnungen getroffen werden, weshalb folgend konsequent ein Medianfilter verwendet wurde. Dieser wurde im System mit dem dimensionslosen Größenwert 2 beschrieben. Dabei wurde der Medianfilter auf Basis der Empfehlungen beschrieben von Pitas und Venetsanopoulos sowie George et al. gewählt [130, 131]. Diese Arbeiten haben mehrere Methoden des Rauschfilterns von 3D-Bildkorrelations-Systemen untersucht, wobei der Medianfilter die präzisesten Werte lieferte. Die geringe Größe des in dieser Arbeit ausgewählten Medianfilters entfernt vor allem optische Extrema und reduziert das Rauschen.



**Abbildung 4.5:** Schematische Abbildung des Aufbaus des horizontalen Stereo 3D-Bildkorrelations-Systems mit Probe und von der Probe ausgehendem Koordinatensystem.

**Tabelle 4.1:** Analyseparameter der 3D-DIC Auswertung.

	Beschreibung / Wert
Software	GOM Correlate Pro 2022
Facettengröße	13 px
Facettenabstand	9 px
Filter	Medianfilter Stufe 2

**Tabelle 4.2:** Parameter des 3D-Bildkorrelations-Systems.

System-Setup	Beschreibung /Wert
Kamera	Baumer CMOS VCX-Serie 12 MP
Auflösung	4096 px x 3072 px
Linse	Titanar 50 mm Festbrennweite
Filter	Polarisationsfilter Schneider-Kreuznach
Sichtfeld	138 mm x 103 mm
Messbereich (aufgrund Sichtfenster)	60 mm x 50 mm
Skalierung	29 px/mm
Bildaufnahmerate	1 Hz (Druck, Schub, Modus I, Modus II), 0.5 Hz (Zug)
Kamera-Winkel	24,5 °
Kamera-Abstand	240 mm
Arbeitsabstand (Kamera zu Probe)	≈ 410 mm
Belichtungszeit	≈ 14 ms

#### 4.2.2 Kalibrierung des Systems

Die Ausrichtung der Kameras auf das gewünschte Sichtfeld erfolgte nach den in Tabelle 4.3 beschriebenen Parametern. Hierfür wurde eine präparierte Probe innerhalb seiner vorgesehenen Positionierung im Kryostaten platziert. Anschließend erfolgte die Ausrichtung der Kameras sowie der Beleuchtungseinrichtung.

**Tabelle 4.3:** Parameter der Kalibrierung des 3D-Bildkorrelations-Systems.

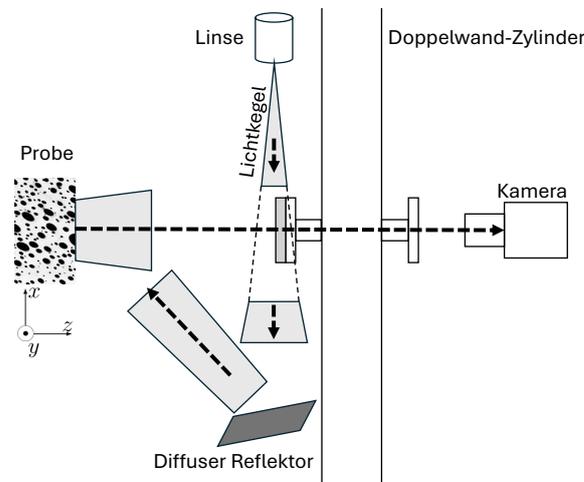
	Beschreibung /Wert
Kamera-Winkel	24,5 °
Kalibrierelement	Kalibrierwürfel CP20/55x44
Kamera-Abstand	240 mm
Arbeitsabstand (Kamera zu Probe)	430 mm

Darauf folgend die Fokussierung und Blendeneinstellung. Dabei wurde eine Belichtungszeit gemäß Tabelle 4.2 mit 14 ms adressiert, wobei bei etwa 15 ms stets ein Effekt beginnender Überbelichtung eintrat, welche seitens des Software als rote Bereiche erkennbar werden. Die Kalibrierung des Systems erfolgte entsprechend der Anleitung der verwendeten Korrelationssoftware, jedoch mit dem Kalibrierelement außerhalb des Kryostaten und somit ohne Einfluss der Sichtfenster auf die Kalibrierung. Der Einfluss dieses Vorgehens

auf die relative Position, sowie dementsprechend auf die Verlässlichkeit der ermittelten Verschiebungen, wird im Folgenden in dieser Arbeit untersucht.

### 4.2.3 Beleuchtung

Die Beleuchtung erfolgte für die quasi-statischen Prüfungen mithilfe einer externen Licht-einrichtung KSP 0495-0B02A LED 16W/24 V Blau 10° der Carl Zeiss IQS Deutschland GmbH Oberkochen durch ein weiteres, drittes Sichtfenster (vgl. Abbildung 4.5). Für die bruchmechanischen Prüfungen erfolgte die Belichtung durch Einkoppelung eines Lasers über Lichtleitfasern in das Kryostat. Das Ende der Lichtleitfaser wurde mit Linsen im variablen Fokus aufgeweitet und über einen diffusen Reflektor zur Probe geleitet. Das Lasersystem basierte auf das System FSXV von Laser Frankfurt GmbH Frankfurt am Main. Dabei wird Licht mit einer Wellenlänge von 450 nm bei einer maximalen Ausgangsleistung von 10 W eingekoppelt. Das Licht wurde ausgehend von einer Lichtleitfaser mithilfe einer Vakuumdurchführung in das Kryostat geleitet. Darin erfolgte die Weiterleitung über eine weitere für den Wellenbereich geeignete jedoch temperatur- und vakuumstabile Lichtleitfaser mit einer Schutzummantelung aus Chrom-Nickel-Stahl. Der Lichtkegel wurde anschließend mit einer unbeschichteten Silikat-Linse aufgeweitet.



**Abbildung 4.6:** Schematische Abbildung des Aufbaus des horizontalen Stereo 3D-Bildkorrelations-Systems mit Probe. Die Beleuchtung der Probe erfolgt mit einem Lasersystem ausgehend von einer Lichtleitfaser und dem Erzeugen eines Lichtkegels durch eine Linse.

Die Linse verfügte über eine Fokusslänge von 8,7 mm und einem Durchmesser von 6 mm eingefasst einen Körper aus Chrom-Nickel-Stahl nach dem Standard des amerikanischen Institutes für Eisen und Stahl (engl. American Iron and Steel Institute; kurz: AISI) AISI 303 (502-CL01 der Firma fiberdesign Deventer, Niederlande). Der Lichtkegel verläuft zuerst ausgehend von der Linse parallel zur x-y-Probenoberfläche und wurde durch einen diffusen Reflektor (AISI 316L poliert, mit FEPA 600-er Körnung angeraut) zur Probenoberfläche geleitet. Das Konzept ist in Abbildung 4.6 schematisch dargestellt.

### 4.3 Dilatometrische Analyse und Vergleich mit 3D-Bildkorrelation

Um die Abbildungsgenauigkeit der mit 3D-Bildkorrelation aufgenommenen Dehnung mit einer Referenz zu vergleichen, wurde eine Dilatometrie mit tiefen Temperaturen durchgeführt. Mit einem Dilatometer lässt sich die thermische Dehnung eines Materials durch kontrollierte Temperaturkurven messen. Für die Messung wurde ein Aluminiumstab aus Aluminium-Magnesium-Silizium 0,5 mit einer Querschnittsfläche von 8 mm × 8 mm. Die Dilatometerproben waren 25 mm lang. Die Prüffläche der 3D-Bildkorrelation betrug 8 mm in der Breite und 80 mm in der Länge. Es wurde Aufnahme Frequenz von 1/20 Hz aufgenommen.

Das Aluminiumsubstrat wurde verwendet, da es über eine hohe Wärmeleitfähigkeit verfügt und somit nur von einer geringen Temperaturabweichung im Messbereich ausgegangen wird [132]. Zudem ist keine Phasenumwandlung des Kristallgitters zu erwarten [132]. Das verwendete Aluminium verfügt über einen ausreichenden Wärmeausdehnungskoeffizienten, um im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 100 K mindestens die Dehnung entsprechend dem gängigen signifikanten Bereich zur Auswertung des linear elastischen Bereichs für das Elastizitätsmodul bis 0,25 % abzudecken. Dieser Temperaturbereich kann sowohl mit dem verwendeten Dilatometer als auch mit dem Kryostaten abgedeckt werden. Aufgrund der Wärmeleitfähigkeit verfügt wurde von einer geringen Temperaturabweichung im Messbereich ausgegangen.

Die Temperaturmessung im Kryostaten erfolgte am Anfang und am Ende der Flächenkomponente über aufgeschraubte Siliziumdioden selber Bauart wie in Kapitel 3 beschrieben. Die angenommene Temperatur entspricht dem Mittelwert beider Sensoren. Hierdurch wurde ein Einfluss einer Gewindebohrung innerhalb der Prüflänge umgangen. Der Aluminiumstab wurde am oberen Ende abgeschnitten, um den Einfluss der Wärmestrahlung zu minimieren. Das Pattern wurde entsprechend der Erläuterungen in der Probenpräparation

### *4.3 Dilatometrische Analyse und Vergleich mit 3D-Bildkorrelation*

in Kapitel 3 aufgetragen. Die Temperaturmessung im Dilatometers DIL 402 Expedis der Firma Netzsch GmbH Selb erfolgte über ein Widerstandsthermoelement des Typ K, nach ASTM E 230 [133], in etwa 1 mm oberhalb der Mitte der Probenoberfläche. Der Prüfraum, bestehend aus einer Quarzröhre, wurde mit Helium geflutet. Der Prüfstempel bestand aus Korund.

Die Proben sowohl für das Dilatometer als auch für die 3D-Bildkorrelation entsprangen demselben Stab. Hierdurch wurden Effekte aufkommend aus unterschiedlicher Prozessführung bei der Herstellung und chemischer Bestandteile umgangen. Die Oberflächen der Proben wurden nicht bearbeitet, um auch hier keine mechanisch induzierte Veränderung des Materials hervorzurufen. Lediglich die Stirnflächen der Dilatometerproben wurden auf eine maximale Abweichung der Planparallelität zueinander und der entsprechenden Prüfstempelflächen im Dilatometer von 0,01 mm geschliffen.

Nähere Informationen zur der Funktionsweise eines Dilatometers sind in den Beschreibungen von Wunderlich gegeben [134].

Der selbe Aufbau mit Stab aus Aluminium im Kryostaten wird verwendet, um zudem das gängige Rauschen der 3D-Bildkorrelation zu ermitteln. Hierfür wurde der Stab über eine Zeit von 12 Minuten beobachtet.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Dieses Kapitel befasst sich eingangs mit der Applikation der 3D-Bildkorrelation am gegebenen Kryostat. Dies beginnt mit einer Darstellung der Messwerte der 3D-Bildkorrelation im gegebenen Aufbau. Dies umfasst die Messungen zur Haftung des Pattern, den Einfluss der Sichtfenster auf die Abbildung einer sphärischen Geometrie sowie das Rauschen der Messungen selbst. Dies wird gefolgt von den Ergebnissen der Beobachtung von thermischen Dehnungen mit der 3D-Bildkorrelation im Vergleich zur angewandten Dilatometrie.

Anschließend werden die Ergebnisse der 3D-Bildkorrelation zur Validierung der Prüfvorrichtungen im Kryostaten sowie die Kennwertermittlung der beiden untersuchten Materialsysteme bei den verschiedenen Temperaturen dargestellt. Mithilfe von Literaturangaben ähnlicher und gleichwertiger Untersuchungen wird so die Eignung der konstruktiv angepassten Prüfvorrichtungen aufgezeigt. Zuletzt erfolgt eine Bewertung der jeweiligen angewandten Methoden zur Werkstoffprüfung. Die Darstellung der Ergebnisse erfolgt so in umgekehrter Reihenfolge zu den methodischen, konstruktiven und applikativen Fragestellungen. Es wird in diesem Kapitel dargestellt, inwiefern die Applikation der 3D-Bildkorrelation zur Validierung neu konstruierter Prüfvorrichtungen und angepasster Prüfmethoden innerhalb eines Kryostaten angewendet werden kann. Darüber hinaus erfolgt eine Bewertung der Eignung der in dieser Arbeit gefundener Methoden zu charakteristischen mechanischen Kennwertermittlung von FVKs, um die wenigen Möglichkeiten zur Durchführung jener Versuche potenziell zu erweitern.

### 5.1 Validierung der 3D-Bildkorrelation für die Anwendung am Kryostat

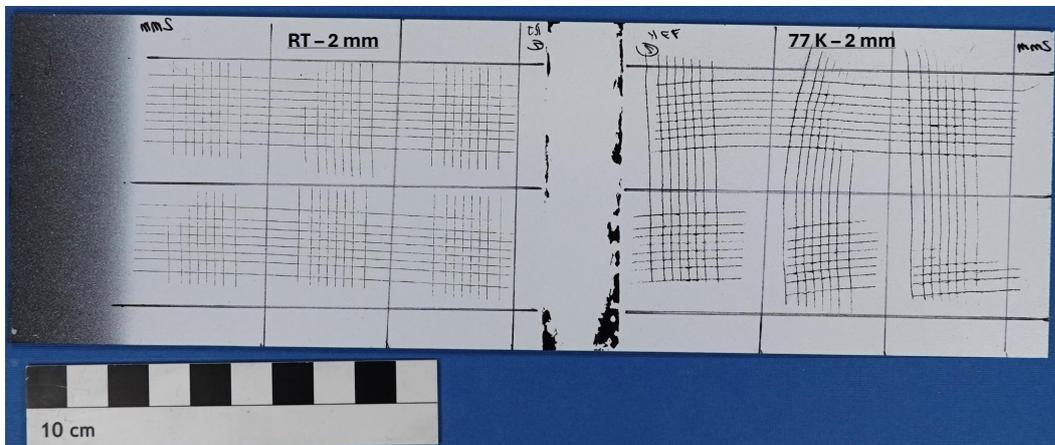
In den folgenden Versuchen wird der Aufbau der 3D-Bildkorrelation validiert. Dies in speziellem Augenmerk der Verlässlichkeit der Messung ohne Korrektur- und Rekonstruktionsmaßnahmen. Hierbei wurde zuerst die Eignung des Pattern selbst bestimmt, anschließend der Einfluss der verschiedenen optischen Medien (Vakuum, Sichtfenster) untersucht. Zuletzt erfolgt der Vergleich der Messung der 3D-Bildkorrelation mit einem Dilatometer. Damit wird die Genauigkeit der Messungen der 3D-Bildkorrelation zur Abbildung des Kennwertes der Dehnung der Proben bewertet. Es muss jedoch berücksichtigt werden, dass Größe der Facetten und Facettenabstände verschiedene Fehleinschätzungen verursachen, wodurch die funktionelle Verzerrung sowie das Rauschen in verschiedenem Maße

## 5.1 Validierung der 3D-Bildkorrelation für die Anwendung am Kryostat

beeinflusst werden. An dieser Stelle wird nochmals auf Merzkirch verwiesen, worin der Sachverhalt genauer betrachtet wird [129]. Nach Ausschluss aller von Merzkirch definierten vermeidbaren Quellen hierfür, bleiben die unvermeidbaren Quellen und im Speziellen die Facettengröße als auch der Facettenabstand entscheidende Faktoren für die Fehleinschätzung. Die folgenden Messungen gelten somit lediglich für den Aufbau und die Parameter wie in Kapitel 4, Tabelle 4.2 und Tabelle 4.1 dargestellten Einstellungen.

### 5.1.1 Haftung des Patterns bei kryogenen Temperaturen

Im weiteren Zusammenhang spielt die Haftung des Pattern eine entscheidende Rolle auf die Qualität der Messungen. Mit verringerter Temperatur wird das Pattern zunehmend steifer und ist weniger in der Lage, die geringen Dehnungen innerhalb einer mechanischen Prüfung in der Realität wiederzugeben. Zudem kann die verringerte Temperatur dazu führen, dass sich das Pattern von der Probenoberfläche löst und somit keine Abbildung der Verschiebungen der Probe zulässt. Dies ist nicht zwingend in einer lokalen Anomalie innerhalb der Messungen beobachtbar. Denkbar wäre ein vollständiges Entfernen des Pattern von der Probe der Druckprüfung, wobei jedoch das Pattern selbst eine ausreichende Festigkeit und elastisches Dehnungsvermögen vorweist, sodass sich dieses in der Probe zwischen den Lasteinleitungselementen einklemmt. Somit würden Verschiebungen und Positionsänderungen lediglich auf das Pattern selbst zurückzuführen sein.



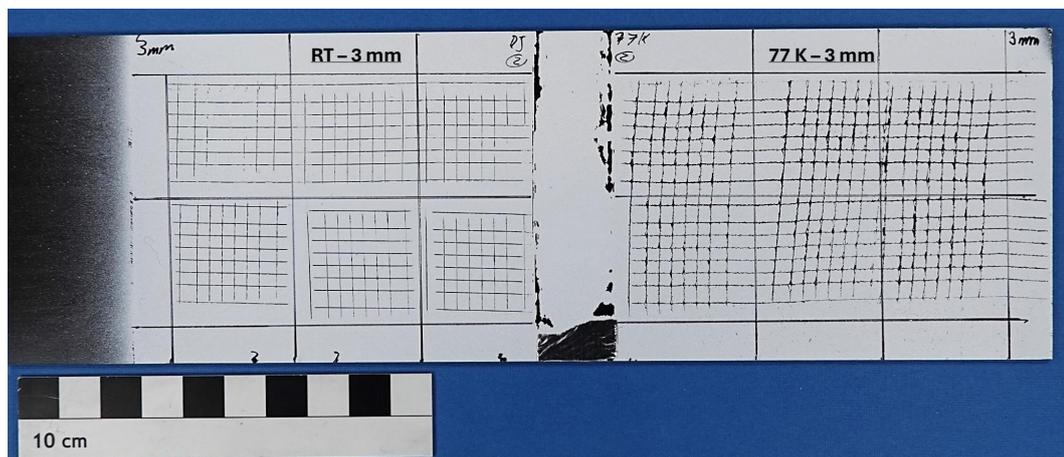
**Abbildung 5.1:** Ergebnisse des Gitterschnitttests nach ISO 2409 bei Raumtemperatur (links) und bei 77 K (rechts). Der Schneidenabstand betrug 2 mm. Der Schnitt bei 77 K wurde eingetaucht in einem Bad aus flüssigem Stickstoff durchgeführt.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Die Untersuchung der Haftfähigkeit des Pattern ist in diesem Rahmen somit ein wesentlicher Bestandteil. Der Gitterschnitttests gibt hierzu eine Tendenz zur Verlässlichkeit der aufgenommenen Daten der 3D-Bildkorrelation auf Basis der Haftung des Pattern. Hierbei wurde der Test am selben CFK-Substrat, welches auch in den mechanischen Prüfungen verwendet wurde, durchgeführt.

Die Ergebnisse der Haftungsprüfung basierend auf den Gitterschnitttest, nach ISO 2409 und beschrieben in Tabelle 5.1, sind in Abbildung 5.1 für 2 mm Schneidenabstand und in Abbildung 5.2 für 3 mm Schneidenabstand dargestellt [3]. Aufgrund einer Schichtdicke des Pattern von etwa 0,120 mm, im Übergangsbereich der Norm von 2 mm zu 3 mm Schneidabstand, wurden beide Schneidenabstände untersucht. Dabei wurde nach der Bewertungstabelle in Tabelle 5.1 bei Raumtemperatur eine Festigkeit im Rahmen der Bewertungsstufe 0 ermittelt. Bei 77 K innerhalb eines Bades aus flüssigem Stickstoff wurde eine Festigkeit im Rahmen der Bewertungsstufe 1 bis 2 beobachtet. Einzelne Abplatzungen am Rand entlang der Schnittkanten des Gitterschnitttests lässt auf eine Versprödung des Pattern-Materials schließen.

Somit ist von einer für die Versuche ausreichende Haftfähigkeit des Pattern auszugehen. Es ist lediglich mit kleineren lokalen Anomalien zwischen einzelner Facetten und Facettenabständen zu rechnen. Von einem flächigen bis zu einem vollflächigen Trennen von Probenoberfläche und Pattern ist nicht auszugehen.



**Abbildung 5.2:** Ergebnisse des Gitterschnitttests nach ISO 2409 bei Raumtemperatur (links) und bei 77 K (rechts). Der Schneidenabstand betrug 3 mm. Der Schnitt bei 77 K wurde eingetaucht in einem Bad aus flüssigem Stickstoff durchgeführt.

## 5.1 Validierung der 3D-Bildkorrelation für die Anwendung am Kryostat

**Tabelle 5.1:** Einkategorisierung der Ergebnisse des Gitterschnitttests in Anlehnung an die Beschreibungen in ISO 2409 [3].

Kennwert nach ISO 2409	Beschreibung
0	Glatte Schnittränder; keines der Quadrate ist abgeplatzt
1	Splittrige Abtrennungen an den Schnittpunkten des Gitters; < 5 % der Gesamtfläche betroffen
2	Abtrennungen längs und/oder an den Schnittpunkten des Gitters; > 5 % jedoch < 15 % der Gesamtfläche betroffen
3	Abtrennungen in Streifen längs der Schnittränder; Quadrate teilweise oder vollständig abgetrennt; > 15 % jedoch < 35 % der Gesamtfläche betroffen
4	Flächige Abtrennungen von Streifen und Quadraten; > 35 % jedoch < 65 % der Gesamtfläche betroffen

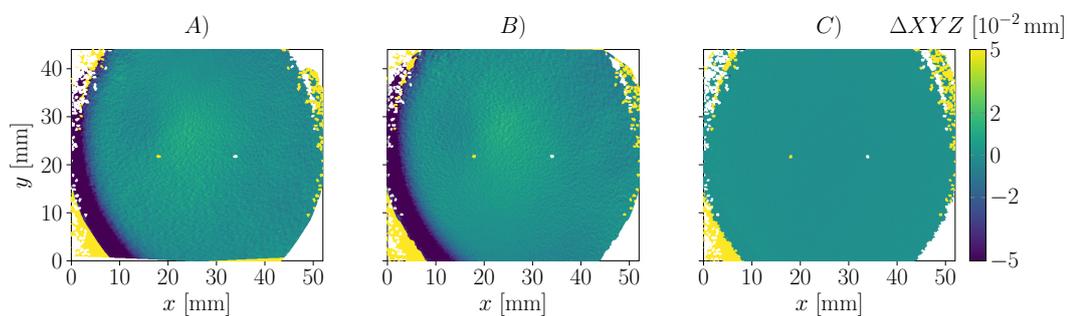
### 5.1.2 Einfluss optischer Medien

Ein wesentlicher wissenschaftlicher Fortschritt und die Erweiterung des technischen Standes findet sich in der Ermittlung von verlässlichen Daten der 3D-Bildkorrelation wieder. Der Einfluss von Konvektion innerhalb einer Prüfkammer als auch die Beeinflussung des Strahlengangs durch Materie, ausgehend von der Probe bis zu dem Sensor der Kamera, erfordert zumeist eine aufwendige Rekonstruktion der gemessenen Daten. Dies wurde in Kapitel 2 detailliert beschrieben. Hingegen zeigt die stereotypische Anordnung der flachen Fenster aus Borsilikat, lotrecht zur Kameralinse einen erfolgsversprechenden Ansatz zur Aufnahme von Messdaten der 3D-Bildkorrelation ohne die Notwendigkeit einer Nachbearbeitung der Daten [121, 120, 119, 118, 135, 117]. Für die Untersuchung dieser Abbildungsgenauigkeit anhand einer Form wurde in der vorliegenden Arbeit eine sphärische Geometrie mithilfe der 3D-Bildkorrelation vermessen. Die sphärische Geometrie wurde dabei unter verschiedenen Bedingungen aufgenommen. Basierend auf den Untersuchungen von Su et al. stellt diese Geometrie eine besondere Herausforderung dar [109]. Durch die stetige Veränderung von Abstand und Reflektionswinkel einer Facette zur nächsten, kann so der Einfluss auf den Strahlengang und die Notwendigkeit einer Korrekturmaßnahme evaluiert werden. In Abbildung 5.3 ist ein Flächenvergleich von verschiedenen Aufnahmen der 3D-Bildkorrelation dargestellt. Insgesamt erfolgte je eine Aufnahme im Kryostaten mit und ohne Vakuum (0,00254 mbar) und eine Aufnahme außerhalb des Kryostaten

## 5 Ergebnisse und Diskussion

bei Standard-Raumbedingungen. Die Abbildungen zeigen Abweichungen der einzelnen aufgenommenen Flächenkomponenten, nach einer Besten-Passform-Evaluierung des verwendeten Auswerteprogrammes. Bei dieser Evaluierung werden die Aufnahmen der beiden Kameras bei den verschiedenen Bedingungen vom Berechnungsprogramm übereinander gelegt, sodass statistisch möglichst geringe Abweichungen entstehen. Die Grundlage bildet eine Aufnahme und somit eine Fläche oder ein Körper, woraus ein Modell hervorgeht. Anschließend wird eine weitere Aufnahme, unabhängig ihrer wahren Position im Raum, als Modell aufgefasst und das Grundmodell angepasst, ohne dabei die geometrische Form des Modells zu verändern. Ziel ist es Unterschiede zwischen dem gemessenen Modell und des Grundmodells zu minimieren. Die Qualität der Anpassung wird durch die Analyse der Abweichungen zwischen den Grundmodell und dem Beste-Passform-Modell bewertet. Dies hilft bei der Beurteilung der Messgenauigkeit und bei der Identifizierung systematischer Fehler oder lokaler Verformungen [136].

Die somit relativen Abweichungen zeigen sich im Mikrometerbereich, absolute Positionsabweichungen sind nicht dargestellt. Die Abweichungen sind im Randbereich ausgeprägt und auf die Ränder der Sichtfenster zurückzuführen, als auch auf die unzureichende Tiefenschärfe entlang des Messvolumens. Letztere werden durch den in Abschnitt 4.2.1 bereits erwähnten Medianfilter geglättet.



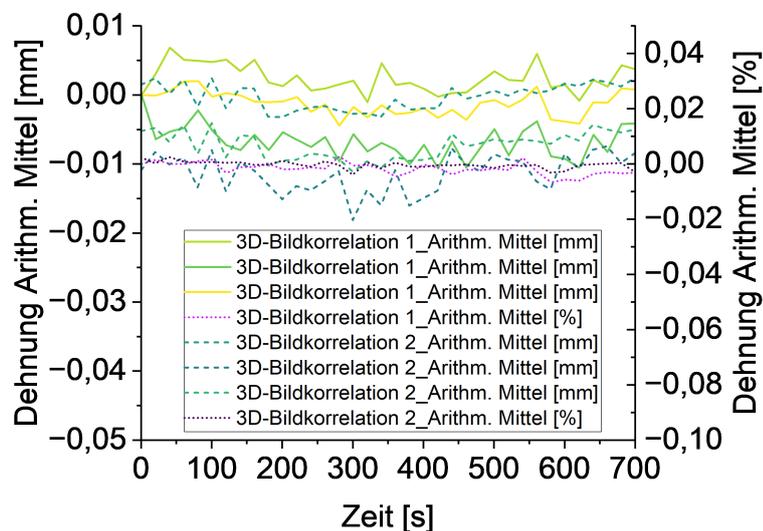
**Abbildung 5.3:** Ergebnisse des Einflusses der Sichtfenster auf die relative Position der Facetten nach einer Besten-Passform-Evaluierung der Flächenkomponente einer Halbschale mit Durchmesser 12 cm. A) Kryostat evakuiert zu Standard-Raumbedingungen B) Kryostat evakuiert zu Standard-Raumbedingungen C) Kryostat evakuiert zu Kryostat nicht evakuiert.

Die Untersuchungen in dieser Arbeit weisen somit auf einen Einfluss von Sichtfenstern auf die Abbildungsgenauigkeit hin. Ein Einfluss von Konvektion sowie durch Lichtbrechung auf die relative Position von Facetten konnte jedoch nicht in einem signifikanten Umfang ermittelt werden. Dies beruht auf den ermittelten Abweichungen, welche sich im Rauschbereich der 3D-Bildkorrelation befinden. Um das Rauschen zu messen wurde

### 5.1 Validierung der 3D-Bildkorrelation für die Anwendung am Kryostat

über einen Zeitraum von 700 Sekunden Bilder einer ebene Fläche im Kryostaten von der 3D-Bildkorrelation durch die Sichtfenster aufgenommen. Die ebene Fläche entsprach der Fläche des Aluminiumstabes für die Messung der thermischen Dehnung und wurde im selben Aufbau vor der Kühlung des Aluminiumstabes für die Ergebnisse in dem folgendem Abschnitt 5.1.3 aufgenommen.

Das Rauschen der 3D-Bildkorrelation konnte mit einer Schwankung von maximal 0,017 mm zum Nullwert beobachtet werden. Die Messung des Rauschbereichs ist in Abbildung 5.4 dargestellt. Eine aussagekräftige Untersuchung der Abweichungen der absoluten Position ist jedoch an dieser Stelle ausstehend. Dies liegt der herausfordernden genauen Rekonstruktion desselben Arbeitsabstandes von Geometrie zu Kamera mit gleicher Fokusebene bei den verschiedenen Aufnahmen zu Grunde. Eine Rekonstruktion ist nur unter wesentlichem Fehlereinfluss infolge Positionsabweichungen möglich. Zudem muss eine weitere Kalibrierung des Systems erfolgen, wodurch in Bezug auf die Genauigkeit und Einschneideabweichung keine gleichen Voraussetzungen herrschen. Jedoch sind basierend auf den hier dargestellten Ergebnissen nur geringe Messfehler im Rahmen des dargestellten Rauschens durch das verwendete System und der Parametereinstellung der 3D-Bildkorrelation zu erwarten. Die Abweichungen, welche sich durch die Änderung des Strahlengangs sowie der Konvektion werden für die im folgenden relativen Messungen als vernachlässigbar angesehen.



**Abbildung 5.4:** Ergebnisse der Messung des Rauschens der 3D-Bildkorrelation über die Zeit als Auswirkung auf das Arithmetische Mittel der Dehnungen in Prozent und in Millimeter.

### 5.1.3 Vergleich der Messergebnisse aus 3D-Bildkorrelation und Dilatometrie

Einhergehend mit einem sich möglicherweise zunehmend versprödendem Pattern zu tieferen Temperaturen, wurden die Ergebnisse einer Tieftemperaturdilatometrie mit jenen einer 3D-Bildkorrelation verglichen. Durch eine mit tieferen Temperaturen zunehmende Versprödung des Materials kann mit einer veränderten Reaktion des Pattern auf die Bewegungen der darunterliegenden Probe gerechnet werden [137]. Die thermische Dehnung des Patterns sowie dessen Änderung der Steifigkeit kann zu einer Verzerrung des Musters und einer möglichen Ablösung von der Probe führen. Darüber hinaus kann das Missverhältnis der Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen der Probe und dem Material des Pattern zu einer Verformung oder Rissbildung des Musters führen [137]. Um den Einfluss dieser Vorgänge auf die Messung der 3D-Bildkorrelation bewerten zu können, erfolgte eine Untersuchung des Pattern aufgetragen auf das Aluminiumsubstrat. Durch Kühlung dieses Substrates im Kryostaten und in einem Dilatometer wird so über die thermische Dehnung des Substrates ein Vergleich zur Beurteilung der Eignung des Systems der 3D-Bildkorrelation in Kombination mit dem Pattern erstellt. Es wurde die Probe somit in einem Dilatometer als auch im Kryostaten unter der Begleitung der 3D-Bildkorrelation heruntergekühlt. Damit wird dargestellt, in welchem Rahmen das Pattern mit zunehmend tieferen Temperaturen die Dehnungen des Untergrundes abbilden kann. Die Ergebnisse hierzu sind in Abbildung 5.5 dargestellt. Hierbei ist zu beachten, dass die Dilatometrie von einer eingekühlten Probe aus mit der Messung über eine kontrollierte Heizrate startet, während die 3D-Bildkorrelation die Abkühlung des Materials beobachtet. Da die Dilatometrie also keine kontrollierte Kühlung der Probe ermöglicht, kann die Temperatur nur über eine Erwärmung geregelt werden. Dennoch sollte der Nullwert der Dehnung für beide Systeme identisch sein, da die Messungen unter kontrollierten Laborbedingungen bei gleicher Temperatur durchgeführt wurden. Aufgrund dessen ist zusätzlich eine Abbildung der Kurven dargestellt, welche bei 293.15 K genullt sind. Dies entspricht in etwa den vorherrschenden Laborbedingungen

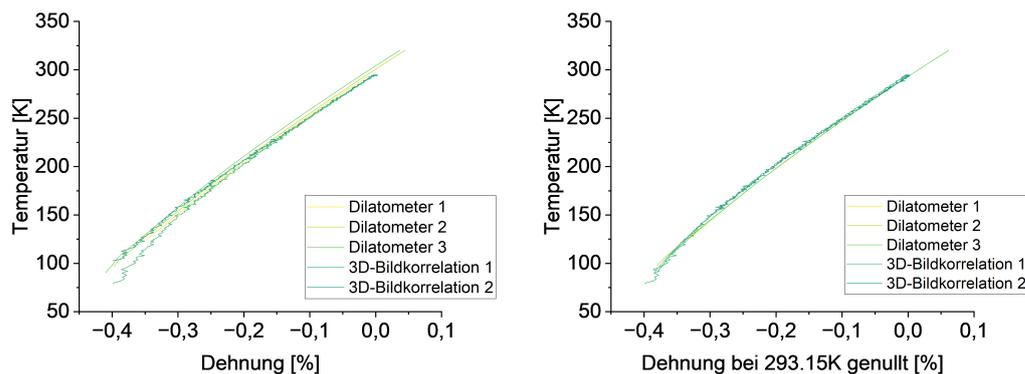
Dies begründet sich auch aufgrund der Position des Thermoelements im Dilatometer. Dieses misst die Umgebungstemperatur der Heliumatmosphäre und nicht die Temperatur der Probe. Jedoch erfolgte die Temperaturmessung im Kryostaten direkt im Kontakt der Sensoren zum Probenmaterial und zusätzlich einer von Gas evakuierten Umgebung. Demnach ist von einer Überschätzung der Temperatur im Dilatometer aufgrund der kontrollierten Erwärmung über eine umliegende Heizspirale auszugehen. Diese Spirale übertrug die Wärmeenergie über die Heliumatmosphäre auf die Probe. Die Probe wird entsprechend

## 5.1 Validierung der 3D-Bildkorrelation für die Anwendung am Kryostat

aufgrund der bei tiefen Temperaturen geringeren Wärmeleitfähigkeit des Aluminiums (basierend auf Ergebnissen einer ähnlichen Aluminiumlegierung EN AW 6061 [69, 132]) bei der wirkenden Heizrate von 3 K/min grundsätzlich eine geringere Temperatur aufgewiesen haben. Eine geringere Heizrate, um die geringere Wärmeleitung zu kompensieren, konnte mit dem verwendeten Dilatometer aufgrund des in diesem Rahmen hohen Wärmeeintrages seitens des systematischen Aufbaus nicht kontrolliert eingestellt werden.

Die Ergebnisse der Dilatometrie zeigen zu den Ergebnissen der 3D-Bildkorrelation einen ähnlichen bis sich deckenden Verlauf. Dabei sind die Kurven der 3D-Bildkorrelation weniger geglättet, was auf ein Rauschen der Messung hindeutet. Der Einfluss des Rauschens auf die Messung der Dehnungen im arithmetischen Mittel der 3D-Bildkorrelation ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Zusammengefasst kann in der folgenden Validierung der Prüfvorrichtungen im Kryostaten von einem Pattern ausgegangen werden, welches bei den tiefen und kryogenen Temperaturen eine Dehnung der Probe bis mindestens 0,4 % in einer Detailgenauigkeit des Dilatometers darstellt.

Es wird davon ausgegangen, dass die Haftfähigkeit des Pattern auf einer CFK-Probe, im Vergleich zu einem Aluminiumsubstrat, gleich ist. Jedoch mit einer Tendenz zu einer höheren Haftung des Pattern auf einem Aluminiumsubstrat auf Basis der hierfür für eine Haftung vorteilhaften höheren Oberflächenenergie [138, 139].



**Abbildung 5.5:** Gegenüberstellung der Dehnungsmessung zur Temperatur von 3D-Bildkorrelation am Kryostaten. Mit genulltem Dilatometer bei tiefster Temperatur (links) und bei 293 K (rechts).

## 5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung

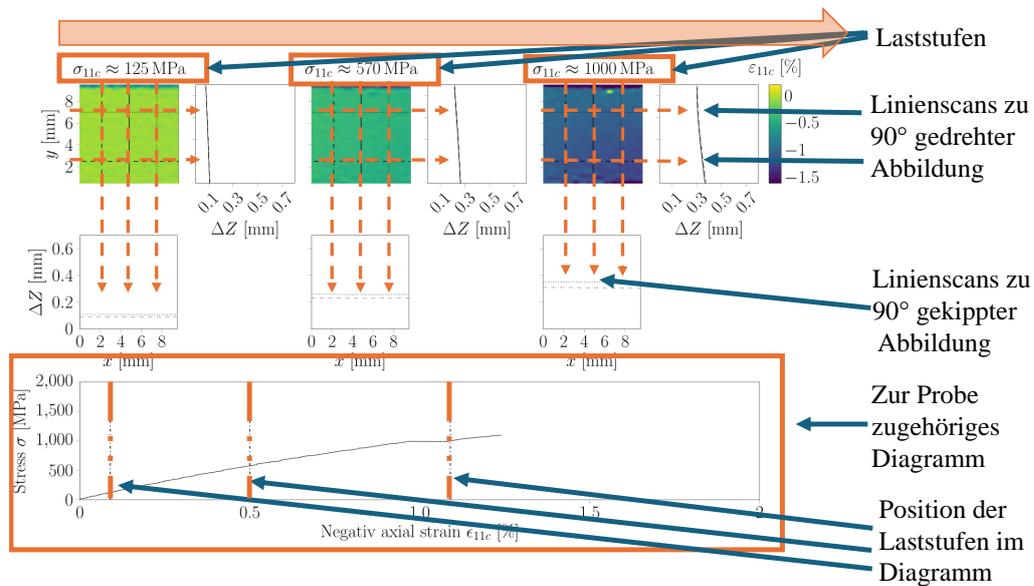
In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Anwendung der 3D-Bildkorrelation von gekühlten Proben im Kryostaten dargestellt. Hierzu werden verschiedene Messgrößen wie Dehnung und Scherwinkel aufgezeigt, sowie die Ermittlung aller relevanter Daten zur Kennwertermittlung. Linienprofile ermöglichen zudem eine quantitative Auswertung von Verschiebungen, Positionierungen und die Verteilungen wichtiger Größen. Dieses Kapitel komplementiert somit die applikative Fragestellung und leitet zur konstruktiven Fragestellung der Eignung der Prüfvorrichtungen weiter.

### 5.2.1 Erläuterungen zu den dargestellten Abbildungen

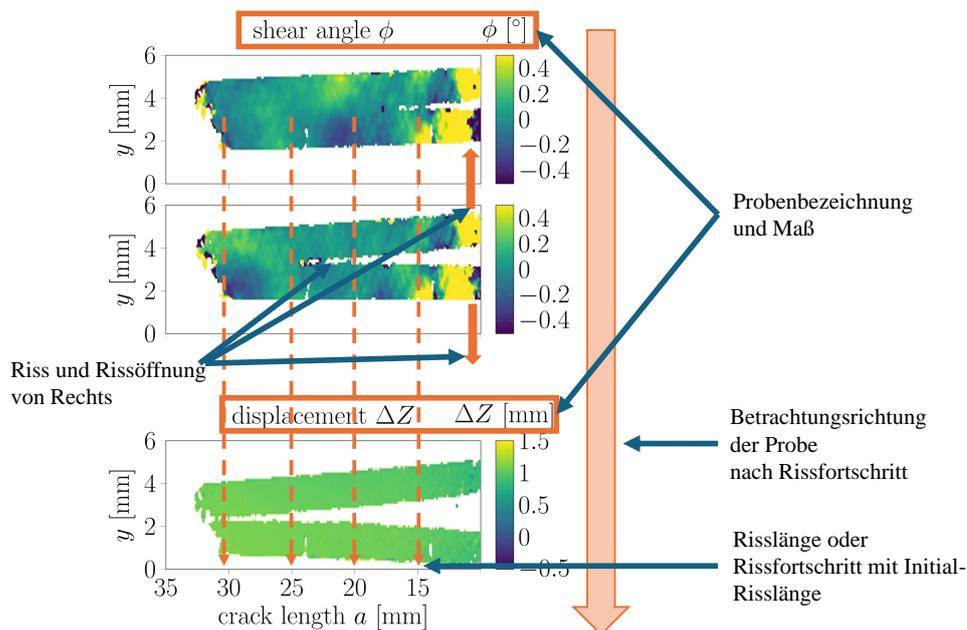
Die folgend dargestellten Abbildungen der Messdaten der 3D-Bildkorrelation entsprechen einem gleichbleibenden Schema in deren Aufbau. Dargestellt wird stets die Messung einer Probe bei mehreren Stufen, siehe Abbildung 5.6. Während bei quasi-statischen Prüfungen die Abfolge der Laststufen von links nach rechts erfolgt, erfolgt diese der Übersicht halber bei bruchmechanischen Versuchen von oben nach unten mit der Risslänge (siehe Abbildung 5.7). Die in der Fläche dargestellte Kenngröße entspricht jener der Überschrift der Farbkarte, welche sich stets am rechten Rand der Abbildung auf Höhe der farblichen Darstellung befindet.

Zur Darstellung des quantitativen Verlaufes der Messungen wurden die Linienprofile ausgewertet und entsprechend der Sichtposition dargestellt. Befinden sich die Linienprofile rechts von der Farbdarstellung, so ist es eine von links der Vorderseite betrachtete Projektion. Es entspricht einer Drehung der Farbdarstellung um  $90^\circ$  nach rechts um eine vertikale Projektionsachse. Befinden sich die Linienprofile unterhalb der Farbdarstellung, so wurde die Farbdarstellung um  $90^\circ$  um eine horizontale Projektionsachse gekippt und entspricht einer Draufsicht. Verdeutlicht wird dies in Abbildung 5.8 dargestellt. Dieses System der Betrachtungsweisen durch Kippen und Drehen um  $90^\circ$  ist gängig in der Praxis zu technischen Zeichnungen und wird in dem Buch von Labisch [140] detaillierter betrachtet. Die Kennwerte des Linienprofils können vom farblich dargestellten Kennwert abweichen, eine genaue Beschreibung des Kennwertes ist den Koordinatenachsen zu entnehmen welche für die darauf Lotrecht stehende Zeile oder Spalte gilt. Dies gilt auch für die Werte der Koordinatenachse, welche der Übersicht halber so pro Zeile oder Spalte nur einmal dargestellt sind. Als Farbkarte wird eine „Viridis“-Skala verwendet, um den Zugang für Farbenblinde und der Anwendung von Graustufen zu gewährleisten [141]. Die gleichmäßige

## 5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung



**Abbildung 5.6:** Schematische Abbildung des Aufbaus eines Ergebnisses einer quasi-statischen Prüfung mit der Betrachtungsrichtung und Linienprofil einer Probe bei verschiedenen Laststufen.

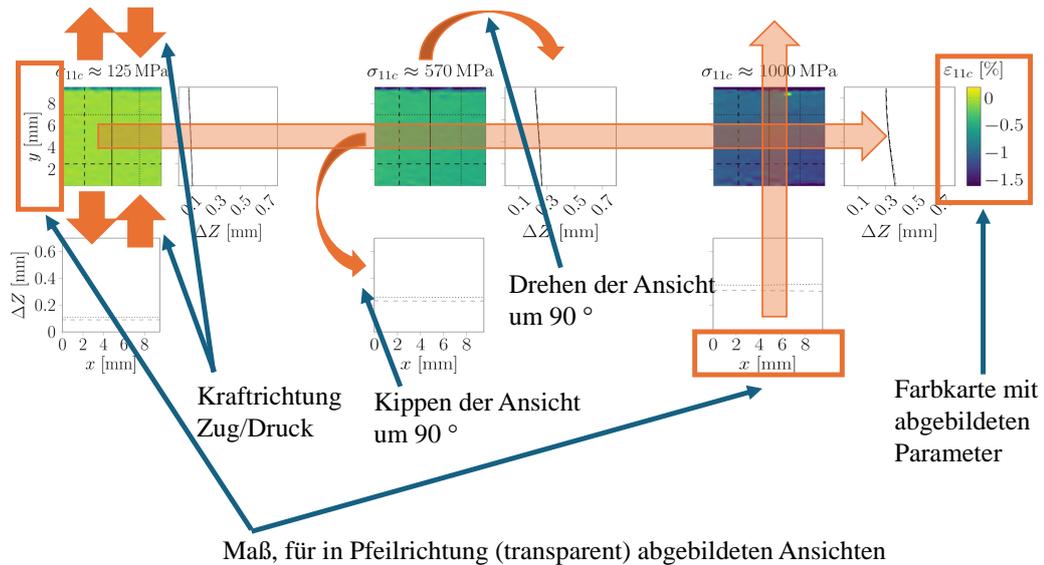


**Abbildung 5.7:** Schematische Abbildung des Aufbaus eines Ergebnisses einer bruchmechanischen Prüfung mit der Betrachtungsrichtung einer Probe bei verschiedenen Rissfortschritten.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Wahrnehmung von Farbänderungen basiert darauf, dass gleiche Schritte in den Daten auch als gleiche Schritte in der Farbdarstellung wahrgenommen werden können.

Es ist zu beachten, dass die als Farbkarte dargestellte Fläche nicht zur Berechnung der Dehnung herangezogen wurde. Die berechnete Dehnung erfolgte innerhalb der RVI dargestellt in Kapitel 2.



**Abbildung 5.8:** Schematische Abbildung des Aufbaus eines Ergebnisses einer quasi-statischen Prüfung mit der Betrachtungsrichtung der Koordinatenachsen, Kraftwirkung und Farbkarte.

### 5.2.2 Zug

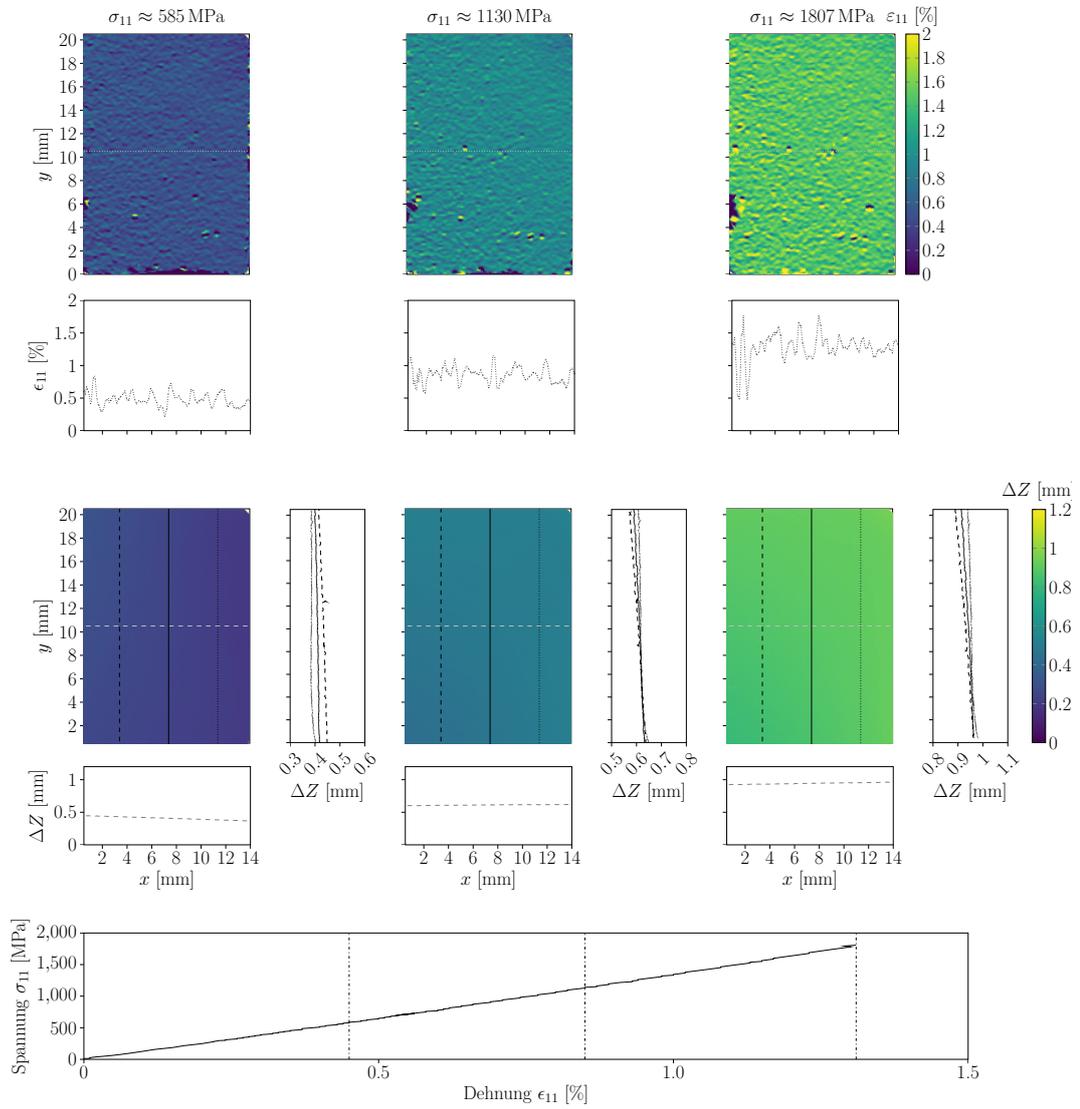
Mithilfe der 3D-Bildkorrelation konnte eine Fläche von etwa 20 mm mal der Probenbreite während der gesamten Zugprüfung beobachtet werden. Dabei ist zu berücksichtigen, dass sich die Probe während der Prüfung um jeweils etwa 10 mm in die Probenhalter einzieht. Demnach sich als Resultat die Probe während einer Prüfung um diese Strecke nach oben bewegt. Diese in etwa 10 mm können anschließend nicht mehr von der 3D-Bildkorrelation einer Facette des Referenzbildes bei einer Last von 0 N zugeordnet werden. Dies führt zu einer Reduzierung des kontinuierlich beobachtbaren Messbereiches, da sich die Probe zur Referenz aus dem Messraum bewegt.

Die Ergebnisse der Verschiebungen und Dehnungen sind, gemäß den Erläuterungen in Abschnitt 5.2.1, in Abbildung 5.9 und 5.10 für zwei Proben exemplarisch dargestellt. Die Ergebnisse der 3D-Bildkorrelation zeigen ein homogenes Dehnungsfeld entlang der Pro-

## *5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung*

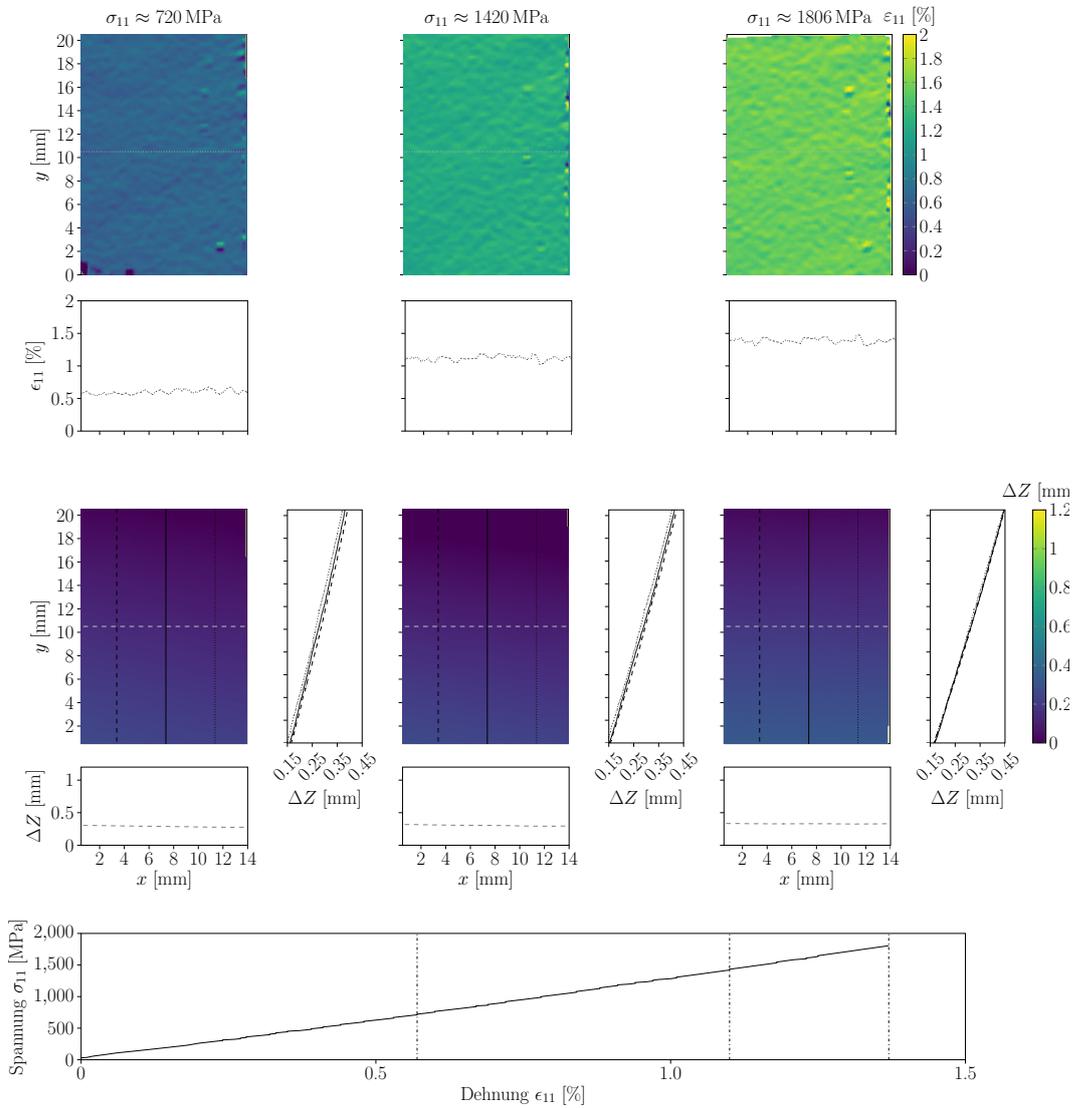
benbreite, zeigt sich aber in den Linienprofilen sensitiv zur Oberflächenrauigkeit. Entlang der faserparallelen Achse wird ebenfalls eine homogene Dehnungsverteilung beobachtet. Die Linienprofile entlang einer faserparallelen Achse zeigen sich weniger sensitiv zur Oberflächenrauigkeit. Jedoch decken sich diese Linienprofile nicht, was eine Verdrehung der Probe um eine faserparallele Achse hindeutet. Zudem sind die Linienprofile entlang faserparalleler Achsen im beobachteten Bereich nicht senkrecht, dennoch linear. Die erzeugten Linienprofile der z-Achsen-Verschiebungen (außerhalb der Ebene) für die dargestellten Spannungszustände entlang der faserparallelen Achse weisen aufgrund der Linearität auf keine vorhandene Biegung der Probe hin. Basierend auf den Daten der Dehnungsmessung in der RVI der Zugprobe wird ein überwiegend linear-elastisches Materialverhalten in den jeweiligen Spannungs-Dehnungs-Kurven vor dem endgültigen Versagen festgestellt. Die Proben wurden in diesen Versuch auf etwa  $130\text{ K} \pm 25\text{ K}$  gekühlt [126].

## 5 Ergebnisse und Diskussion



**Abbildung 5.9:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe Kryostat\_Zug\_1.

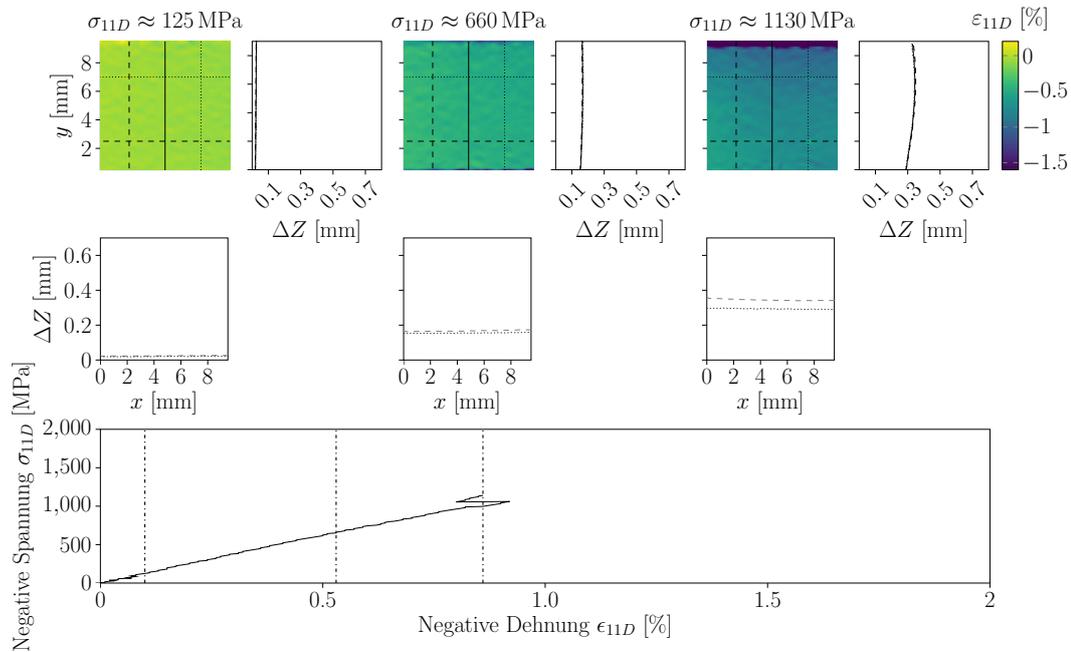
## 5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung



**Abbildung 5.10:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe Kryostat\_Zug\_2.

### 5.2.3 Druck

Die Abbildung 5.11, Abbildung 5.12 zeigen die Ergebnisse der 3D-Bildkorrelation der Prüfung unter faserparalleler Druckbelastung. Die Farbdarstellungen zeigen eine über die Querrichtung gleichbleibende Spannung. In vertikaler Richtung, vom Übergang der Prüffläche zu Aufleimer, ist eine Spannungsüberhöhung erkennbar. Diese Spannungsüberhöhung korreliert mit den sowohl vertikalen als auch horizontalen Linienprofilen. Zudem weisen die Linienprofile der z-Achsen-Verschiebung in horizontaler Richtung sowohl einen Versatz zueinander als auch eine Krümmung auf. Der Versatz ergibt sich aufgrund einer Biegung wie sie die vertikalen Linienprofile zeigen. Die Krümmung der horizontalen Linienprofile zeigt sich in einem Versatz der vertikalen Linienprofile zueinander, wird jedoch aufgrund ihrer geringen Ausprägung zum absoluten Wert der Verschiebung als vernachlässigbar angesehen.

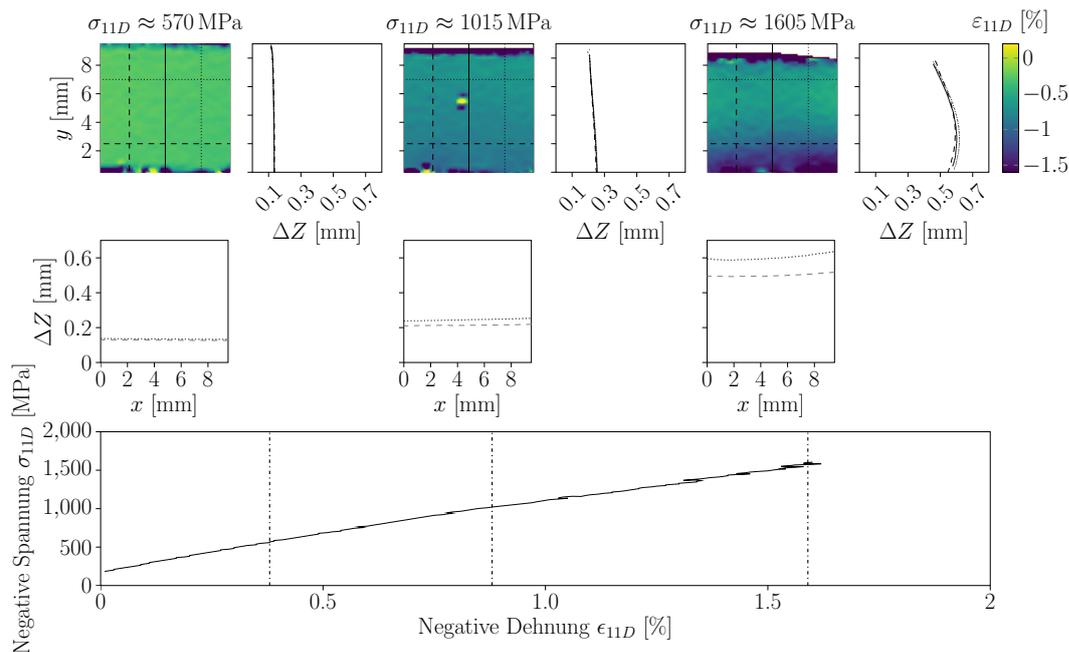


**Abbildung 5.11:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe Kryostat\_Druck\_3.

Darüber hinaus wird vor dem Versagen eine maximale Durchbiegung im Bereich nahe bzw. am Übergang zu den Lasteinleitungselementen von maximal 0,6 mm beobachtet. Folglich deuten die geringen Bewegungen außerhalb der Ebene auf eine Durchbiegung des geprüften Bereichs von weniger als 10 % gemäß ASTM D 6641 hin. Zudem lassen sich

## 5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung

im Dehnungszustand keine Analogien zu den Untersuchungen von Yuan et al. [77] unter Verwendung der 3D-Bildkorrelation feststellen. Yuan et al. arbeiteten mit gezielten Imperfektionen, um elastisches Beulen, plastisches Beulen, Knickbänder und Scherversagen im Druckversuch von unidirektionalem kohlenstofffaserverstärktem Verbundwerkstoff entlang der Faserparallelachse zu induzieren. Anhand der vertikalen Linienprofile erkennt man ein homogenes Ausknicken der Probe infolge der Belastung, eine Torsion und Verdrehung entlang einer faserparallelen Achse wird nicht nachgewiesen.



**Abbildung 5.12:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe Kryostat\_Druck\_2.

Das zulässige Biegeknicken wird im verwendeten Aufbau lediglich einseitig beobachtet, jedoch zeigt sich bei den Proben in eine z-Richtung eine positive Biegung außerhalb der Ebene. Eine zulässige Biegung nach Formel (3) in Kapitel 2 Abschnitt 2.3.2 kann nur infolge einer positiven Verschiebung in z-Richtung außerhalb der Ebene erfolgen. Ein unzulässiger Knickfall würde nach Yuan et al. zu einer omega-förmigen Ausprägung der vertikalen Linienprofile sowie entsprechend sichtbaren Dehnungsüberhöhung in der 3D-Bildkorrelation führen. Aufgrund der geringen Ausprägung dieser Merkmale kann von einem Biegeknicken von weniger als 10 % als Normgrenze ausgegangen werden. Dennoch könnte mit der beidseitigen Messung dieser Sachverhalt während einer Prüfung vollständig geklärt werden. Mit dem in dieser Arbeit dargestellten Aufbau ist zudem eine Betrachtung

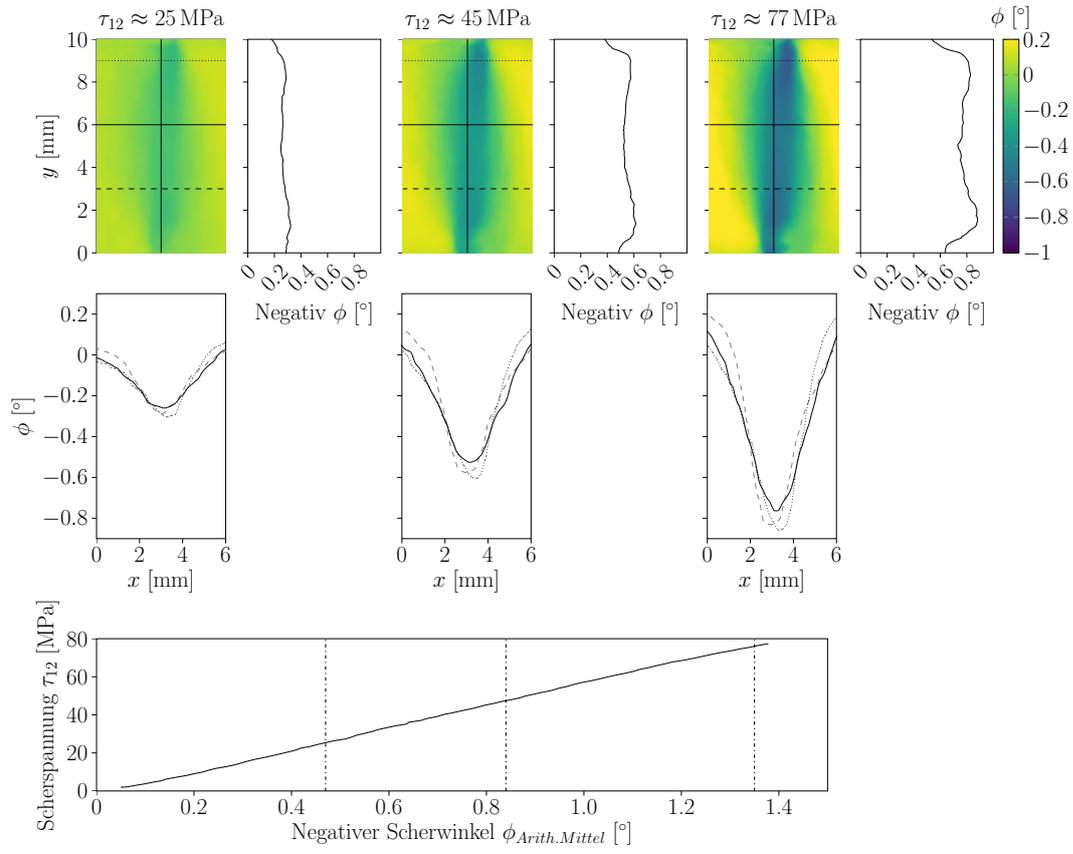
## 5 Ergebnisse und Diskussion

der schmalen Seitenfläche während des Versuches unter dem Hintergrund denkbar, dass die Messungen der 3D-Bildkorrelation entlang eines etwa 0,5 mm breiten Bereichs am Rand Messanomalien enthalten. Aufgrund dessen weisen alle hier dargestellten Messungen sowohl bei Druckversuchen als auch bei Zugversuchen eine schmalere RVI als die gesamte Probenbreite auf. Die Probentemperatur betrug etwa  $75 \text{ K} \pm 5 \text{ K}$  [126].

### 5.2.4 Schub 12 / 23

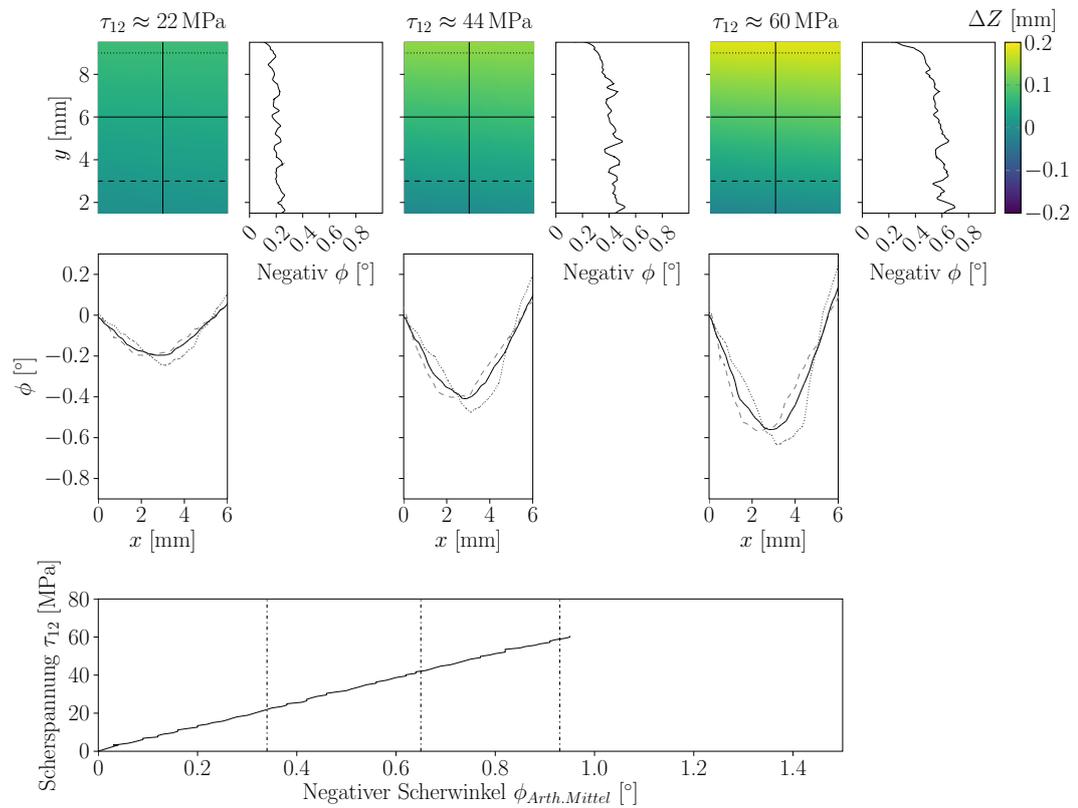
Die Ergebnisse der 3D-Bildkorrelation entlang der 1-2-Ebene sind in Abbildung 5.13, Abbildung 5.14 dargestellt. Die Ergebnisse der Prüfung entlang der 2-3-Ebene sind in Abbildung 5.15 und Abbildung 5.16 dargestellt. Eine lokale Bewertung der Scherdehnung und des entsprechenden intra- bzw. interlaminaren Versagens erfolgt durch Messung des Scherwinkels mittels 3D-Bildkorrelation in der vorgesehenen RVI. Dieser ist schematisch dargestellt in Abbildung 2.21. Die Länge der RVI entlang der x-Achse wurde so gewählt, dass sie die homogene Dehnungsverteilung zwischen den Kerben abdeckt und die durch Kanteneffekte und Defekte in der Nähe der Kerbspitzen verursachten Spannungskonzentrationen ausschließt. Dabei wurden die Scherdehnungen in Tabelle 5.2 auf der Grundlage des durchschnittlichen Scherwinkels innerhalb der RVI berechnet. Bei beiden Scherversuchen in der Ebene führte das Probedesign mit doppelseitiger Einkerbung zu den gewünschten Dehnungskonzentrationen, die eine valide lokale Bestimmung der Steifigkeit und des entsprechenden intra- bzw. interlaminaren Versagens ermöglichen. Es ist zu erkennen, dass sich mit zunehmender Last die Spannung an der Kerbe von der Spannung zwischen den Kerben erhöht absetzt. Die Lage der höchstbelasteten Ebene ist bei allen dargestellten Prüfungen ermittelbar. Die Messungen ermöglichen zudem Abweichungen dieser Ebene aufzuzeigen. Speziell im Vergleich von Abbildung 5.13 und Abbildung 5.15 zeigen sich diese potenziellen Abweichungen. In Abbildung 5.13 deckt sich die Lage Tiefpunkte der horizontalen Linienprofilen und weichen nur in ihrer Ausprägung aufgrund der Spannungsüberhöhung an den Einkerbungen voneinander ab. Hingegen sind in Abbildung 5.15 auch Abweichungen der horizontalen Position der Tiefpunkte erkennbar. Abbildung 5.14 stellt in der flächigen Darstellung der Farbkarte Bewegungen außerhalb der beobachteten Ebene dar. Es ist eine Verschiebung der Probe in z-Richtung erkennbar. Abbildung 5.15 bis Abbildung 5.16 weisen in gelber Farbe auf Scherspannungen um die Einkerbungen hin, welche im Widerspruch mit der höchstbelasteten Ebene stehen. Auch diese Abbildungen lassen eine Spannungsüberhöhung zu den Einkerbungen beobachten. Die Temperatur der Proben der Prüfung entlang der 1-2-Ebene betrug  $109 \text{ K} \pm 8 \text{ K}$  [126], jene der Prüfung entlang der 2-3-Ebene betrug  $81 \text{ K} \pm 5 \text{ K}$  [126].

## 5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung



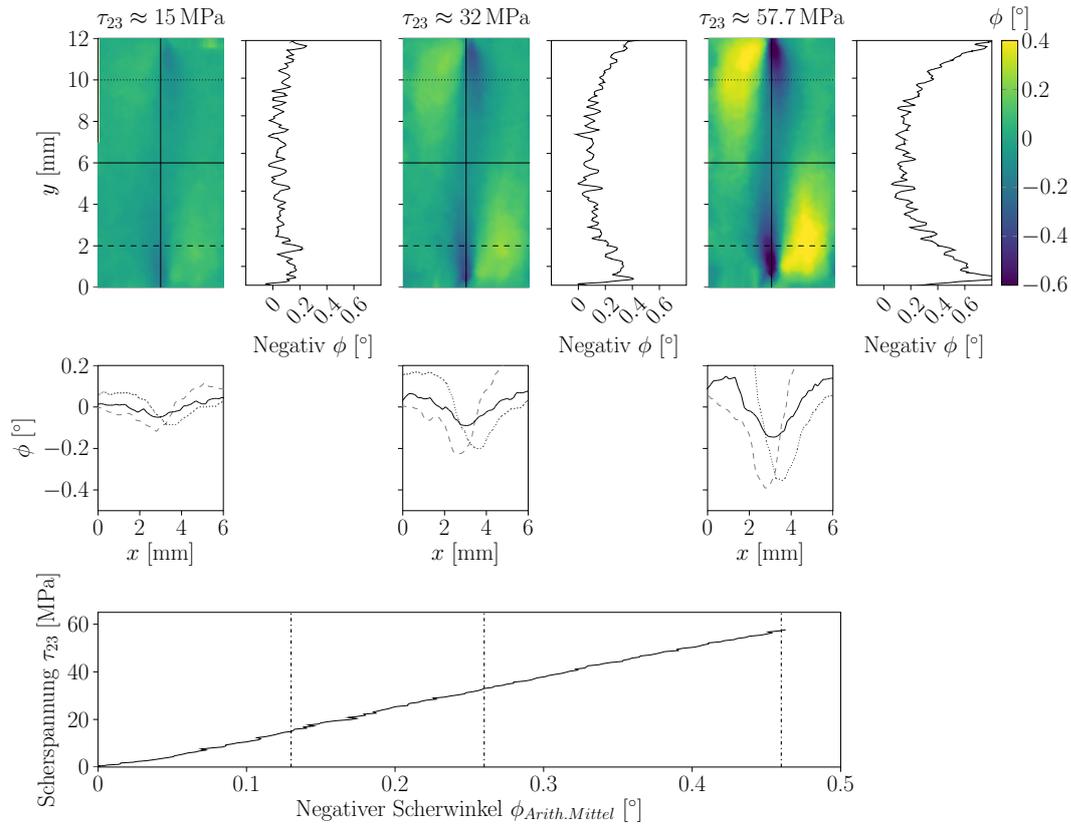
**Abbildung 5.13:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe Kryostat\_Schub12\_1.

## 5 Ergebnisse und Diskussion



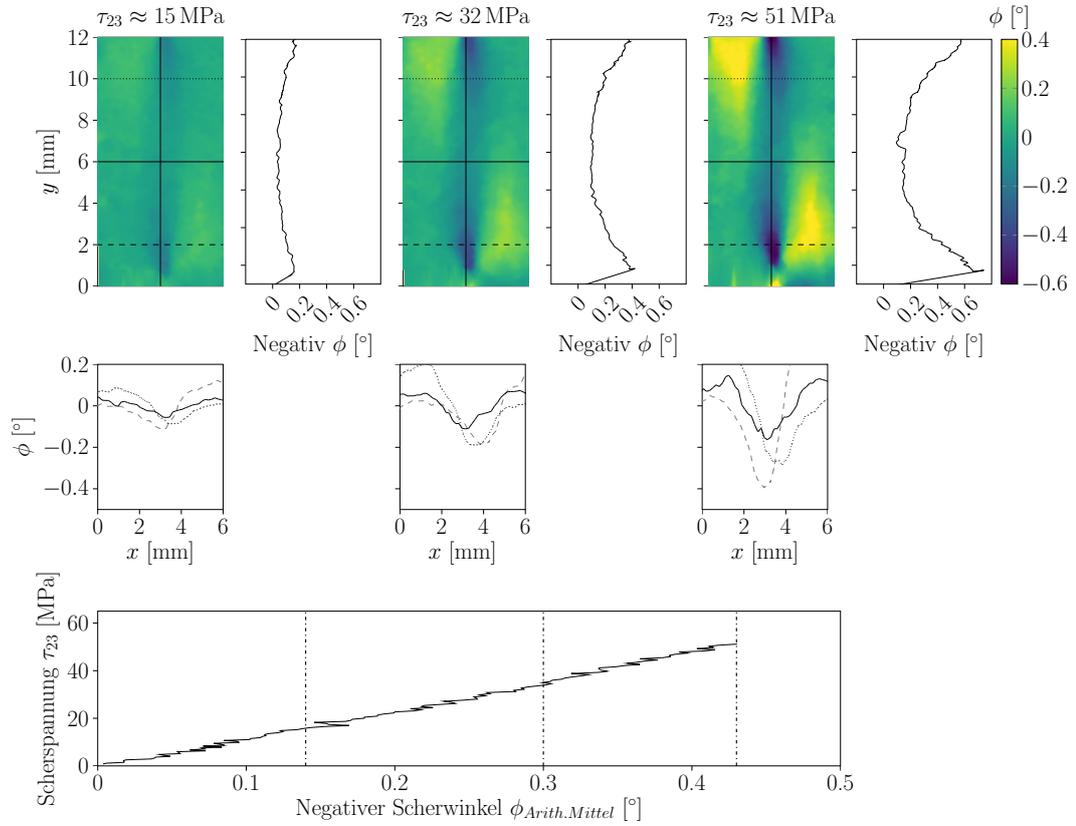
**Abbildung 5.14:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe Kryostat\_Schub12\_3.

## 5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung



**Abbildung 5.15:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe Kryostat\_Schub23\_1.

## 5 Ergebnisse und Diskussion



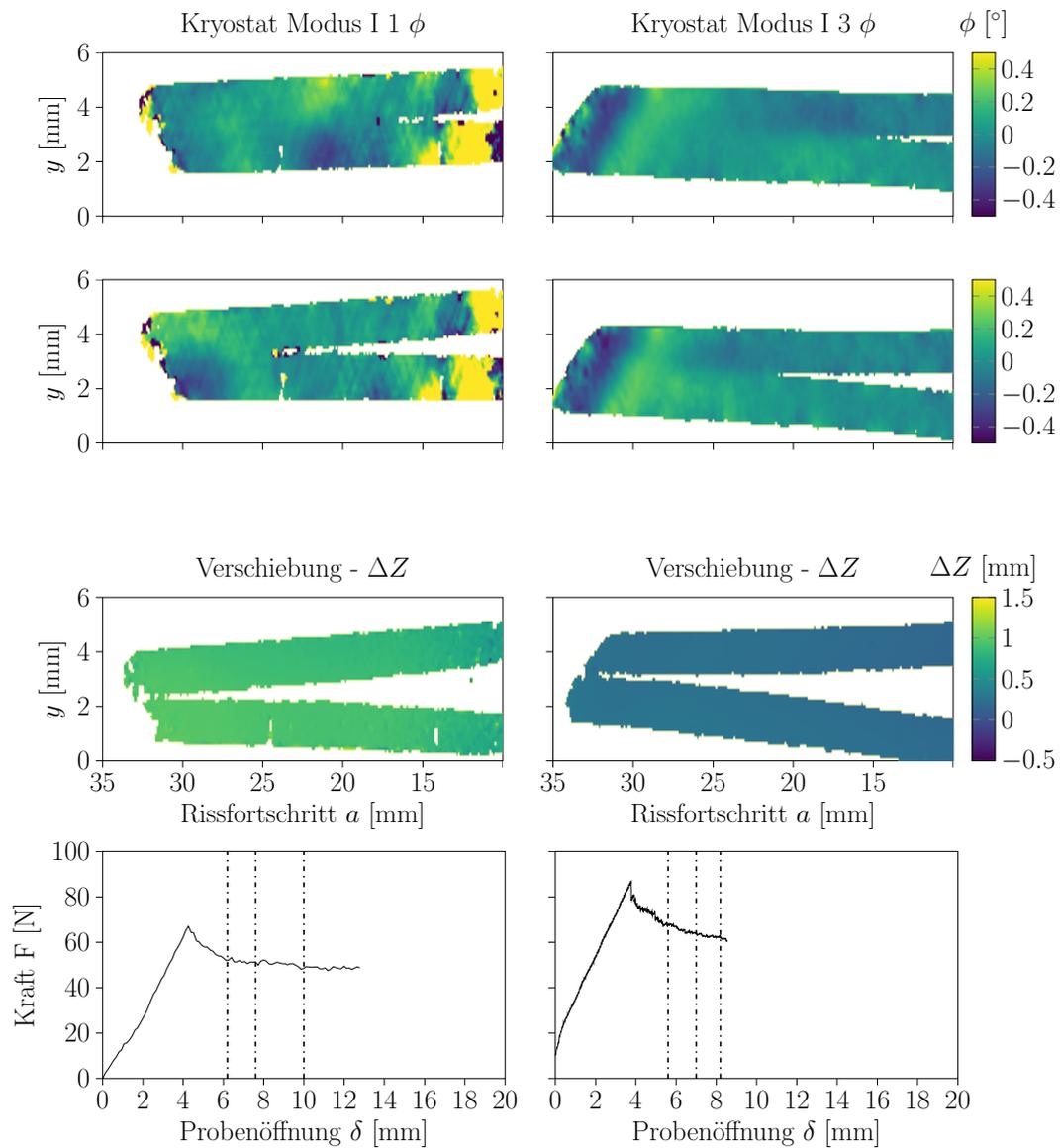
**Abbildung 5.16:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe Kryo\_Schub23\_3.

### 5.2.5 Modus I

Abbildung 5.17 zeigt die Ergebnisse der Rissöffnungsversuche unter Modus I Belastung. Die Probentemperatur bei Prüfungsstart betrug  $71\text{ K} \pm 11\text{ K}$  [126]. Ein Verformungszustand des EDZ nach dem Hundeknochen-Modell kann an der Risspitze in Form einer symmetrischen Ausbreitung der Belastungszone beginnend an der Risspitze beobachtet werden. Die Begrenzung des symmetrischen Verformungsbereiches zeigt keine anhaltende Verformung entlang der Mittellage der Probe. Daher kann kein Modus II Belastungszustand ermittelt werden. Die Verschiebung entlang der z-Achse in positiver Richtung außerhalb der Ebene der beiden Probenarme der Probe zeigen eine mit dem Rissfortschritt symmetrische Bewegung zueinander. Infolgedessen wird kein Modus III Belastungszustand beobachtet. Die Energiefreisetzungsraten bei verschiedenen Risslängen sind in Abbildung 5.18 graphisch dargestellt und evaluierten charakteristischen Kennwerte sind in Tabelle 5.4 beschrieben. Die Evaluierung basiert auf den Daten der wirkenden Kraft und der Öffnung der Probenarme. Da sich jedoch keine Einstellung der 3D-Bildkorrelation am Kryostaten ergibt, welche sowohl die Rissöffnung als auch die Öffnung der Probenarme beobachten kann, wird der Maschinenweg als Referenzgröße verwendet. Zusätzlich ist in Abbildung 5.34 eine exemplarische Kurve aus den Messdaten einer Probe im Badkryostaten gefüllt mit flüssigem Stickstoff dargestellt. Dabei ist im Vergleich zu den Messungen innerhalb des Kryostaten ein Kurvenverlauf mit deutlichen Lastabfällen beobachtbar. Diese Lastabfälle entsprechen je einer demnach spontanen schrittweisen Rissausbreitung.

Die Betrachtung der kritischen Energiefreisetzungsrates erfolgt ab der Initialrisslänge mit Rissfortschritt  $a = 0$ , sowie des jeweils vorliegenden Rissfortschrittes bei Auswertungspunkt. Hieraus entsteht eine Risswiderstandskurve, welche die Energiefreisetzungsrates bei bestimmten Risslängen darstellt. Abbildung 5.18 zeigt hierbei anhand der Ergebnisse in charakteristisches Versagensverhalten unter Mode I-Belastung auf, indem eine mit der Risslänge zunehmende Energiefreisetzung auftritt. Dabei entsteht dieses Verhalten, indem je Rissfortschritt zunehmend eine höhere spezifische Oberfläche erzeugt wird. Dieses Verhalten tritt bei monolithischen unidirektional verstärkten Faserverbunden gängig auf [142]. Das Ablenken der Risspitze in Bereiche welche nicht unmittelbar dem Rissfortschritt zugeordnet sind, dissipieren zusätzliche Energie und erhöhen den charakteristischen Wert der Energiefreisetzungsrates [143]. Beispielsweise die Ablenkung der Risspitze in umliegende Faserlagen, in Bereiche zwischen die Faser als auch das Phänomen der Faserüberbrückung. Beim Phänomen der Faserüberbrückung überbrücken die Fasern benachbarter Lagen die Delaminationsebene und wirken als Risswiderstand, wodurch der Widerstand gegen Rissausbreitung und die interlaminaire Bruchzähigkeit zunehmen [144].

## 5 Ergebnisse und Diskussion

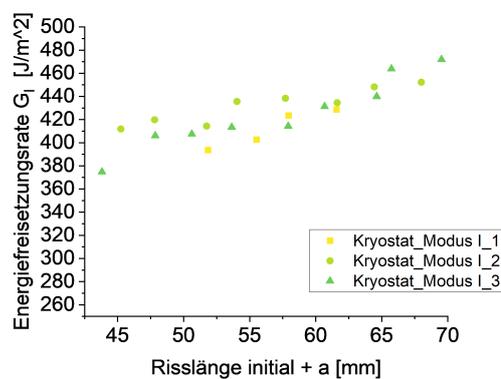


**Abbildung 5.17:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung bei drei verschiedenen Risslängen der Proben Kryo\_DCB\_1 und Kryo DCB\_3.

Darüber hinaus weisen die Messungen der 3D-Bildkorrelation auf keine andere Bewegung der Probenarme als auf eine den Riss öffnende Bewegung gemäß Modus I Belastungszustand hin. Demzufolge ist die Prüfmethode eine sowohl qualitativ als auch quantitativ verlässliche Methode zur Kennwertermittlung unter kryogenen Bedingungen. Eine vertiefte Evaluierung der Methode kann durch die gezielte Ermittlung von Korrekturfaktoren nach Norm erfolgen. Zudem ist von einer Varianz des Lasteinleitungspunktes bei mehreren Prü-

## 5.2 Anwendung der 3D-Bildkorrelation zur kryogenen Werkstoffprüfung

fungen auszugehen, je nachdem inwiefern sich die Schraubverbindung durch den Versuch löst. Die ermittelten Werte der charakteristischen Energiefreisetzungsrates sind zudem nicht auf die angegebene Temperatur anwendbar. Die vollflächige Kühlvorrichtung verliert bei Prüfungsstart ihren Kontakt zur Probe, wodurch fortlaufend lediglich ein Wärmetransport von der Probe zum Cryocooler über die Scharniere erfolgt. Aufgrund der geringen Wärmeleitung von CFK, speziell zu niedrigeren Temperaturen, ist von einer Erhöhung der Probentemperatur auszugehen, dessen Einfluss in den hier dargestellten Arbeiten nicht berücksichtigt wurde, jedoch in den Arbeiten von Gabele [126] detaillierter betrachtet werden.



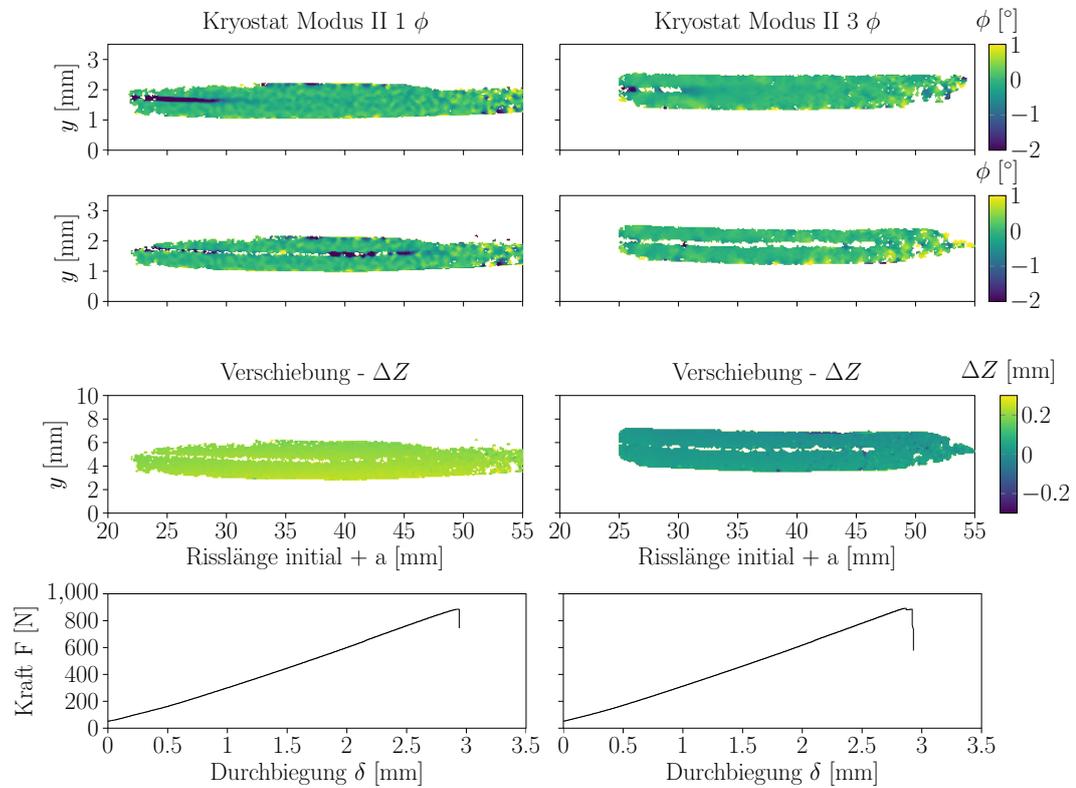
**Abbildung 5.18:** Kurve von Energiefreisetzungsrates zu Risslänge des SGL-Materialsystems unter Modus I Belastung.

### 5.2.6 Modus II

Die Ergebnisse der Prüfungen unter Modus II Belastungsbedingungen, welche durch 3D-Bildkorrelation ergänzt wurden, sind in Abbildung 5.19 dargestellt. Die Probentemperatur bei Prüfungsstart betrug  $65 \text{ K} \pm 5 \text{ K}$  [126]. In der Mittelebene des geprüften Laminats ist ein Scherdehnungsfeld zu erkennen, welches die Lokalisierung der Risspitzenregion ermöglicht. Die 3D-Bildkorrelation zeigt eine lokalisierte Dehnungskonzentration, insbesondere um die Risspitze und entlang des Rissverlaufs. Die Verschiebung außerhalb der Ebene nach der Rissausbildung ist symmetrisch, was darauf hinweist, dass keine gemischte Modalität aufgetreten ist. Darüber hinaus sind die Kraft-Daten vorwiegend linear bis zum Rissfortschritt zu beobachten. Aufgrund ausbleibender Lastabfälle ist von keiner Schädigung der Probe infolge der linienartigen Belastung der Druckfinne auf die Probe und das Harzmaterial auszugehen. Darüber hinaus erscheint die Gleitfähigkeit der Probe über den vorgesehenen Radius der Auflageelemente der Prüfvorrichtung ausreichend gegeben

## 5 Ergebnisse und Diskussion

zu sein. Es ist von keiner Haftung in diesem Bereich von Probe zu Auflager zu Beginn der Messung beobachtbar, infolgedessen wird von nur einer fortlaufenden geringen Reibung ausgegangen.



**Abbildung 5.19:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Proben Kryostat Modus II 1  $\phi$  und Kryostat Modus II 3  $\phi$ .

## 5.3 Mechanische Eigenschaften

Dieses Kapitel betrachtet die ermittelten Kennwerte der untersuchten Materialsysteme. Hierbei sind die quasi-statischen Belastungsfälle zusammengefasst, wodurch diese separat von den bruchmechanischen Belastungsmodi betrachtet werden. Dies ergibt sich aufgrund von Überschneidungen der temperaturvariablen mechanischen Eigenschaften der verwendeten Materialien im jeweiligen Bereich. Die Interpretation der Kennwerte orientiert sich an jenen in der Literatur dargestellten Beschreibungen im jeweiligen Zusammenhang. Dieses Kapitel zeigt Einflussfaktoren zur Bewertung der Kennwerte und stellt diese dem Stand der Literatur gegenüber. Hierdurch wird im Folgenden die Eignung der Prüfvorrichtungen zur Einbringung des adressierten Belastungszustandes unter verschiedenen atmosphärischen und kryogenen Bedingungen bewertet. Somit vervollständigt dieses Kapitel die Beantwortung der konstruktiven Fragestellungen und leitet in die methodischen Fragestellungen der Durchführbarkeit von Prüfungen, sowie der Validität der Ergebnisse in Anlehnung an gängige Normen, über.

### 5.3.1 Quasi-statische Eigenschaften

Tabelle 5.2 zeigt die Ergebnisse der Kennwertermittlung der Proben bestehend aus dem SGL-Material. Der Elastizitätsmodul / Schubmodul wurde in einem Bereich von 0,2 % faserparalleler Dehnung / Scherdehnung berechnet. Dieser begann bei 0,05 % Dehnung oder im naheliegenden linearen Bereich, sofern sich im gewünschten Bereich keine konsequente Linearität der Spannungs-Dehnungs-Kurve ergeben hat. Dies wurde anhand einer linearen Regression mit einem Determinationskoeffizient ab 0,9 definiert. Beginnend mit der Prüfvorrichtung zur Zugprüfung zeigt sich die adaptierte Prüfvorrichtung geringere Werte zur vorliegenden Literatur bei RT. Hierbei korreliert die um etwa 10 % geringere Festigkeit mit einer geringeren Bruchdehnung. Aufgrund dessen ist nicht von einer fehlerhaften Messung der Abmaße der Probe auszugehen. Vielmehr weist dieser Sachverhalt auf einen Defekt an der Probe sowie auf eine möglicherweise bestehende Abweichung von einem einachsigen Spannungszustand hin. Im Speziellen letzteres wird durch Abbildung 5.12 aufgezeigt. Die Messung stellt die Ergebnisse einer 3D-Bildkorrelation bei 293 K unter Verwendung der adaptierten Prüfvorrichtung dar. Der im Vergleich zu den Messungen der 3D-Bildkorrelation am Kryostat vergrößerte Messbereich verdeutlicht eine Verdrehung der Probe um eine faserparallele Achse. Unter Verwendung des von Hashin vorgeschlagenen Kriteriums der getrennten Belastungen, welches nicht auf einem empirischen interaktiven Versagensmodell wie dem von Tsai-Wu beruht, deuten die Messungen auf das Vorhandensein einer zusätzlichen Scherbelastung von etwa 25 MPa bei axialer Höchstlast

## 5 Ergebnisse und Diskussion

der dargestellten Probe hin [145, 146, 147, 148]. Weitere Möglichkeiten ergeben sich durch Abweichungen der Faserorientierung von der 0°-Achse, sowie durch das manuelle Schleifen der Probe an einer Tellerschleifmaschine. Hierbei wird erwartet, dass eine lineare Faserdesorientierung von der Lastachse von weniger als 5° in den Proben auftritt. Nach den Untersuchungen von Zhang et al. [149] und Wang et al. [150] ist von einer Reduzierung von weniger als 10 % bei einer linearen Faserdesorientierung von 5° auszugehen. Zhang et al. untersuchten hierbei die Auswirkungen der Faserorientierung auf die Zugfestigkeit und den Elastizitätsmodul von pultrudiertem glasfaserverstärkten Kunststoff. Es wurden 80 Proben mit Faserorientierungen von 0° bis 90° unter axialer Zugbelastung getestet, wobei eine verallgemeinerte Hankinson-Formel vorgeschlagen wurde, um die Eigenschaften einer Winkelabweichung von Fasern zur Lastachse vorherzusagen. Wang et al. untersuchten ebenfalls den Einfluss des Faserorientierungswinkels auf den Elastizitätsmodul von unidirektional glasfaserverstärkten Kunststoff, wobei verschiedene analytische, numerische und experimentelle Methoden verwendet wurden. Die Ergebnisse der dargestellten Untersuchungen entsprechen im Wesentlichen zudem der Fachliteratur von Askeland und Phulé [151], welche von einer exponentiellen Reduzierung der Festigkeit berichten. Im Zusammenhang mit den Ergebnissen in Tabelle 5.2, unter Berücksichtigung der Standardabweichung, ist von einer signifikanten Reduzierung der Festigkeit beginnend ab einer Faserdesorientierung von 5° - 10° auszugehen. Vielmehr erscheint also der Einfluss des Schleifens, als Grundlage zur Unterschätzung der Festigkeit gegeben zu sein. Aufgrund des manuellen Schleifens ist von einer erhöhten Abrundung der Kanten, im Vergleich zu den reinen Zuschnittskanten, auszugehen. Hierdurch ergibt sich die reale Fläche geringer als die ermittelte Fläche, welche von einem ideal rechteckigen Querschnitt ausgeht. Ein Radius oder eine lineare Verjüngung entlang der Kanten und zur faserparallelen Achse ist ebenfalls denkbar. Zudem ergab sich die Probenbreite aus dem Mittelwert von 3 Messpunkten, eine je in der Mitte des Lasteinleitungselementes, eine in der Mitte der Probe. Hierdurch wurde nicht der geringste Wert als Probenbreite angenommen.

Die Messungen unter Zugbelastung bei 150 K im Kryostaten zeigen eine Verringerung der Festigkeit von etwa 15 % im Vergleich zur Messung bei RT. Die Verringerung der Bruchdehnung um lediglich 8 % kann infolge der gesteigerten Steifigkeit von 13 % erklärt werden und korreliert entsprechend proportional. Dies gilt sowohl für die Festigkeit als auch für die Steifigkeit.

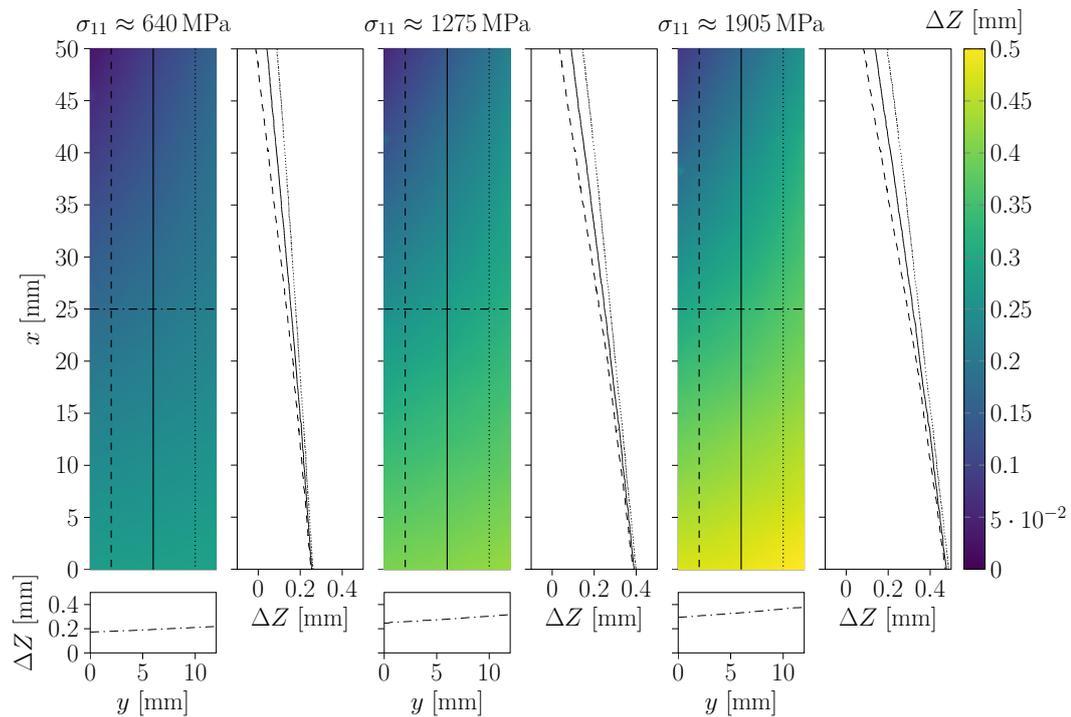
Unter Druckbelastung bei 60 K im Kryostaten konnte, im Vergleich zu RT, eine Erhöhung in der Festigkeit um etwa 33 % ermittelt werden, während sich die Steifigkeit um etwa 5 % verringerte. Die um 40 % erhöhte Bruchdehnung korreliert hierbei proportional sowohl mit der verringerten Steifigkeit als auch mit der erhöhten Festigkeit.

### 5.3 Mechanische Eigenschaften

**Tabelle 5.2:** Evaluierte quasi-statische charakteristischen Kennwerte des verwendeten SGL-Materials bei verschiedenen Temperaturen; Literaturewerten bei Standard-Raumbedingungen gegenübergestellt [2].

Prüf- vorrichtung	Temperatur	Proben- zahl	Festigkeit	Steifigkeit	Bruch-dehnung
	[K]		[MPa]	[GPa]	[%]
			$\sigma_{11,max}$	$E_{11}$	$\epsilon_{11,max}$
Zug	293[2]	k.A. [2]	2151 ± 132 [2]	134 ± 6 [2]	1,40 ± 0,1 [2]
	293	5	1957 ± 81	135 ± 3	1,35 ± 0,06
	130 ± 25 [126]	3	1678 ± 223	154 ± 23	1,25 ± 0,16
			$\sigma_{11D,max}$	$E_{11D}$	$\epsilon_{11D,max}$
Druck	293[2]	k.A. [2]	863 ± 52 [2][1]	121 ± 2 [2]	0,75 ± 0,06 [2]
	75 ± 5 [126]	3	1282 ± 282	116 ± 10	1,25 ± 0,34
			$\tau_{12,max}$	$G_{12}$	
Schub 12	293[2]	k.A. [2]	61 ± 0 [2]	3,9 ± 0,1 [2]	
	109 ± 8 [126]	43	70 ± 9	6,2 ± 0,4	
			$\tau_{23,max}$	$G_{23-max}$	
Schub 23	293[2]	k.A. [2]	- [2]	- [2]	
	81 ± 55 [126]	3	54 ± 3	11,2 ± 1,5	

## 5 Ergebnisse und Diskussion



**Abbildung 5.20:** Ergebnisse der Verschiebungsmessung außerhalb der Ebene bei drei verschiedenen Laststufen der Probe RT\_Zug\_4.

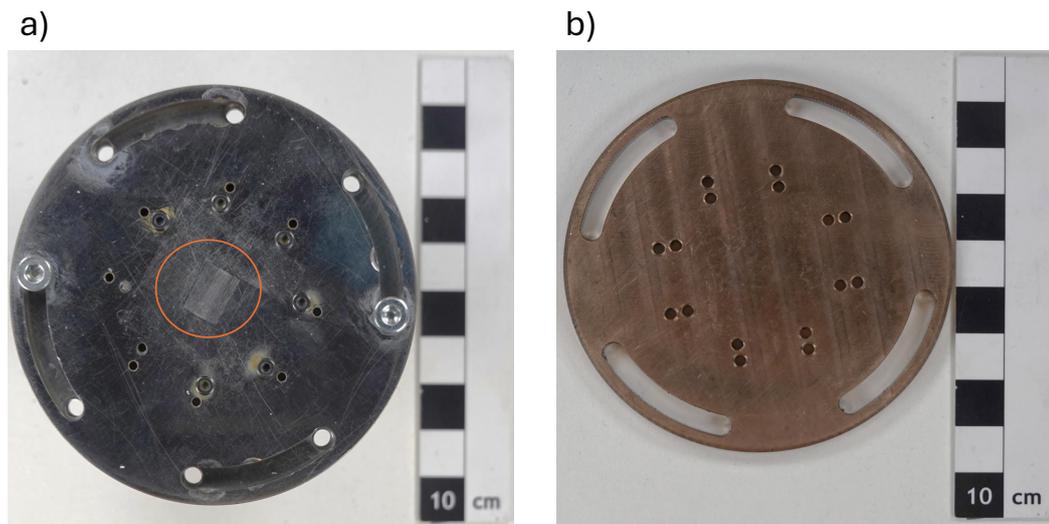
Tabelle 5.3 zeigt die Ergebnisse der Kennwertermittlung der Proben aus IM7/Cycrom® 5320-1. Jedoch zeigt sie lediglich die Festigkeit, da zur Ermittlung der Steifigkeit kein optischer Zugang zur Probe bestand. Die temperaturvariablen Kennwerte zum IM7/Cycrom® 5320-1-Materialsystem zeigen sich in Analogie zu den Werten in Tabelle 5.2. Während die Festigkeit unter Schubbelastung sich auf einem konstanten Niveau zeigt, wurde unter Druckbelastung eine um etwa 23 % höhere Festigkeit ermittelt. Im Kontrast stehen die zur Druckprüfung ermittelten Standardabweichungen zueinander. Während sich zuvor eine Erhöhung der Standardabweichung um etwa den Faktor 5,5 von RT auf 60 K ergab, zeigt sich hier eine Verringerung um etwa denselben Faktor.

Während bei einer Druckprüfung diese Werte grundsätzlich um eine Standardabweichung von 10 % der ermittelten Mittelwerte schwanken, liegen in der vorliegenden Arbeit höhere Werte zwischen 3 % und 22 % vor. Ueda et al. [152], Vankar et al. [153] und Moraras et al. [154] untersuchten unidirektionales CFK unter Druckbelastung und ermittelten Schwankungen von 10 %. Squires et al. [155] untersuchte gezielt die Ursachen dieser Schwankungen abweichend von grundsätzlichen Fertigungsfehlern, wie sie auch in dieser Arbeit durch die manuelle Fertigung entstehen. Beispiele wurden bereits im Zusammen-

**Tabelle 5.3:** Evaluierte quasi-statische charakteristischen Kennwerte des IM7/Cycom® 5320-1 bei verschiedenen Temperaturen.

Prüf- vorrichtung	Temperatur	Proben- zahl	Festigkeit
	[K]		[MPa]
$\sigma_{11D,max}$			
Druck	293	5	1406 ± 293
Druck	77K	5	1823 ± 65
$\tau_{12,max}$			
Schub 12	293	4	66 ± 4
Schub 12	77	5	61 ± 5
$\tau_{23,max}$			
Schub 23	293	5	52 ± 6
Schub 23	77	5	55 ± 2

hang mit der Zugprüfung genannt und sind Faserdesorientierung, Ondulation, fehlerhaftes Schleifen. Sie ermittelten Abweichungen von 12 % bis 18 % wenn die Proben nicht aus verschiedenen Bereichen der gefertigten Platte entnommen wurden, sondern nebeneinanderliegend entlang eines Teilbereiches der Platte. Dies entspricht dem Vorgehen in der vorliegenden Arbeit. Darüber hinaus ist für diese Prüfvorrichtung zusätzlich die zu geringe Festigkeit und Härte der Druckplatte zu beachten. Wie in Abbildung 5.21 dargestellt, ergibt sich eine Eindruckstelle, welche durchaus die Druckfestigkeit im nicht mit der 3D-Bildkorrelation ersichtlichen Volumen der Probe beeinflussen kann. Als Resultat ist die Krafteinleitung an der Stirnfläche nicht homogen, wodurch einzelne Teilbereiche über die Steinfläche eine höhere Belastung erfahren können. Für die Versuche im Bad aus flüssigem Stickstoff zur Prüfung des IM7/Cycom® 5320-1-Materialsystems wurde die Druckplatte aus AISI 316 verwendet.



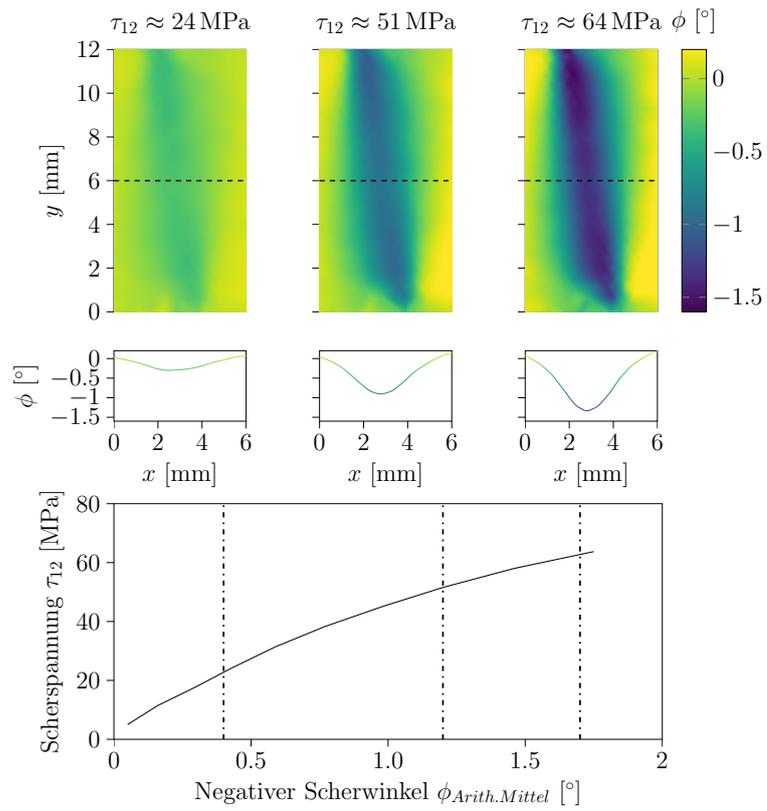
**Abbildung 5.21:** Eindruckstellen auf der Druckplatte aus a) Stahl AISI 316, b) CuBe2.

Die ermittelten Kennwerte der Schubprüfungen weichen für beide Materialsysteme zwischen Raumtemperatur und 77 K sowie 60 K in ihrer Festigkeit nur geringfügig ab. Für das System IM7/Cycom® 5320-1 ergab sich für Schub entlang der 2-3-Ebene eine Erhöhung der Festigkeit von etwa 6 %. Für das SGL-Material ergab sich eine Erhöhung der Festigkeit um etwa 14 %. Hingegen ergab sich eine um den Faktor 1,6 erhöhte Steifigkeit für das SGL-Material im Vergleich zu RT. Auch He und Morino [156] ermittelten eine höhere Steifigkeit um den Faktor 2. Sie untersuchten die mechanischen Eigenschaften beim Scherversuch in der Ebene und im interlaminaren Scherversuch bei Raumtemperatur und bei 113 K. Die Steifigkeit im mit dem Schub in der Schub 2-3-Ebene korrespondierenden Versuch an einer doppelseitig gekerbten Probe mit V-Kerbe erreichte eine Steigerung von 2,7 GPa auf 5,8 GPa. Hierzu wurde ein unidirektionales CFK-Material mit duroplastischer Matrix verwendet. Zudem erfolgte eine Finite-Elemente-Analyse (kurz: FEA) über die Spannungsverteilung in der Probe, wodurch das Ergebnis bestätigt wurde. Darüber hinaus wurde eine Linearität im Anstieg der Steifigkeit mit zunehmend tieferer Temperatur ermittelt, jedoch auch für die Festigkeit. Letzteres steht somit im Kontrast zu den in dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse. Auch Cresceni et al. [157] ermittelten um den Faktor 2 sowohl höhere Festigkeit und Steifigkeit, bei analoger Prüfung von Proben mit V-Kerbe bei Raumtemperatur und 77 K, an unidirektional glasfaserverstärktem duroplastischen Kunststoff. Insgesamt wird dieses Verhalten zur Steifigkeit mit zunehmend tieferen Temperaturen auch in den Reviews von Hohe et al. [29] und Sápi et al. [22] beschrieben. Leon und Sweat [158] nennen als wesentliche Begründung, dass sich die

Scherfestigkeit bei kryogenen Temperaturen aufgrund von Kontraktionsspannungen, die durch die Schrumpfung von Fasern und Matrix entstehen, erhöhen.

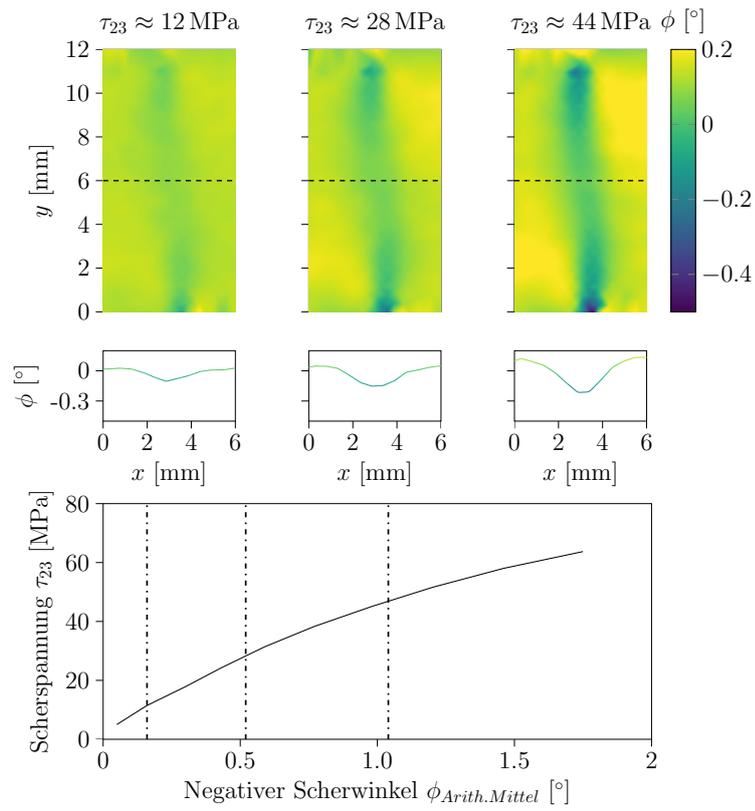
Jedoch weisen alle hier dargestellten Veröffentlichungen auch auf eine Erhöhung der Festigkeit um ähnliche Faktoren wie jene der Steifigkeit hin. Dies wird in den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit nicht derart deutlich. Vorliegend wurde eine Erhöhung von 6 % bis 14 % ermittelt. Betrachten man den Verlauf des Scherwinkels in Abbildung 5.15 und Abbildung 5.23 entlang der belasteten Ebene, so erkennt man eine parabolische Kurve zwischen den Einkerbungen. In der Mitte ist hierbei der geringste Scherwinkel von etwa  $0,18^\circ$  zu einem Maximum nahe der Kanten von  $0,6^\circ$  beobachtbar. Also eine Überhöhung etwa von Faktor 3 im nahen Bereich der Einkerbungen. Hieraus ergibt sich, in der vorliegenden Arbeit, im Tangens des Bogenmaßes des ermittelten arithmetischen Mittels des Scherwinkels die Scherdehnung. Bei derart geringen Winkeln im Tangens kann so von einer Dehnungs- und Spannungsüberhöhung von etwa demselben Faktor ausgegangen werden. Im Vergleich ergeben sich nach der FEA von He und Morino [156] sowie May und Hallet [159] eine Spannungsüberhöhung von maximal 14 % bis 28 %. Die höhere Steifigkeit in dieser Arbeit erzeugt entsprechend eine Spannungsüberhöhung am Kerbgrund. Betrachtet man Abbildung 5.22 bei Raumtemperatur, sowie Abbildung 5.13 und Abbildung 5.16 einer Messung im Kryostaten, so erkennt man bei Raumtemperatur einen wesentlich homogeneren Verlauf des Scherwinkels entlang der belasteten Ebene eines Schubversuches entlang beider, der 1-2-Ebene und 2-3-Ebene.

## 5 Ergebnisse und Diskussion



**Abbildung 5.22:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe RT\_G12\_1.

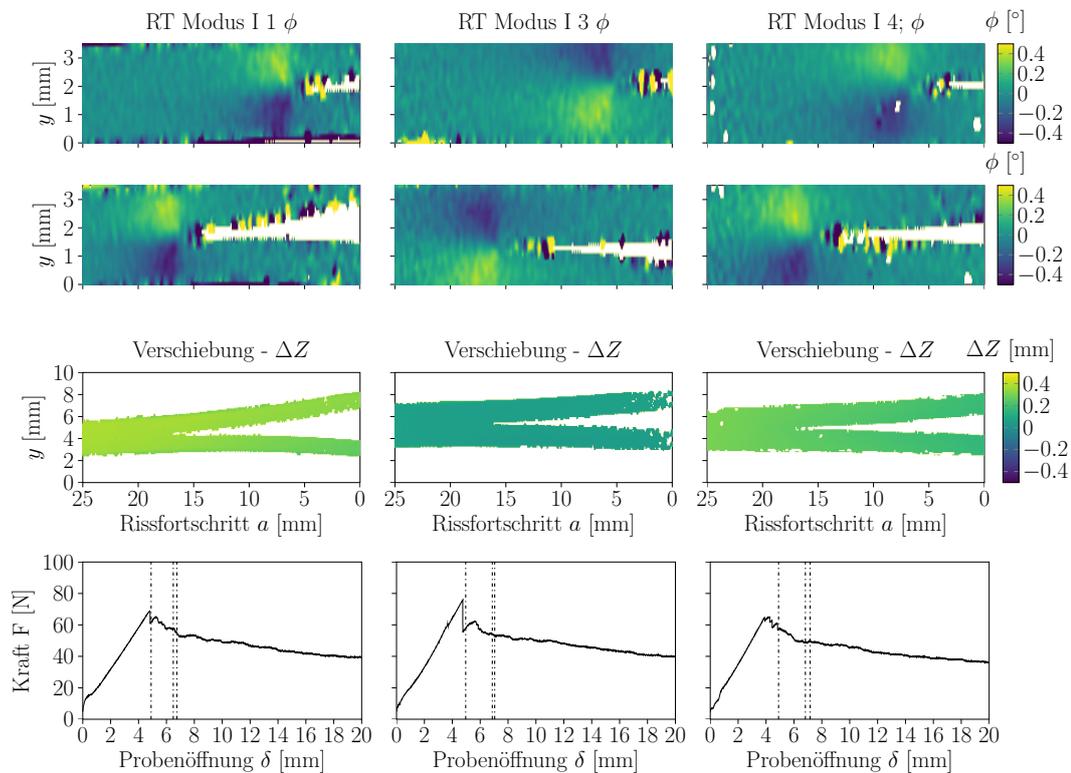
### 5.3 Mechanische Eigenschaften



**Abbildung 5.23:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Scherwinkelmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe RT\_G23\_2.

### 5.3.2 Bruchmechanische Eigenschaften

Die Darstellung der Ergebnisse der 3D-Bildkorrelation der Prüfung unter Modus I Belastung bei Raumtemperatur, dargestellt in folgender Abbildung 5.24, verdeutlicht die gewünschte Scherbelastung nach dem „Hundeknochen“ Modell (vergleiche Bargel und Anderson [90, 91]) hin (beschrieben in Kapitel 2). Dabei ist keine Scherbelastung, außer jene um die Risspitze, entlang der Mittellage zu erkennen. Zudem ist keine asymmetrische Bewegung der Probenarme außerhalb der Ebene erkennbar, wodurch eine Schälbelastung in Analogie zu einer Modus III Belastung ausgeschlossen wird.



**Abbildung 5.24:** Ergebnisse der Verschiebungs- und Scherwinkelmessung mit Kraft-Weg-Kurven bei drei verschiedenen Rissfortschritten der Proben (von links nach rechts) RT\_ModusI\_1, RT\_ModusI\_4 und RT\_ModusI\_5.

Die initiale Belastung bis zum Erreichen des ersten Rissfortschrittes beziehungsweise des Kraftmaximums verläuft vorwiegend linear. Der EDZ zeigt sich im Vergleich zur Messung im Kryostaten optisch ausgeprägter. Wie bereits innerhalb der Ergebnisse der 3D-Bildkorrelation der Prüfung im Kryostat deutlich wurde, zeigt sich die 3D-Bildkorrelation durch die Sichtfenster sensibler auf Oberflächendefekte. Gründe hierfür die weniger optima-

len Lichtverhältnisse im Kryostaten, sowie der optische Einfluss der Sichtfenster in Bezug auf Refraktion und Reflektion. Darüber hinaus wurde das Licht für die bruchmechanischen Versuche über einen Laser erzeugt und mittels Lichtleitfaser eingekoppelt. Das Laserlicht ist weniger diffus verteilt, da es kohärent, gerichtet und mit geringer Divergenz emittiert wird. Da Laserlicht kohärent ist, interferieren die reflektierten Wellen miteinander und erzeugen lokale Überbelichtungen. Darüber hinaus konnte da eingekoppelte Licht über einen Polarisationsfilter eingekoppelt werden, da dieser im Vakuum der Kammer keine ausreichende Kühlung erhält. Zusätzlich können einige Bereiche der rauen Oberfläche lokale Spiegelungen verursachen, wenn sie zufällig genau im richtigen Winkel zur Kamera oder dem Detektor stehen. Diese Faktoren zusammen erzeugen bei der Messung eine melangierte Struktur an Über- und Unterbelichtung, welche sich auf die Detailtreue der Messungen der 3D-Bildkorrelation auswirken. Dieser Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit auf die Messgenauigkeit ist in dem Buch von Sutton et al. [107] detaillierter beschrieben. Es ist jedoch auch zu erkennen, dass die Messungen eine Erhöhung der Steifigkeit des CFK-Materials zu tiefen Temperaturen und der damit verbundenen geringeren elastischen Verformbarkeit des Materials um die Risspitze beobachten lassen. Die Ausbreitung des markanten Bereiches der Scherdehnungen ist geringer. Hierdurch wird im Material eine geringere elastische Energie gespeichert, womit sich eine geringere Energiefreisetzungsrate bei Rissfortschritt einstellt. Erkennbar wird dies beispielsweise in den Arbeiten von Lopes et al. [160]. Sie untersuchten Klebstoffe mit verschiedenen Steifigkeiten unter Modus I Belastung bei Raumtemperatur. Die benötigte Last und Rissöffnung zum Rissfortschritt zeigten sich signifikant geringer, wodurch geringere Energiefreisetzungsraten ermittelt wurden.



**Abbildung 5.25:** Verwendetes beheiztes Kamerasystem zur Aufnahme des Rissfortschrittes unter Modus I Belastung bei 77 K in flüssigem Stickstoff

## 5 Ergebnisse und Diskussion

In den folgenden Graphen der Abbildung 5.26 ist eine steigende Kurve der Energiefreisetzungsrate unter Modus I Belastung, jedoch zu niedrigeren Werten als bei Raumtemperatur, beobachtbar. Die Kraft-Weg-Kurve über den Maschinenweg lässt auf eine spontane Rissausbreitung schließen.

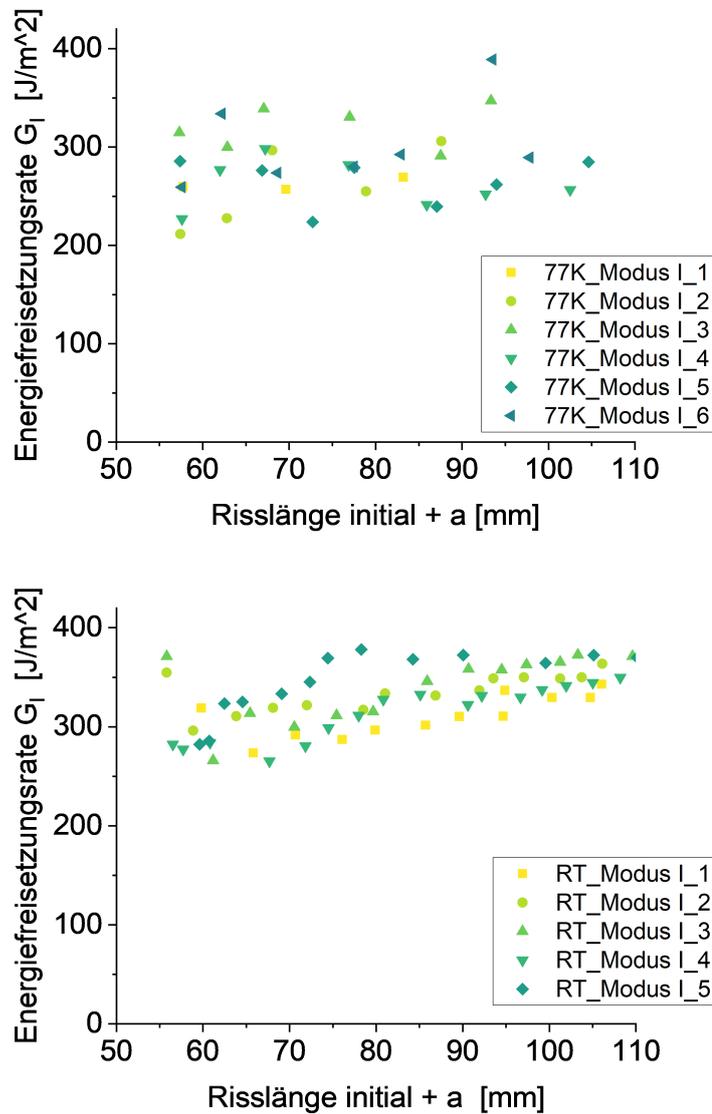
Dieses Verhalten ist bei den Messungen unter Standard-Raumbedingungen nicht gegeben. Diese Lastabfälle selbst sind gängig zu beobachten und basieren unter anderem auf der erhöhten Steifigkeit und chemischer Trägheit des Harzsystems, als auch auf den thermischen Spannungen entlang der Grenzfläche von Faser und Matrix [29, 51]. Speziell infolge letzterem, wird mehr Oberfläche zur Energiekompensation erzeugt, was mit einem höheren Rissfortschritt einhergeht. Die erhöhte Steifigkeit verringert den Einflussbereich der Risspitze, wodurch das charakteristische Feld des EDZ nach dem Hundeknochen-Modell verringert wird. Damit wird die Belastung auf ein geringeres Volumen verteilt. Die Aufnahme des Rissfortschrittes erfolgte mit einem sowohl isolierten als auch beheizten Kamerasystem gemäß Abbildung 5.25. Die evaluierten charakteristischen Kennwerte sind in Tabelle 5.4 dargestellt. Die Kurven der Energiefreisetzungsrate zu Risslänge in Abbildung 5.26 zeigen beide einen zunehmenden Verlauf, während jedoch die Werte bei 77 K konsequent eine höhere Streuung aufweisen. Hierbei zeigt sich die Abhängigkeit des instabilen Risswachstums vom geprüften Material. Das SGL-Material weist trotz kryogener Temperaturen eine deutlich geringere Schwankung sowohl im berechneten Kennwert, als auch in der Kurve von Energiefreisetzungsrate zu Risslänge, auf. Jedoch ist zu berücksichtigen, dass die Probe, und somit die Risspitze, in flüssigem Stickstoff kontinuierlich gekühlt wird. Die Probe im Kryostaten erfährt während der Rissöffnung an der Risspitze nur noch eine geringe Kühlung. Dabei sind die Lasteinleitungselemente an die Kühlstrecke angekoppelt, eine Wärmeleitung zu Risspitze erfolgt jedoch von dort an nur über das CFK-Material selbst. Es ist davon auszugehen, dass die Temperatur an der Risspitze erhöht ist und somit den instabilen Risswachstum vermindert.

### 5.3 Mechanische Eigenschaften

**Tabelle 5.4:** Evaluierte bruchmechanische charakteristischen Kennwerte beider verwendeten Materialsysteme bei verschiedenen Temperaturen.

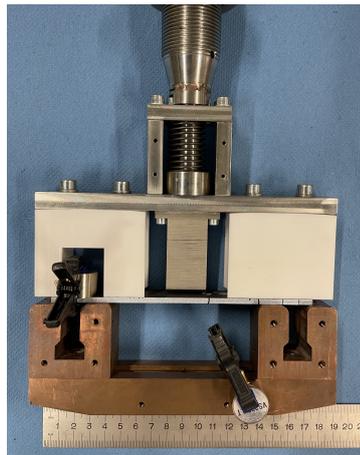
Prüf- vorrichtung	Temperatur	Material	Proben- zahl	Energie- freisetzungsrate		Kraft
	[K]			$G_{I_{VIS}} / G_{I_{5\%/max}}$	$G_{I_{NL}}$	[N]
Modus I	293	IM7/Cycom® 5320-1	6	268 ± 32	221 ± 22	63 ± 4
	77	IM7/Cycom® 5320-1	6	253 ± 57	187 ± 40	65 ± 12
	71 ± 11	SGL	3	392 ± 18	336 ± 22	78 ± 9
Modus II	293	IM7/Cycom® 5320-1	3	$G_{IIc}$		$F_{max}$
	77	IM7/Cycom® 5320-1	5	591 ± 37		591 ± 12
	65 ± 5	SGL	3	681 ± 46		805 ± 49
				878 ± 17		1478 ± 107

## 5 Ergebnisse und Diskussion



**Abbildung 5.26:** Kurven von Energiefreisetzungsrate zu Risslänge des geprüften IM7/Cycom® 5320-1-Materialsystems unter Modus I Belastung; Oben 77 K in flüssigem Stickstoff, unten unter Standard-Raumbedingungen.

Die Berechnung der kritischen Energiefreisetzungsrate bei instabilem Risswachstum unter Modus II Belastung wurde gemäß der klassischen Balkentheorie ausgewertet. Aufgrund des instabilen Risswachstums wird nach Ducept et al. [161] die direkte Anwendung der Balkentheorie für die Berechnung verwendet. Die von Davidson et al. [93, 94] vorgeschlagene Methode zur Kalibrierung der Nachgiebigkeit ist grundsätzlich möglich, erfordert



**Abbildung 5.27:** Exemplarische Darstellung des auf der Probe abgesetzten oberen Teils der Prüfvorrichtung. Der untere Teil aus CuBe2 ist fest gelagert, während der obere Teil in metallischen Silber und Weiß mit Druckfinne die Verlängerung der Kraftmessdose bildet.

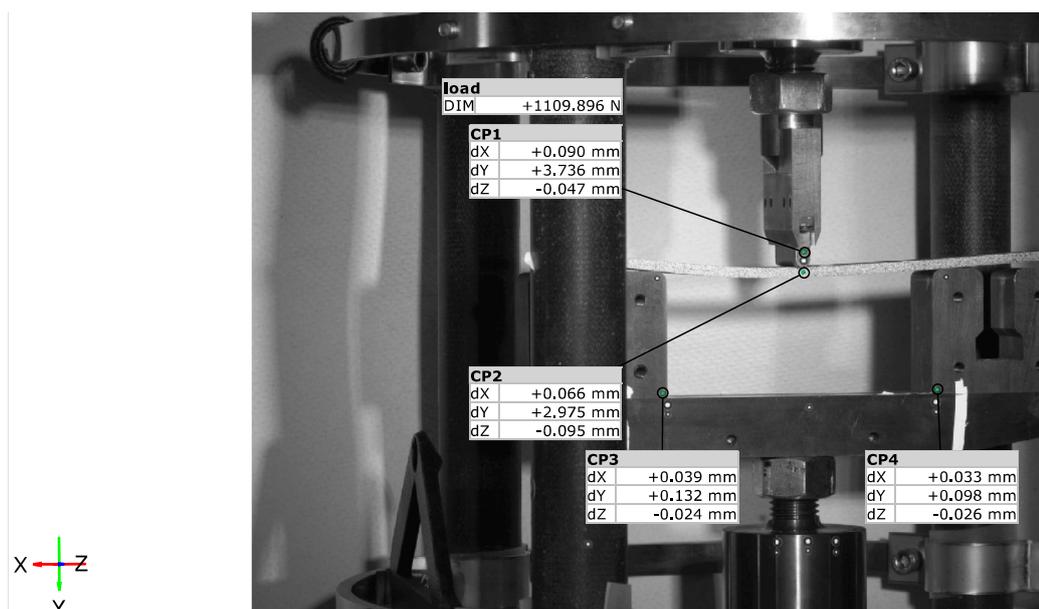
jedoch ein wiederholtes Einkühlen und Erwärmen der Probe. Dies liegt darin begründet, dass zum Verfahren der Probe das Kryosat geöffnet werden muss. Das thermische Degradationsverhalten kann an dieser Stelle derzeit nicht abgeschätzt werden. Zudem zwingt der Aufbau zum Anbringen von entsprechenden Anschlägen, um den Abstand von 20 mm, 30 mm und 40 mm von Auflagepunkt zur Initialrissspitze einzustellen. Dies erfordert im dargestellten Kryostataufbau ein vollständiges Entfernen der Kraftmessdose inklusive der Verlängerung, sowie die Trocknung des Prüfraumes. Um an dieser Stelle konsequent einheitliche und vergleichbare Ergebnisse zu erlangen, wurde auf den beschriebenen Prozess zur Korrektur der Energiefreisetzungsrates verzichtet. Um eine gleichbleibende Ausrichtung der Druckfinne zur Probe zu gewährleisten, muss die Kraftmessdose mit der mechanischen Verlängerung auf der Probe abgestellt werden, damit letztlich die Prüfkammer geschlossen werden kann. Anschließend wurde die Traverse der Prüfmaschine angehoben, wodurch diese in Kontakt mit der Kraftmessdose tritt. Anschließend wird die Kraftmessdose von der Traverse getragen. Exemplarisch ist das Abstellen des Aufbaus auf die Probe in Abbildung 5.27 dargestellt. Das Absetzen kann zur Schädigung der Probe führen.

Für die Energiefreisetzungsrates und Modus II Belastung werden höhere Werte als im Vergleich zur Raumtemperatur ermittelt, wodurch diese Werte gegensätzlich zueinander stehen. Dieser Widerspruch ergibt sich aus den Werten von Sápi und Butler [22] nicht, jedoch sind Ergebnisse bei tieferen Temperaturen zu niedrigeren Werten gegeben. Hierbei tritt im Speziellen ein Harzsystem hervor. Detaillierter wurden die niedrigeren Werte von Modus II Belastung bei kryogenen Temperaturen von Ufuk et al. [162] betrachtet. Er

## 5 Ergebnisse und Diskussion

analysierte die Bruchflächen auf Mikro- und Mesoebene von CFK mit drei verschiedenen Harzsystemen. Bei einem kaltaushärtenden Harzsystem zeigten sich hierbei niedrigere Werte der Energiefreisetzung, bei zwei weiteren, warm- bis heißaushärtenden Harzsystemen, höhere Werte zu 77 K. Er verweist hierbei speziell auf die Unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und der damit verbundenen thermischen Spannungen im Material. Dies in Kombination mit der Faseranhaftung. Sápi und Butler [22] verweisen hingegen auf die unterschiedliche Durchführung der Versuche zwischen Literaturen. Auf die Tendenz, dass Harze mit geringer thermischer Ausdehnung einen höheren Risswiderstand aufweisen, verweisen jedoch beide. Nach Shindo et al. [163, 164, 165] ist eine Aussage zur Vergleichbarkeit nur über die Auswertung der Bruchfläche zu treffen.

Zur Validierung der Prüfvorrichtung für die bruchmechanische Belastungsprüfung unter Modus II Belastung wurde eine andere Methode, als die Auswertung der Flächenkomponente des Patterns, verwendet. Es wurden charakteristische Punkte (kurz: CP) mithilfe der 3D-Bildkorrelation auf ihre Positionsänderung im Raum beobachtet. Exemplarisch wird dies an Abbildung 5.28 gezeigt.



**Abbildung 5.28:** Exemplarische Abbildung der Position von CPs während einer Modus II Belastungsprüfung.

Die Ergebnisse nach Bildsequenz (Index) sind in Abbildung 5.29 dargestellt. Der letzte Index, Index 400, entspricht hierbei dem letzten Bild bevor das Kraftmaximum und ein

Rissfortschritt eintritt. Die Ergebnisse der 3D-Bildkorrelation zeigen geringe Bewegungen der Druckfinne (CP1) außerhalb der vertikalen Lastachse. Diese beruhen auf der zu Erwartenden rutschenden Bewegung aufgrund des eingebrachten Risses und einer unterschiedlichen Steifigkeit der Probe im linken und rechten Bereich der vertikalen Lastachse. Die Verschiebungen der Druckfinne werden innerhalb des untersuchten Lastbereichs jedoch als unbedeutend angesehen. Die Eigenverschiebungen im Bereich von etwa 0 mm bis 0,15 mm der Probe treten überwiegend im unteren Lastspektrum auf, was auf eine übliche Ausrichtung des Prüfsystems im Vorlastbereich hindeutet. Auf Basis der Bewegungen der Auflager CP3 und CP4 wird auf eine ausreichende Verbindung der Nutensteine der Prüfvorrichtung ausgegangen.

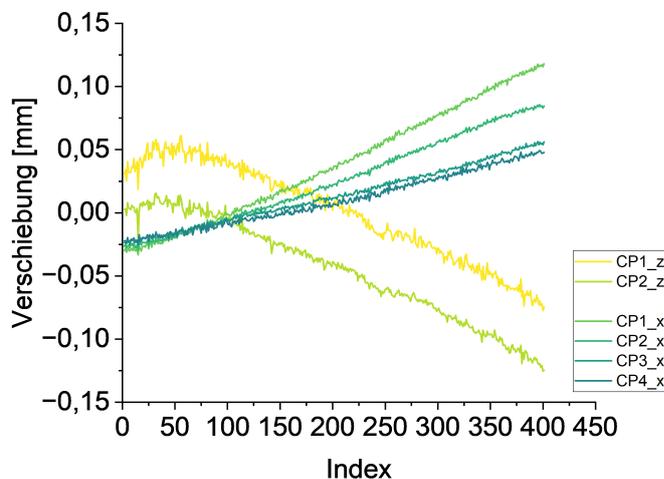


Abbildung 5.29: Kurve der Verschiebung der CPs bezogen auf Bildindex.

## 5.4 Bewertung der Methoden

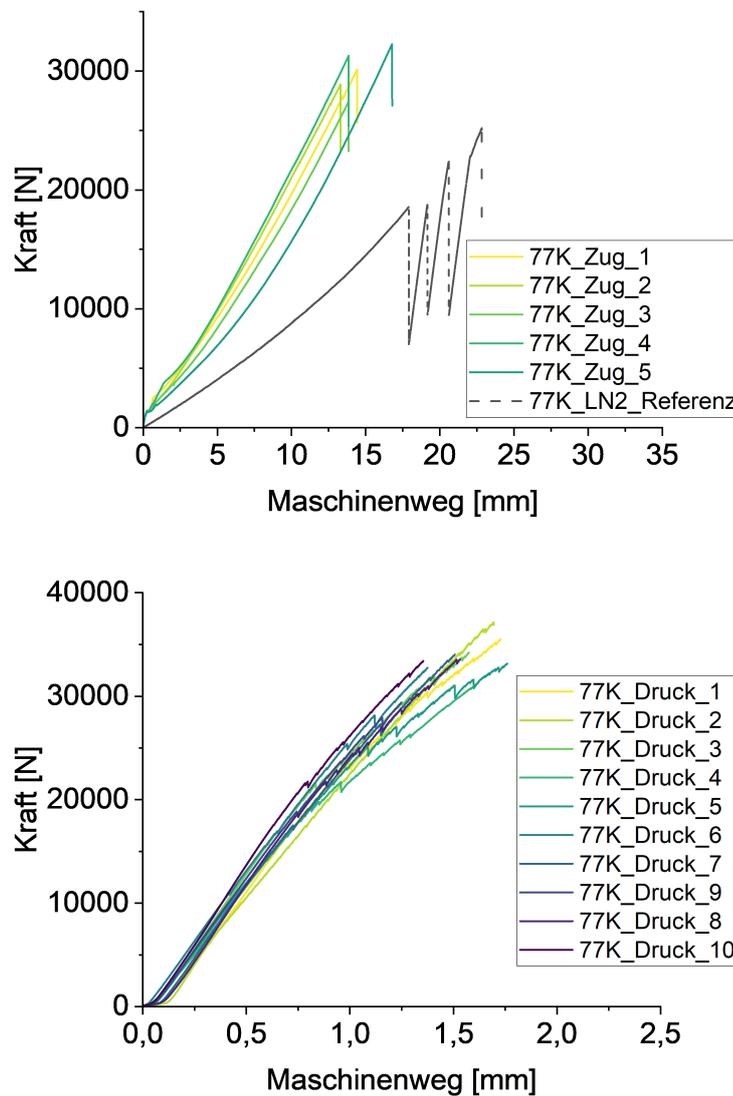
Dieses Kapitel fasst die Ergebnisse der Messungen zusammen und bewertet die Eignung der Applikation der 3D-Bildkorrelation sowie der adaptierten Prüfvorrichtungen. Das Ziel der Entwicklung angepasster Methoden ist es, ein System zur mechanischen Kennwertermittlung von Faserverbundwerkstoffen bei kryogenen Temperaturen bereitzustellen und so die wenigen Möglichkeiten zur validen Kennwertermittlung in diesem Rahmen zu erweitern. Darüber hinaus begegnet die Implementierung der 3D-Bildkorrelation der strukturellen Lücke eines optischen Zugangs zur Probe bei kryogenen Temperaturen [22]. Hierzu werden spezifische offene Fragen und Einflussgrößen betrachtet, um die Bewertung des gesamten

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Systems zu komplettieren. Dieser Abschluss zu Beantwortung der methodischen Fragestellungen erlaubt somit eine abschließende Bewertung der Anwendbarkeit des in dieser Arbeit dargestellten Systems. Diese findet sich folgend in Kapitel 6 wieder.

### 5.4.1 Verminderung von Reibung Zug Druck

Sowohl der Zugversuch, der Druckversuch als auch die Versuche unter Modus I Belastung sind dynamische Versuche, welche ein Reibpaar vorweisen. Bei der Zugprüfung werden die keilförmigen Lasteinleitungselemente in die Probenhalter gezogen und deformieren sich, die Druckprüfung wird über seitliche Passstifte geführt um ein Ausknicken der Prüfvorrichtung zu verhindern und die Bolzen der Scharniere bei der Modus I Belastung dienen als Rotationspunkt zur freien Bewegung der Probenarme. Um bei allen Versuchen ein Ruckgleiten zu vermeiden, wurden diese Reibpaare mit Pulvergraphit eingerieben. Dieses trockene Schmiermittel verringerte oder vermeidet in den vorliegenden Versuchen die Haftung und Reibung. Dies ist ein wesentlicher Bestandteil einer validen Kennwertermittlung und unterstützt die Eignung der Prüfvorrichtungen für die verschiedenen Möglichkeiten kryogene und temperaturvariable Umgebungsbedingungen zu schaffen. Eine Schädigung der Probe aufgrund des geringen Ruckgleitens wird somit verringert oder ausgeschlossen, die Lasteinleitungselemente und Prüfvorrichtungen erhalten ihre Funktion, auch unter kryogenen Bedingungen. Darüber hinaus ergeben sich vorwiegend glatte ansteigende Kraft-Weg-Verläufe, welche für eine Auswertung elastischer und plastischer Eigenschaften notwendig ist. Exemplarisch hierfür stehen die folgenden Kurven in Abbildung 5.30. In diesen Kurven ist die Kraft gemessen mit der Kraftmessdose gegen den Traversenweg der uniaxialen Prüfmaschine aufgetragen.



**Abbildung 5.30:** Kraft-Weg-Kurven von Zug- und Druckprüfungen bei 77 K in flüssigem Stickstoff.

#### 5.4.2 3D-Bewegungen

Dreidimensionale Bewegungen und Verschiebungen der Probe konnten durch die Anwendung der 3D-Bildkorrelation sowohl bei RT als auch in Versuchen im Kryostaten erfolgreich ermittelt werden. Dabei ist besonders die bereits diskutierte Verdrehung der Zugprobe hervorzuheben. Vielmehr konnte die Anwendung die Biegung sowie ein potenzielles Kni-

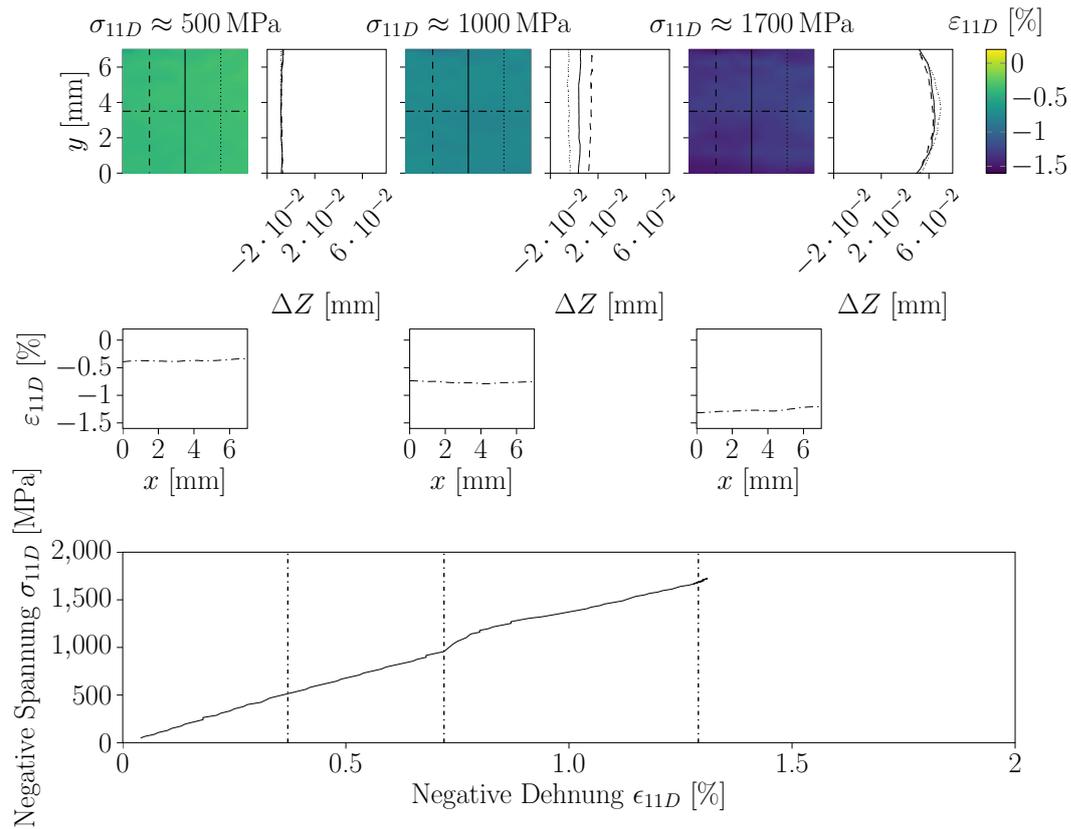
## 5 Ergebnisse und Diskussion

cken von Druck und Schubproben beobachtet werden. Für eine valide Druckprüfung gilt, beschrieben in Kapitel 2, eine Durchbiegung der Druckprobe von maximal 10 % als vorgeschrieben. Zudem ist ein valides Bruchversagen für eine verlässliche Kennwertermittlung notwendig. Die Messdaten der 3D-Bildkorrelation weisen in den Abbildungen 5.11 bis 5.12 bei 60 K, als auch exemplarisch in Abbildung 5.31 und Abbildung 5.32 für RT, auf eine geringere Durchbiegung hin. Dabei ist die im den Faktor 10 geringere Durchbiegung der in Abbildung 5.31 dargestellten Druckproben aus IM7/Cycom® 5320-1 bei RT im Vergleich zu den Druckproben des SGL-Materials im Kryostaten in den Abbildungen 5.11 und 5.12 zu beachten. Die ermittelte Festigkeit des IM7/Cycom® 5320-1 Materials bei RT war 1406 MPa und bei 77 K 1823

MPa, während die Festigkeit des SGL-Materials bei RT 863 MPa betrug und 1282 MPa bei 75 K im Kryostaten. Die geringere Durchbiegung der Probe resultiert so in einer höheren Anteil an axialer Belastung auf die Fasern. Weitere Untersuchungen bieten sich zu diesem Sachverhalt durch die Implementierung zweier Systeme zur Bildkorrelation, um sowohl die Vorder- als auch die Rückseite der Probe zu beobachten, an. Dennoch zeigen die Ergebnisse die Anwendbarkeit der 3D-Bildkorrelation um eine valide Druckprüfung sicherstellen zu können und somit für die Druckprüfung eine intensive Erforschung des Materialverhaltens erlaubt.

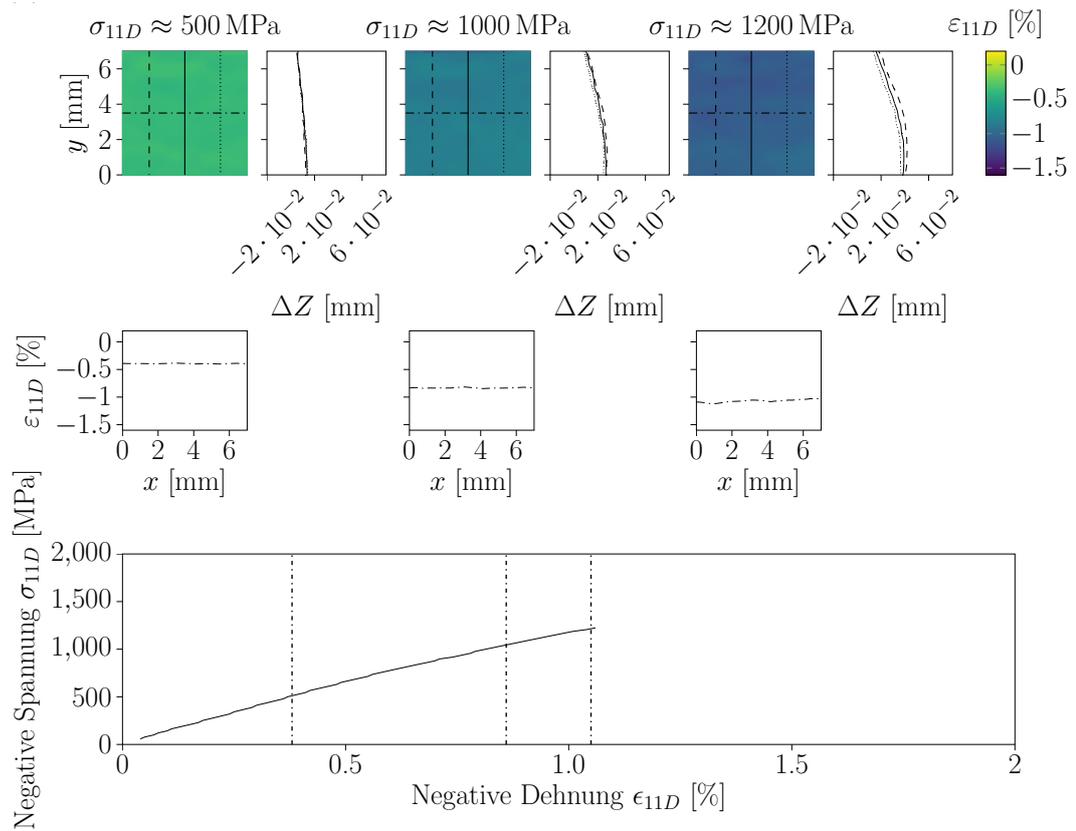
Zur Bewertung einer validen Messung, unterstützend zu einer entsprechenden Dehnungsmessung, wird auch das Versagensbild der Proben herangezogen. Valide Versagensarten sind in ASTM D 6641 beschrieben und bereits in Kapitel 2 dargestellt. Abbildung 5.33 zeigt das Versagen der Proben bei den verschiedenen Prüfbedingungen.

## 5.4 Bewertung der Methoden



**Abbildung 5.31:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe RT\_Druck\_1.

## 5 Ergebnisse und Diskussion



**Abbildung 5.32:** Ergebnisse der Verschiebungs- und faserparallelen Dehnungsmessung bei drei verschiedenen Laststufen der Probe RT\_Druck\_5.

Das Versagensverhalten der einzelnen Proben ist in Abbildung 5.33 dargestellt und entspricht dem gültigen Versagen in Übereinstimmung mit den beschriebenen Versagensarten nach ASTM D 6641 (vergleiche Abbildung 2.12 in Kapitel 2). Dabei ist zu beachten, dass diese Kategorisierung lediglich eine Belastungsrichtung parallel zur Faser berücksichtigt. Etwaige charakteristische Versagensbilder beispielsweise aufgrund von überhöhtem Knicken, Kanteneffekte im Übergang der Lasteinleitungselement zur Probe oder Faserdesorientierungen der Lagen des vorimprägnierten Halbzeuges sind nicht berücksichtigt. Die Versagensmuster im kryogenen Temperaturbereich können als HAT/HAB-Versagensarten charakterisiert werden, d. h. als Versagen durch die Dicke (H) am Aufleimer (A) oben bzw. unten (T bzw. B) gemäß ASTM D 6641. HAT und HAB werden als akzeptable Versagensarten und -bereiche deklariert, solange kein Versagen im Verstärkungsbereich des Aufleimers auftritt. Anomalien an der Kante werden dabei nicht berücksichtigt, entscheidend ist der geometrische Verstärkungsbereich, welcher durch den Aufleimer abgedeckt wird.



**Abbildung 5.33:** Im Kryostaten versagte Druckproben. Von links nach rechts: Kryo\_Druck\_1-3.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

In Abbildung 5.33 ist für die versagten Proben im Kryostat vor allem ein Versagen entlang der Klebeverbindung von Lasteinleitungselement zu Probe zu erkennen. Dabei ist zu beachten, dass der Klebstoff eine im Vergleich zu den CFK-Materialien höhere Wärmeausdehnung von  $59 \times 10^{-6} K^{-1}$  bis  $64 \times 10^{-6} K^{-1}$  auf [166, 167]. Diese Werte sind Mittelwerte bei einer Abkühlung von 269 K auf 195 K, da der Wärmeausdehnungskoeffizient mit der Temperatur variiert. Hingegen weisen unidirektionale CFK-Materialien in longitudinaler Faserrichtung eine geringere Wärmeausdehnung im gegebenen Bereich von  $0 \times 10^{-6} K^{-1}$  bis  $2 \times 10^{-6} K^{-1}$  auf [168, 169]. Die thermischen Spannungen sind somit nicht zu vernachlässigen und mit dem Bruch der Probe geht eine zusätzliche Belastung auf den Klebstoff über. Speziell bei der Erwärmung der Probe nach Bruch kann sich dann die geschädigte Klebeverbindung lösen. Ein teilweise oder ganz gelöstes Lasteinleitungselement ist somit anhand des Bruchbildes nicht als ungültiges Versagen zu deklarieren. Hierzu empfiehlt es sich, die Daten einer begleitenden akustischen Schallemission nach dem Bruch auszuwerten.

Die Ergebnisse der 3D-Bildkorrelation unter Schubbelastung bei Raumtemperatur sind in Abbildung 5.22 exemplarisch dargestellt. Im Vergleich zu den FEAs von He und Morino [156] sowie May und Hallet [159] ist wie bereits beschrieben die Ausarbeitung der Kerbe nicht optimal angepasst und erfordern eine intensiviertere Forschungsarbeit. Darüber hinaus ist ein Knicken der Schubproben anhand der Scherbelastungen erkennbar. Diese Belastung könnte durch geeignete Führungen oder durch eine Erhöhung des Widerstandsmomentes der Probengeometrie verringert werden. Speziell für die Schubprüfung entlang der 2-3-Ebene wird in ASTM D 3846 auf ASTM D 695 [170] verwiesen. Für die Schubprüfung entlang der 1-2-Ebene sollte für weitere Forschungsarbeiten die Probengeometrie der Normen ASTM D 5379 [78] und ASTM D 7078 [79] berücksichtigt werden. Das durch die Probengeometrie erzeugte Widerstandsmoment gegen Biegung ist aufgrund der massiveren Auslegung der Probe als höher zu bewerten.

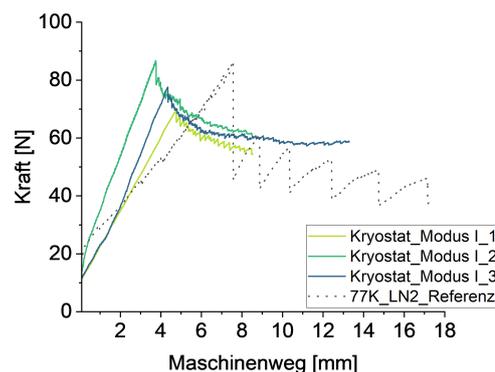
Während die Prüfvorrichtungen zur quasi-statischen Prüfung unter Zug- und Druckbelastung als valide Möglichkeiten zur Kennwertermittlung zeigen, zeigt sich bei den Prüfvorrichtungen zur Untersuchung der Schubbelastung so ein erweiterter Bedarf an Forschungsarbeit.

Die bruchmechanischen Prüfvorrichtungen zeigen sich für die Auswertung der Energiefreisetzung geeignet. Hierbei entspricht die Vorrichtung zur Prüfung der Rissöffnung unter Modus II Belastung im Wesentlichen den gängig verwendeten Prüfvorrichtungen sowie den Beschreibungen nach ASTM D 7905. Die Vorrichtung zur Prüfung unter Modus I Belastung wesentlich durch die Verbindung der Lasteinleitungselemente zur Norm abgeändert. Anstatt einer Klebeverbindung wurde eine Schraubverbindung gewählt. Zudem

erfolgt die Lasteinleitung azentrisch zur Lastachse. Letzteres beeinflusst die Daten zur Rissöffnung, indem die zusätzliche Verschiebung der Prüfvorrichtung zu einer Erhöhung der Daten zur Verschiebung der Traverse überschätzen lässt. Die Bildkorrelation begegnet dieser Problematik, indem eine Beobachtung der Rissöffnung / der Probenarme durch ein Pattern oder eines Orientierungspunktes möglich ist. Das Blickfeld im Kryostaten war in Kombination mit der gewählten optischen Ausstattung jedoch zu gering, um dies zu beobachten. Während die Eignung der Prüfvorrichtung als solcher hierdurch nicht beeinträchtigt wird, ergeben sich Optimierungen durch die Änderung der geometrischen Verhältnisse im Prüfraum wie beispielsweise der zur Lastachse azentrischen Ausrichtung des kompletten Kryostates.

### 5.4.3 Einfluss des Balges auf die Last

Die Kraft-Weg-Daten der Prüfung der Rissöffnung unter Modus I Belastung entsprechen nicht dem typischen Verlauf eines instabilen Risswachstums. Abbildung 5.34 zeigt den Vergleich einer Probe im Bad aus flüssigen Stickstoff zu den Proben im Kryostaten.



**Abbildung 5.34:** Kraft-Weg-Diagramm der Modus I Belastungsprüfungen im Kryostaten

Dieses tritt nach den gegebenen Formeln in Kapitel 2 ein, sobald die Energiefreisetzungsrate mit zunehmendem Rissfortschritt steigt, also  $K_I \geq K_{IC}$ . Dennoch wirken Mechanismen, vorwiegend bei Verbundwerkstoffen, welche trotz des spröden Verhaltens zum Abbau von Energie beitragen. Inhomogenitäten im Material, Faserüberbrückungen und das Erzeugen weiterer Risse und deren Ausweichen in verschiedene Materialbereiche, sind einige Mechanismen welche zu einem Ruck-gleiten führen. Also eine alternierende Abfolge von spontanen Rissfortschritten und Ruhephasen. Diese Phasen sind bei der Prüfung im Kryostaten unter kryogenen Bedingungen im Vergleich zu Prüfungen in flüssigem Stickstoff

## *5 Ergebnisse und Diskussion*

nicht derart deutlich ausgeprägt. Einen Einfluss hierauf hat die mechanische Kopplung des Balges an die Verlängerung von Kraftmessdose in das Kryostat. Der Balg schließt somit das Kryostat ab, während die Kraftmessdose außerhalb der Vakuumbedingungen agiert. Dennoch ermöglicht der Balg eine Bewegung der Traverse, um die Prüfungen durchzuführen. Die Kopplung des Balges an das statische Kryostat und an die dynamische Verlängerung funktioniert so nur über eine Rückstellkraft des flexiblen Balges. Diese Rückstellkraft bei Vakuum beträgt in etwa 1 kN. Die ruckartigen Bewegungen, von etwa 10 N, werden infolgedessen vom Balg teilweise kompensiert und treten in der Kraft-Weg-Messung vermindert auf. Der Einfluss der Rückstellkraft, speziell bei der Prüfung unter Modus I Belastung, muss den Daten für eine valide Auswertung der Messungen entnommen werden. Zudem variiert der Einfluss des Balges mit seiner Dehnung und dem vorherrschenden Vakuum. Der Nullpunkt der Kraft sowie der fortlaufende Einfluss unterscheiden sich je nach Prüfvorrichtung und Prüfung selbst, wodurch infolge mit höheren Fehlerbereichen mechanischer Kennwerte gerechnet werden muss.

Eine Verminderung des instabilen Risswachstums aufgrund einer geringeren Kühlung der Risspitze, wie in Abschnitt 5.3.2 bereits beschrieben, muss zudem an dieser Stelle berücksichtigt werden.

## 6 Zusammenfassung

Im Zuge der Forschungsarbeiten wurden Methoden zur Ermittlung von mechanischen Kennwerten eines kohlefaserverstärkten Verbundwerkstoffes unter kryogenen Bedingungen entwickelt und umgesetzt. Ziel war es, die spezifischen Herausforderungen extremer Temperaturbedingungen zu adressieren und verlässliche Prüfmethode zu etablieren. Zu diesem Zweck wurden verschiedene Prüfvorrichtungen entwickelt, um charakteristische mechanische Kennwerte zu bestimmen. Insbesondere wurden Vorrichtungen zur quasi-statischen Zug-, Druck- und Schubprüfung sowie zur bruchmechanischen Prüfung unter Rissöffnungsmodi Modus I und Modus II Belastung entwickelt. Diese Vorrichtungen wurden sowohl unter Standard-Raumbedingungen, in einem Kryostaten unter Hochvakuum als auch in einem Bad aus flüssigem Stickstoff getestet und optimiert. Ein zentrales Element der Untersuchungen war die Applikation der fortschrittlichen Messtechnik der 3D-Bildkorrelation. Mit ihrer Hilfe konnten die Verformungs- und Spannungszustände an den Probenoberflächen innerhalb des Kryostaten analysiert und visualisiert werden. Dies erlaubte nicht nur den Nachweis der gewünschten Spannungszustände, sondern diente auch der Validierung und Optimierung der entwickelten Prüfvorrichtungen hinsichtlich ihrer Verlässlichkeit und Funktionalität.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden einleitend methodische, konstruktive und applikative Fragestellungen zur charakteristischen Kennwertermittlung unter kryogenen Bedingungen behandelt, welche nun zur Beantwortung wieder aufgegriffen werden.

### **Methodisch:**

Zunächst wurde die Frage aufgeworfen, wie es möglich ist, eine Probe für tiefkalte und kryogene Temperaturen so zu präparieren, dass sie eine ausreichende mechanische Stabilität bis zum Bruch aufweist, obwohl Werkstoffe bei zunehmend tieferen Temperaturen zur Versprödung tendieren, sowie thermisch induzierte Spannungen aufweisen. Die Antwort darauf liegt in der Anpassung der Probenpräparation und Geometrie sowie in der Modifikation der Prüfmethode, um den spezifischen Anforderungen dieser Bedingungen gerecht zu werden.

Diese Prüfungen orientieren sich an den geltenden Normen für Standard-Raumbedingungen, wobei erfolgreich Anpassungen vorgenommen wurden, um die Funktionalität der Prüfvorrichtungen unter kryogenen Bedingungen sicherzustellen. Die Prüfmethodik wurde gezielt angepasst, um spezifische Anforderungen an die Vermeidung von Haftung und Reibung zu

## 6 Zusammenfassung

erfüllen. Dabei lag der Fokus darauf, den Einfluss von kondensierenden und sich verfestigenden Bestandteilen der Prüfumgebung sowie den thermischen Verzug der Vorrichtung zu minimieren. Beide Faktoren können dazu führen, dass bewegliche Elemente durch Verklebung, Haftung oder erhöhte Reibung ihre Beweglichkeit verlieren.

Darüber hinaus wurden die Probengeometrien und die Probenpräparation modifiziert, um eine ausreichende Festigkeit in der Lasteinleitung sicherzustellen, die bis zum gewünschten Versagen der Probe erhalten bleibt. Die Anpassungen berücksichtigen die unterschiedlichen Werkstoffe und ihre jeweils spezifischen thermischen Ausdehnungskoeffizienten, welche das Versagensverhalten beeinflussen.

Durch diese methodischen Modifikationen wurde die Grundlage für zuverlässige und reproduzierbare Werkstoffprüfungen unter kryogenen Bedingungen geschaffen.

### **Konstruktiv:**

Des Weiteren wurde untersucht, welche Werkstoffe die nötigen mechanischen Eigenschaften wie Festigkeit, Härte, Wärmeleitfähigkeit und Schadenstoleranz für den Einsatz bei kryogenen Temperaturen erfüllen. Hier zeigte sich, dass die Auswahl geeigneter Werkstoffe für diese Bedingungen von entscheidender Bedeutung ist, um ihre Leistungsfähigkeit auch bei extrem niedrigen Temperaturen zu gewährleisten. CuBe<sub>2</sub> erwies sich in seinen vorteilhaften Eigenschaften von zugleich ausreichenden mechanischen und wärmeleitfähigen Eigenschaften als vielversprechender Werkstoff.

Ein weiterer zentraler Punkt war die Anpassung der Prüfvorrichtungen. Die Frage nach den notwendigen Änderungen an gängigen Prüfmethoden und der Konstruktion der Vorrichtungen, um den extremen Anforderungen der kryogenen Bedingungen gerecht zu werden, konnte durch die Entwicklung adaptierter sowie wärmeleitfähiger Vorrichtungen beantwortet werden, die zeitgleich mechanische Belastungen aufnehmen als auch eine ausreichende optische Zugänglichkeit bieten. Dadurch konnten alle erforderlichen Messdaten zur Ermittlung relevanter mechanischer Kennwerte erfasst werden. Die Vorrichtungen hielten die Belastung bis zum Bruch stand und ermöglichten so die Bestimmung von elastischen (und potenziell plastischen) Eigenschaften der Proben bis zum validen Versagen. Dies war sowohl unter Standard-Raumbedingungen als auch unter verschiedenen kryogenen Bedingungen gewährleistet. Die Konstruktion der Vorrichtungen zeigten zuverlässige Funktionsfähigkeiten selbst bei tiefkalten bis kryogenen Temperaturen.

## **Applikativ:**

Schließlich wurde die 3D-Bildkorrelation als zentrale Messtechnik eingeführt. Die Frage, wie diese Methode mit den notwendigen thermischen Kopplungen zu den mechanischen Vorrichtungen kombiniert werden kann, um die Probe unter kryogenen Bedingungen zu charakterisieren, wurde erfolgreich beantwortet. Die Integration einer 3D-Bildkorrelation mit zwei Kameras in einer stereotypischen Anordnung wurde erfolgreich am Kryostat umgesetzt. Diese Messtechnik wurde dabei als zuverlässige Methode zur Erfassung von Verschiebungen und Verformungen unter kryogenen Bedingungen etabliert. Das verwendete Pattern erwies sich unter den gegebenen Umgebungsbedingungen von Standard-Raumbedingungen über kryogene Bedingungen in einem Bad aus flüssigem Stickstoff, sowie bei kryogenen Bedingungen unter Hochvakuum, als robust und stabil. Die Messdaten zur Ermittlung der elastischen Eigenschaften der Probe zeigten sich in enger Übereinstimmung mit den Messdaten eines Tieftemperaturdilatometers, wobei geometrische Formen ohne nachträgliche Korrekturmaßnahmen präzise abgebildet wurden. Diese Übereinstimmung und Bewertung erfolgte im Rahmen des systemseitigen Rauschens bei den eingesetzten Parametern.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die in dieser Arbeit behandelten Fragestellungen umfassend beantwortet wurden. Das entwickelte System stellt eine Lösung zur Werkstoffcharakterisierung bei kryogenen Temperaturen dar, welches die Anforderungen an Präzision, Effizienz und Vielseitigkeit in der Messung einer Probe unter kryogenen Bedingungen innerhalb eines unter Vakuum stehenden Kryostaten erfolgreich erfüllt.

Das entwickelte System stellt eine wertvolle Erweiterung der begrenzten Möglichkeiten zur Werkstoffcharakterisierung bei kryogenen Temperaturen dar, die in der Regel ohne den Einsatz fortschrittlicher Messtechniken wie der digitalen Bildkorrelation durchgeführt werden. Im Gegensatz dazu ermöglicht das System nicht nur die Anwendung der digitalen Bildkorrelation, sondern stellt gleichzeitig einen elektrischen Zugang zur Probe bereit. Dies stellt einen erheblichen Vorteil dar, da der elektrische Zugang nicht nur die Implementierung zusätzlicher Messmethoden wie der Temperaturmessung ermöglicht, sondern auch die Anwendung von Applikationen zur Zustandsüberwachung der Probe unterstützt.

Dieser umfassende Zugang zur Probe eröffnet eine Vielzahl an Möglichkeiten, die über die traditionellen Prüfmethode hinausgehen. Weitere Anwendungen im Bereich des Thermomanagements und der Schallemission, die ebenfalls einen elektrischen Zugang erfordern, wurden in den Arbeiten von Gabele [126] detailliert betrachtet. Diese Erweiterung der Funktionalitäten ermöglicht eine differenzierte Überwachung des Materialverhaltens unter extremen Bedingungen. Durch diese Multifunktionalität wird eine tiefgehende und reprodu-

## *6 Zusammenfassung*

zierbare Werkstoffcharakterisierung erreicht, die auf eine Vielzahl von Proben angewendet werden kann. Die Kombination dieser Messmethoden sorgt für eine umfassende Analyse, die sowohl zeitlich als auch inhaltlich neue Dimensionen in der Werkstoffprüfung eröffnet.

Nach dem aktuellen Kenntnisstand des Autors stellt dieses System im Vergleich zum Stand der Technik ein Alleinstellungsmerkmal dar. Es unterscheidet sich durch den Verzicht auf flüssige Gase, was die Handhabung sicherer und effizienter gestaltet, sowie durch die gleichzeitige Nutzung von 3D-Bildkorrelation ohne die Notwendigkeit von Korrektur- und nachfolgender Rekonstruktionsmaßnahmen. Zudem ermöglicht das System einen elektrischen Zugang für den simultanen Einsatz weiterer Messtechniken, was es besonders flexibel in der Anwendung macht. Ein weiterer entscheidender Vorteil ist die Temperaturvariabilität des Systems, die von Raumtemperatur bis in den kryogenen Temperaturbereich reicht und somit eine breite Palette an Messungen und Tests ermöglicht.

## 7 Ausblick

Der folgende Ausblick betrachtet Punkte zur Optimierung des dargestellten Systems für weitere intensivierete Forschungs- und Entwicklungsarbeit. Ein Hauptaugenmerk liegt auf dem Kryostaten selbst und dessen Konstruktion. Eine Optimierung und Ergänzung wesentlicher Bauteile kann zu niedrigeren Temperaturen an der Probe führen und darüber hinaus zu kürzeren Zeiten zur Einkühlung. Zudem können die Möglichkeiten der 3D-Bildkorrelation selbst und durch weitere Messtechnik erweitert werden, um ein intensiveres Verständnis der Werkstoffcharakteristika zu erhalten. Zuletzt folgen Ansätze zur Optimierung der Prüftechnik sowie deren Anwendung um vielversprechende Werkstoffe zum Bau von Speichertanks für kryogene Medien. Mit besonderem Augenmerk für Speichertanks für flüssigen Sauerstoff und flüssigen Wasserstoff.

Eine Optimierung des Kryostaten sollte in den Bereichen Leistung, Massenreduzierung, Dichtungstechnik und Zugänglichkeit erfolgen. Der Einsatz eines oder mehrerer Cryocooler im vertikalen Einbau könnte die Leistung steigern und mehrere Bereiche gezielt kühlen, darunter Strahlenschild, Prüfaufbau, lasttragende Elemente, Probenhalter und Probe selbst. Eine Verringerung der Wärmeleitstrecke verbessert die Kühlungseffizienz. Zudem könnte sich durch die Reduktion der mittleren freien Wegstrecke von Atomen im Zylinder ein besseres Vakuum einstellen, da Atome weniger Zeit haben, ungehindert durch den Raum zu reisen, bevor sie auf gekühlte Oberflächen treffen. Durch den Einsatz von zwei oder mehr gekühlten Schilden oder Aktivkohle mit hoher Oberfläche könnten Atome und Moleküle effizienter gefangen und ihrer Energie beraubt werden, was deren Auskondensieren fördert. Die Anzahl der benötigten Stoßvorgänge eines Atoms oder Moleküls gegen eine gekühlte Oberfläche lässt sich berechnen, die mathematischen Grundlagen finden sich beispielsweise im Buch von Atkins und Paula [171].

Eine Verringerung der Masse kann durch eine optimierte Auslegung der lasttragenden Elemente mittels Topologieoptimierung erfolgen. Zudem besteht die Möglichkeit, Werkstoffe wie Kupfer-Beryllium, Molybdän und Wolfram-Kupfer einzusetzen, um Bauelemente mit hoher Wärmeleitfähigkeit (im Vergleich zu den meisten Eisenmetallen) und lasttragender Funktion zu ersetzen. Durch die Verbindung von Struktureigenschaften und Funktionseigenschaften innerhalb eines Materials könnte sich die thermische Masse reduzieren. Die Adressierung einer Optimierung des dargestellten Kryostaten sollte darüber hinaus die Dichtungstechnik überdenken. Federgestützte Polytetrafluorethylen-Dichtungen er-

## 7 Ausblick

lauben eine bessere Wiederverwendbarkeit als Kupferschneidende Dichtungen und können dennoch den extremen Temperaturbedingungen standhalten. In diesem Zusammenhang erlaubt das aktuelle System unter Verwendung von Silikon- und Nitril-Butylen-Dichtungen keine Einkühlung des Systems mit beispielsweise flüssigen Stickstoff, wodurch sich das System insgesamt schneller herunterkühlen ließe. Auch der Einsatz von Wärme-Austauschgas und das Erwärmen des Systems nach der Prüfung durch den Einlass von Gas ist somit unter äußerster Vorsicht durchzuführen.

Können die Punkte zur schnelleren Einkühlung des Systems umgesetzt werden, so könnte ein Aufbau mit einer vorderseitigen Tür zur Steigerung der Zugänglichkeit verwirklicht werden. Ein Heizdraht könnte in diesem Zusammenhang Temperaturen von über der Siedetemperatur von Stickstoff und Argon, als unbedenkliche Gase, welche im großen Umfang verfügbar sind, erzeugen. Hierdurch ließe sich eine Gasführung derart erzeugen, dass keine oder nur wenige Mengen an sich auskondensierenden Bestandteilen der Umgebungsluft in den Prüfraum bewegen, sobald die Tür zum Prüfraum geöffnet wird. Infolgedessen wäre ein schnellerer Probewechsel mit der nötigen Justierung und Anbringung von Sensoren und Kabeln möglich. Zudem wird die Ressourceneffizienz durch die geringere Einbringung an Wärmeenergie in das System gesteigert.

Im Rahmen der optischen Zugänglichkeit können zusätzliche Sichtfenster zur Implementierung weiterer Kamerasysteme einen weiteren Einblick in das Versagensverhalten der Probe bieten. Ein Hauptaugenmerk liegt hierbei in der Beobachtung von Biegung und Knickbändern entlang mehrerer Oberflächen während einer Druckprüfung.

Eine Variation an optischen Linsen erlaubt zudem eine gezieltere Anwendung der 3D-Bildkorrelation auf lokale Bereiche. Darüber hinaus kann zudem eine Verfolgung des Rissfortschritts über einen weiteren Beobachtungswinkel erfolgen. Grundsätzlich ist das verwendete System zur 3D-Bildkorrelation für Betrachtungen im Zoom und Weitwinkel befähigt. Ein erweiterter Zugang zur Einkopplung von Licht erlaubt zudem kürzere Belichtungszeiten, wodurch höhere Dehnungsraten gefahren werden können.

Das Potenzial der 3D-Bildkorrelation erlaubt durch eine Parametereinstellung zudem detailliertere Messungen. In dieser Arbeit wurde eine Einstellung für alle Versuche verwendet. Eine Optimierung der Systemparameter und des Pattern erlaubt, im Zusammenhang mit der Erweiterung der optischen Bauteile, eine präzisere Auswertung. Dies mit einem Hauptaugenmerk auf Scherwinkel und deren Verteilung um eine Risspitze.

Die Prüftechnik selbst kann speziell im Bereich der Schubprüfung durch eine Versteifung der Probe optimiert werden. Neben einer zunehmend validen Messung würde durch eine massivere Auslegung der Probengeometrie ein erhöhter Druck der Prüfvorrichtungen auf Kühlelemente erfolgen können. Die Vermeidung von vorzeitigen Schäden und die erhöhte Wärmeleitung aufgrund zunehmender Presskraft der Elemente zueinander würde die Effizienz steigern. So auch die Möglichkeit einer Probenkassette innerhalb des Kryostaten um einen Probenwechsel ohne Öffnen des Kryostaten zu ermöglichen. Oder im bereits beschriebenen Konzept einer Tür, vorgekühlte Proben und Prüfvorrichtungen zu verwenden.

Die Verwendung einer vergrößerten Prüfmaschine sowie die Verkleinerung des Kryostaten würden die Arbeiten mit dem Kryostaten vereinfachen und das Handling steigern. Ein Hauptaugenmerk der Prüftechnik ist jedoch mit den verwendeten Kraftmessdosen gegeben. Eine auf 100 kN ausgelegte Kraftmessdose wurde sowohl für die Zugprüfung als auch für die Druck- und Schubprüfung verwendet. Jedoch verringert sich die Genauigkeit der Kraftmessdose mit niedrigen Lasten. Hierbei tritt die Belastungsprüfung unter Rissöffnungsmodus I in den Vordergrund. Hierzu wurde eine auf bis zu 50 kN ausgelegte Kraftmessdose verwendet, während die Lasten auf die Probe in den Versuchen, abgesehen vom Unterdruck des Vakuums, nicht über 100 N steigen. Die Verwendung von an die wirkenden Lasten angepassteren Kraftmessdosen würden zu präziseren Ergebnissen führen.

Zuletzt sollten die optimierten Ansätze verwendet werden, um geeignete Materialsysteme für den Behälterbau zur Speicherung von kryogenen Medien zu prüfen. In ersten Versuchen wurden kohlefaserverstärkte Thermoplaste in unidirektionalem Aufbau entlang der Faserrichtung getestet. Diese Materialsysteme, insbesondere auf Basis von Polyaryletherketon und Polyetheretherketon, wurden bisher nicht unter kryogenen Temperaturen geprüft. Durch den Einsatz des Klebstoffs AD840 von DELO und das Beflammen von CETEX TC1225 der Firma Toray mit einer rußfreien Flamme konnten jedoch erfolgreiche Zug- und Druckprüfungen durchgeführt werden.

# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich herzlich für die lehrreiche und erkenntnisreiche Zeit am Institut für Materials Resource Management bedanken. Für die finanzielle Unterstützung möchte ich dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz sowie dem Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt im Rahmen der Projekte MakeKryo I-III unter den Förderkennziffern 50RL2090, 50RL2190 und 50RL2295 danken. Für die fachliche und organisatorische Unterstützung gilt mein besonderer Dank:

- Prof. Dr. Markus Sause, für die Übernahme der Erstbegutachtung dieser Dissertation. Die unter seiner Leitung gewährten offenen Freiräume zur Ideenfindung und Umsetzung sowie das entgegengebrachte Vertrauen haben diese Arbeit wesentlich geprägt. Besonders dankbar bin ich für die Möglichkeiten des regelmäßigen wissenschaftlichen Austausch sowie der Teilnahme an internationalen Konferenzen.
- Prof. Dr. Anna Trauth, für die Zweitbegutachtung dieser Dissertation. Ihr gilt mein Dank für die konsequente Unterstützung als Gruppenleiterin, ihren stets guten Rat sowie die wertvollen fachlichen Diskussionen, die diese Arbeit enorm bereichert haben.
- Dr. Marco Korkisch, für seine Expertise im Bereich der 3D-Bildkorrelation und deren Auswertung bis hin zur grafischen Darstellung.
- Stefan Schmitt, Leiter des mechanischen Prüflabors, Dr. Robert Horny, Leiter des thermophysikalischen Prüflabors, Florian Fuchs, Leiter der Werkstatt, sowie dem gesamten Team der Techniker, die durch ihre herausragende Unterstützung und Bereitschaft maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.
- Ein besonderer Dank gilt dem Kollegium im Büro W-2019 und insbesondere Leonard Gabele für die äußerst kooperative und produktive Zusammenarbeit im Rahmen unserer kollaborativen Tätigkeiten.

Für die stetige Unterstützung und den immerwährenden Rückhalt möchte ich meiner Familie danken. Mein besonderer Dank gilt dabei meiner wundervollen Frau Alexandra Klein sowie meinen liebevollen Eltern Susanne und Peter Häfele, ohne deren Unterstützung weder mein Studium noch die darauffolgenden Jahre als wissenschaftlicher Mitarbeiter möglich gewesen wären.

# Literaturverzeichnis

- [1] Sumitomo Heavy Industries Ltd., "Rdk-415d capacity map," Tokyo, Japan, 29.01.2025.
- [2] SGL Carbon SE, "Material card cfrp plate manufactures by prepreg stacking and compression molding of sigrapreg® c u230-0/nf-e320."
- [3] "Din en iso 2409:2020-12, beschichtungsstoffe\_- gitterschnittprüfung (iso\_2409:2020); deutsche fassung en\_iso\_2409:2020," Berlin.
- [4] I. P. o. C. Change, Ed., *Climate Change 2022 – Impacts, Adaptation and Vulnerability*. Cambridge University Press, 2023.
- [5] Studentische Zeitschrift für Rechtswissenschaft Heidelberg – Wissenschaft Online, "Studentische zeitschrift für rechtswissenschaft heidelberg – wissenschaft online, nr. 2 (2018): Studzr-wissson."
- [6] S. J. Davis, N. S. Lewis, M. Shaner, S. Aggarwal, D. Arent, I. L. Azevedo, S. M. Benson, T. Bradley, J. Brouwer, Y.-M. Chiang, C. T. M. Clack, A. Cohen, S. Doig, J. Edmonds, P. Fennell, C. B. Field, B. Hannegan, B.-M. Hodge, M. I. Hoffert, E. Ingersoll, P. Jaramillo, K. S. Lackner, K. J. Mach, M. Mastrandrea, J. Ogden, P. F. Peterson, D. L. Sanchez, D. Sperling, J. Stagner, J. E. Trancik, C.-J. Yang, and K. Caldeira, "Net-zero emissions energy systems," *Science (New York, N.Y.)*, vol. 360, no. 6396, 2018.
- [7] D. Cecere, E. Giacomazzi, and A. Ingenito, "A review on hydrogen industrial aerospace applications," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 39, no. 20, pp. 10731–10747, 2014. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319914011847>
- [8] S. Fuss, W. F. Lamb, M. W. Callaghan, J. Hilaire, F. Creutzig, T. Amann, T. Beringer, W. de Oliveira Garcia, J. Hartmann, T. Khanna, G. Luderer, G. F. Nemet, J. Rogelj, P. Smith, J. L. V. Vicente, J. Wilcox, M. Del Mar Zamora Dominguez, and J. C. Minx, "Negative emissions—part 2: Costs, potentials and side effects," *Environmental Research Letters*, vol. 13, no. 6, p. 063002, 2018. [Online]. Available: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1748-9326/aabf9f/meta>

## LITERATURVERZEICHNIS

- [9] S. J. M. Algayyim, K. Saleh, A. P. Wandel, I. M. R. Fattah, T. Yusaf, and H. A. Alrazen, "Influence of natural gas and hydrogen properties on internal combustion engine performance, combustion, and emissions: A review," *Fuel*, vol. 362, p. 130844, 2024.
- [10] H. Al-Yafei, S. Aseel, M. Kucukvar, N. C. Onat, A. Al-Sulaiti, and A. Al-Hajri, "A systematic review for sustainability of global liquified natural gas industry: A 10-year update," *Energy Strategy Reviews*, vol. 38, p. 100768, 2021.
- [11] M. Yang, R. Hunger, S. Berrettoni, B. Sprecher, and B. Wang, "A review of hydrogen storage and transport technologies," *Clean Energy*, vol. 7, no. 1, pp. 190–216, 2023.
- [12] A. M. Elberry, J. Thakur, A. Santasalo-Aarnio, and M. Larimi, "Large-scale compressed hydrogen storage as part of renewable electricity storage systems," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 46, no. 29, pp. 15 671–15 690, 2021. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319921005838>
- [13] Q. Song, R. R. Tinoco, H. Yang, Q. Yang, H. Jiang, Y. Chen, and H. Chen, "A comparative study on energy efficiency of the maritime supply chains for liquefied hydrogen, ammonia, methanol and natural gas," *Carbon Capture Science & Technology*, vol. 4, p. 100056, 2022. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2772656822000276>
- [14] M. Al-Breiki and Y. Bicer, "Liquified hydrogen vs. liquified renewable methane: Evaluating energy consumption and infrastructure for sustainable fuels," *Fuel*, vol. 350, p. 128779, 2023. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236123013923>
- [15] M. d. A. D'Agosto, Ed., *Transportation, Energy Use and Environmental Impacts*. San Diego: Elsevier, 2019.
- [16] M. Jha and N. Gaur, "Life cycle of medical oxygen from production to consumption," *Journal of Family Medicine and Primary Care*, vol. 11, no. 4, pp. 1231–1236, 2022. [Online]. Available: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC9067174/>
- [17] H. Kobayashi, A. Hayakawa, K. K. A. Somarathne, and E. C. Okafor, "Science and technology of ammonia combustion," *Proceedings of the Combustion Institute*, vol. 37, no. 1, pp. 109–133, 2019. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1540748918306345>

- [18] S. K. Vallabhuni, A. D. Lele, V. Patel, A. Lucassen, K. Moshhammer, M. AlAbbad, A. Farooq, and R. X. Fernandes, "Autoignition studies of liquefied natural gas (LNG) in a shock tube and a rapid compression machine," *Fuel*, vol. 232, pp. 423–430, 2018. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236118308238>
- [19] T. Zhang, J. Uratani, Y. Huang, L. Xu, S. Griffiths, and Y. Ding, "Hydrogen liquefaction and storage: Recent progress and perspectives," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 176, p. 113204, 2023. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1364032123000606>
- [20] B. Bijeta Nayak, H. Jena, D. Dey, B. Kassaye Oda, A. Chetia, S. Kumar Brahma, T. Bordoloi, and D. Chakraborty, "Materials selection and design analysis of cryogenic pressure vessel: A review," *Materials Today: Proceedings*, vol. 47, pp. 6605–6608, 2021. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785321036713>
- [21] A. Air, M. Shamsuddoha, and B. Gangadhara Prusty, "A review of type v composite pressure vessels and automated fibre placement based manufacturing," *Composites Part B: Engineering*, vol. 253, p. 110573, 2023. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836823000768>
- [22] Z. Sapi and R. Butler, "Properties of cryogenic and low temperature composite materials – a review," *Cryogenics*, vol. 111, p. 103190, 2020. [Online]. Available: <https://researchportal.bath.ac.uk/en/publications/properties-of-cryogenic-and-low-temperature-composite-materials-a>
- [23] H. C. Zhang, C. J. Huang, R. J. Huang, and L. F. Li, "Liquid helium free cryogenic mechanical property test system with optical windows," *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 278, no. 1, p. 012083, 2017. [Online]. Available: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/278/1/012083>
- [24] J. G. Weisend II, *Cryostat Design: Case Studies, Principles and Engineering*, ser. International Cryogenics Monograph Ser. Cham: Springer International Publishing, 2016.
- [25] T. K. Christ, "Rechnerische und experimentelle untersuchungen zum versagensverhalten cfk-umwickelter kryo-druckbehalter," Ph.D. dissertation, Technische Universitat Munchen. [Online]. Available: <https://mediatum.ub.tum.de/1366807>

## LITERATURVERZEICHNIS

- [26] C. He, R. Yu, H. Sun, and Z. Chen, "Lightweight multilayer composite structure for hydrogen storage tank," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 41, no. 35, pp. 15 812–15 816, 2016.
- [27] D. A. Wigley, "Mechanical properties of materials at low temperatures," *Cryogenics*, vol. 8, no. 1, pp. 3–12, 1968. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011227568800426>
- [28] S. Choi and B. V. Sankar, "Fracture toughness of transverse cracks in graphite/epoxy laminates at cryogenic conditions," *Composites Part B: Engineering*, vol. 38, no. 2, pp. 193–200, 2007. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836806000862>
- [29] J. Hohe, A. Neubrand, S. Fliegner, C. Beckmann, M. Schober, K.-P. Weiss, and S. Appel, "Performance of fiber reinforced materials under cryogenic conditions—a review," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 141, p. 106226, 2021. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X20304620>
- [30] M. Aziz, "Liquid hydrogen: A review on liquefaction, storage, transportation, and safety," *Energies*, vol. 14, no. 18, p. 5917, 2021.
- [31] N. Chawla and K. K. Chawla, *Metal Matrix Composites*. New York, NY: Springer New York, 2013.
- [32] *Micromechanics of composites: Composite properties of fibre and matrix constituents*. Munich: Hanser, 1996.
- [33] V. Vasiliev and E. V. Morozov, *Advanced mechanics of composite materials and structures*. Amsterdam, Netherlands: Elsevier, 2018.
- [34] M. Romano, "Charakterisierung von gewebeverstärkten einzellagen aus kohlenstofffaserverstärktem kunststoff (cfk) mit hilfe einer mesomechanischen kinematik sowie strukturdynamischen versuchen," Dissertation / Dissertation, Universität der Bundeswehr München and Deutschland and Ostbayerische Technische Hochschule Regensburg and Shaker Verlag, Ostbayerische Technische Hochschule Regensburg.
- [35] *Handbuch Faserverbundkunststoffe/Composites*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2013.

- [36] H. AVÇI, A. HASSANİN, T. HAMOUDA, and A. KILIÇ, "High performance fibers: A review on current state of art and future challenges," *Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi Dergisi*, vol. 27, no. 2, pp. 130–155, 2019.
- [37] X. Huang, "Fabrication and properties of carbon fibers," *Materials*, vol. 2, no. 4, pp. 2369–2403, 2009.
- [38] A. S. Nitai, T. Chowdhury, M. N. Inam, M. S. Rahman, M. I. H. Mondal, M. A. H. Jahir, V. Hessel, I. M. R. Fattah, M. A. Kalam, W. A. Suwaileh, J. L. Zhou, M. Zargar, and M. B. Ahmed, "Carbon fiber and carbon fiber composites—creating defects for superior material properties," *Advanced Composites and Hybrid Materials*, vol. 7, no. 5, pp. 1–35, 2024. [Online]. Available: <https://link.springer.com/article/10.1007/s42114-024-00971-x>
- [39] V. Oddone, R. C. Wimpory, and S. Reich, "Understanding the negative thermal expansion in planar graphite–metal composites," *Journal of Materials Science*, vol. 54, no. 2, pp. 1267–1274, 2019. [Online]. Available: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10853-018-2879-y>
- [40] B. A. Newcomb, "Processing, structure, and properties of carbon fibers," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 91, pp. 262–282, 2016. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X16303451>
- [41] B. Schneider, "Thermische ausdehnung von faserverbunden bei tiefen temperaturen."
- [42] G. Hartwig, "Thermal expansion of fibre composites," *Cryogenics*, vol. 28, no. 4, pp. 255–266, 1988.
- [43] H. Lengsfeld, J. Lacalle Muerza, T. Neumeyer, and V. Altstädt, *Faserverbundwerkstoffe: Prepregs und ihre Verarbeitung*, 2nd ed., ser. Hanser eLibrary. München: Hanser, 2020. [Online]. Available: <https://www.hanser-elibrary.com/doi/book/10.3139/9783446466036>
- [44] T. Sueck, "Neue up-harze für das smc- und bmc-verfahren: Doctoralthesis," Ph.D. dissertation, BTU Cottbus - Senftenberg.
- [45] D. A. Wigley, *Mechanical Properties of Materials at Low Temperatures*. Boston, MA: Springer US, 1971.
- [46] D. Ratna, *Handbook of thermoset resins*. Shawbury: iSmithers, 2009.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [47] M. Scheffler, W. D. Callister, and D. G. Rethwisch, Eds., *Materialwissenschaften und Werkstofftechnik: Eine Einführung*, 1st ed. Weinheim: Wiley-VCH GmbH, 2020.
- [48] M. Flemming, G. Ziegmann, and S. Roth, *Faserverbundbauweisen: Fertigungsverfahren mit duroplastischer Matrix*. Berlin and Heidelberg: Springer, 1999. [Online]. Available: <https://ebookcentral.proquest.com/lib/kxp/detail.action?docID=6873209>
- [49] H. Dietmann, *Einführung in die Elastizitäts- und Festigkeitslehre*, 3rd ed. Stuttgart: Alfred Kröner Verlag, 1992.
- [50] M. Ziermaier, *Nichtlineare Versagensanalyse von dünnwandigen Faser-Kunststoff-Verbund-Bauteilen unter besonderer Berücksichtigung von out-of-plane Rovingwelligkeiten: Zugl.: Kaiserslautern, Techn. Univ., Diss., 2014*, als ms. gedr ed., ser. IVW-Schriftenreihe. Kaiserslautern: Institut für Verbundwerkstoffe, 2014, vol. Band 113.
- [51] J. Hohe, M. Schober, S. Fliegner, K.-P. Weiss, and S. Appel, "Effect of cryogenic environments on failure of carbon fiber reinforced composites," *Composites Science and Technology*, vol. 212, p. 108850, 2021. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353821002062>
- [52] S. Choi and B. V. Sankar, "Micromechanical analysis of composite laminates at cryogenic temperatures," *Journal of Composite Materials*, vol. 40, no. 12, pp. 1077–1091, 2006.
- [53] V. Parma, Ed., *Cryostat Design in Proceedings / CAS CERN Accelerator School Superconductivity for Accelerators: Erice, Italy, 24 April - 4 May 2013*, ser. CERN. Geneva: CERN European Organization for Nuclear Research, 2014, vol. 2014,5.
- [54] W. S. Johnson, M. M. Pavlick, and M. S. Oliver, *Determination of Interlaminar Toughness of IM7/977-2 Composites at Temperature Extremes and Different Thicknesses*, 2005. [Online]. Available: <https://ntrs.nasa.gov/citations/20050192417>
- [55] R. J. Melcher and W. S. Johnson, "Mode I fracture toughness of an adhesively bonded composite-composite joint in a cryogenic environment," *Composites Science and Technology*, vol. 67, no. 3-4, pp. 501–506, 2007. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353806003319>

- [56] J. Mahon, N. Pagliocca, V. Harnack, B. Koohbor, R. Krchnavek, and W. Xue, "Design and implementation of a thin film tensile testing apparatus for cryogenic applications," *Experimental Techniques*, vol. 47, no. 4, pp. 817–826, 2023. [Online]. Available: <https://www.researchwithrowan.com/en/publications/design-and-implementation-of-a-thin-film-tensile-testing-apparatu>
- [57] M.-S. Kim, T. Lee, Y. Son, J. Park, M. Kim, H. Eun, J.-W. Park, and Y. Kim, "Metallic material evaluation of liquid hydrogen storage tank for marine application using a tensile cryostat for 20 k and electrochemical cell," *Processes*, vol. 10, no. 11, p. 2401, 2022. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2227-9717/10/11/2401>
- [58] P. Jia, D. Xu, Y. Zhao, H. Qi, A. Nishimura, H. Liu, H. Zhang, R. Huang, and L. Li, "2 k cryogenic system with the thermal switch for measuring electrical properties of insulation materials," *Cryogenics*, vol. 118, p. 103349, 2021.
- [59] N. Kulev, S. Basting, E. Bänsch, and M. Dreyer, "Interface reorientation of cryogenic liquids under non-isothermal boundary conditions," *Cryogenics*, vol. 62, pp. 48–59, 2014. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011227514000794>
- [60] T. Ogata and U. Balachandran, "Hydrogen environment embrittlement evaluation in fatigue properties of stainless steel sus304l at cryogenic temperatures," *0094-243X*, vol. 1219, no. 1, pp. 25–32, 2010.
- [61] C. Alduino, F. Alessandria, M. Balata, D. Biare, M. Biassoni, C. Bucci, A. Caminata, L. Canonica, L. Cappelli, G. Ceruti, A. Chiarini, N. Chott, M. Clemenza, S. Copello, A. Corsi, O. Cremonesi, A. D'Addabbo, S. Dell'Oro, L. Di Paolo, M. L. Di Vacri, A. Drobizhev, M. Faverzani, E. Ferri, M. A. Franceschi, R. Gaigher, L. Gladstone, P. Gorla, M. Guetti, L. Ioannucci, Y. Kolomensky, C. Ligi, L. Marini, T. Napolitano, S. Nisi, A. Nucciotti, I. Nutini, T. O'Donnell, D. Orlandi, J. L. Ouellet, C. E. Pagliarone, L. Pattavina, A. Pelosi, M. Perego, E. Previtali, B. Romualdi, A. Rotilio, C. Rusconi, D. Santone, V. Singh, M. Sisti, L. Taffarello, E. Tatananni, F. Terranova, S. L. Wagaarachchi, J. Wallig, and C. Zarra, "The cuore cryostat: An infrastructure for rare event searches at millikelvin temperatures," *Cryogenics*, vol. 102, pp. 9–21, 2019. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011227519301031>
- [62] "Din en 10088-1:2024-04, nichtrostende stähle \_ - teil \_ 1: Verzeichnis der nichtrostenden stähle; deutsche fassung en \_ 10088-1:2023," Berlin.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [63] D. C. Larbalestier and H. W. King, "Austenitic stainless steels at cryogenic temperatures 1—structural stability and magnetic properties," *Cryogenics*, vol. 13, no. 3, pp. 160–168, 1973. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0011227573902853>
- [64] S. Li, P. J. Withers, S. Kabra, and K. Yan, "The behaviour and deformation mechanisms for 316l stainless steel deformed at cryogenic temperatures," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 880, p. 145279, 2023. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509323007037>
- [65] "Din iso 1502:1996-12, metrisches iso-gewinde allgemeiner anwendung\_ - lehren und lehrung (iso\_1502:1996)," Berlin.
- [66] "Din en iso 527-4:1997-07, kunststoffe\_ - bestimmung der zugeigenschaften\_ - teil\_4: Prüfbedingungen für isotrop und anisotrop faserverstärkte kunststoffverbundwerkstoffe (iso\_527-4:1997); deutsche fassung en\_iso\_527-4:1997," Berlin.
- [67] "Din en iso 527-5:2010-01, kunststoffe\_ - bestimmung der zugeigenschaften\_ - teil\_5: Prüfbedingungen für unidirektional faserverstärkte kunststoffverbundwerkstoffe (iso\_527-5:2009); deutsche fassung en\_iso\_527-5:2009," Berlin.
- [68] S. KUMAGAI, Y. Shindo, K. HORIGUCHI, and T. Takeda, "Mechanical characterization of cfrp woven laminates between room temperature and 4k," *JSME International Journal Series A*, vol. 46, no. 3, pp. 359–364, 2003.
- [69] "Din en 573-3:2024-03, aluminium und aluminiumlegierungen\_ - chemische zusammensetzung und form von halbzeug\_ - teil\_3: Chemische zusammensetzung und erzeugnisformen; deutsche fassung en\_573-3:2019+a2:2023," Berlin.
- [70] "Din en 2850:2018-01, luft- und raumfahrt\_ - unidirektionale laminate aus kohlenstofffasern und reaktionsharz\_ - druckversuch parallel zur faserrichtung; deutsche und englische fassung en\_2850:2017," Berlin.
- [71] M. Poole and M. Gower, "Mechanical characterisation of 3d fibre-reinforced plastic (frp) composites."
- [72] D. Adams, "Comparative testing to assess the equivalence of cen and astm test methods for composite materials. report no. dot/faa/ar-04/50," Washington DC: Federal Aviation Administration.

- [73] D30 Committee, "Astm d6641/d6641m-16e2 test method for compressive properties of polymer matrix composite materials using a combined loading compression (clc) test fixture," West Conshohocken, PA.
- [74] W. S. Johnson, J. E. Masters, D. W. Wilson, D. F. Adams, and J. S. Welsh, "The wyoming combined loading compression (clc) test method," *Journal of Composites Technology and Research*, vol. 19, no. 3, p. 123, 1997.
- [75] P. M. Wegner, D. F. Adams, and University of Wyoming., "Verification of the combined load compression (clc) test method." [Online]. Available: <https://rosap.nsl.bts.gov/view/dot/42292>
- [76] S. P. Timoshenko and J. M. Gere, *Theory of elastic stability*, second edition ed., ser. EBL-Schweitzer. Newburyport: Dover Publications, 2012. [Online]. Available: <http://swb.ebib.com/patron/FullRecord.aspx?p=1894787>
- [77] Y. Yuan, X. Yao, K. Niu, B. Liu, and Q. Wuyun, "Compressive failure of fiber reinforced polymer composites by imperfection," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 118, pp. 106–116, 2019.
- [78] D30 Committee, "Astm d7078/d7078m-05 test method for shear properties of composite materials by v-notched rail shear method," West Conshohocken, PA.
- [79] —, "Astm d 5379/d 5379m:2019 test method for shear properties of composite materials by the v-notched beam method," West Conshohocken, PA.
- [80] D20 Committee, "Astm d 3846:2008 test method for in-plane shear strength of reinforced plastics," West Conshohocken, PA.
- [81] D. Imbsweiler, *Experimentelle Untersuchung und numerische Simulation des Craschverhaltens von SMC-Strukturen: Zugl.: Kaiserslautern, Univ., Diss., 2001*, als ms. gedr ed., ser. IVW-Schriftenreihe. Kaiserslautern: IVW, 2002, vol. 27.
- [82] M. F. Ashby, *Materials Selection in Mechanical Design*. Elsevier, 2011.
- [83] A. A. Griffith, "Vi. the phenomena of rupture and flow in solids," *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character*, vol. 221, no. 582-593, pp. 163–198, 1921.
- [84] D30 Committee, "Astm d5528-13 test method for mode i interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber-reinforced polymer matrix composites," West Conshohocken, PA.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [85] 15024: 2001, *Fibre-reinforced plastic composites Determination of mode I interlaminar fracture toughness, GIC for unidirectionally reinforced materials*, 2001.
- [86] S. Hashemi and A. Kinloch, "The analysis of interlaminar fracture in uniaxial fibre-polymer composites," *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 427, no. 1872, pp. 173–199, 1990.
- [87] S. Hashemi, A. J. Kinloch, and J. G. Williams, "Corrections needed in double-cantilever beam tests for assessing the interlaminar failure of fibre-composites," *Journal of Materials Science Letters*, vol. 8, no. 2, pp. 125–129, 1989.
- [88] H. Kageyama and M. Hojo, "Proposed methods for interlaminar fracture toughness tests of composite laminates," in *Proceedings of the 5th US/Japan, Tokyo, Japan, 24–27 June 1990*; pp. 227–234.
- [89] K. Kageyama, T. Kobayashi, and T.-W. Chou, "Analytical compliance method for mode I interlaminar fracture toughness testing of composites," *Composites*, vol. 18, no. 5, pp. 393–399, 1987.
- [90] H.-J. Bargel and G. Schulze, *Werkstoffkunde*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2012.
- [91] T. L. Anderson, *Fracture mechanics: Fundamentals and applications*, 2nd ed. Boca Raton, Fla.: CRC Press, 1995.
- [92] D30 Committee, "Astm d7905/d7905m-19e1 test method for determination of the mode II interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber-reinforced polymer matrix composites," West Conshohocken, PA.
- [93] B. D. Davidson and X. Sun, "Geometry and data reduction recommendations for a standardized end notched flexure test for unidirectional composites," *Journal of ASTM International*, vol. 3, no. 9, pp. 1–19, 2006.
- [94] B. D. Davidson and S. S. Teller, "Recommendations for an ASTM standardized test for determining G<sub>IIc</sub> of unidirectional laminated polymeric matrix composites," *Journal of ASTM International*, vol. 7, no. 2, pp. 1–11, 2010.
- [95] A. Monden, "Adhäsion zwischen epoxidharzbasiertem CFK und oberflächenmodifiziertem Stahl: Grenzschichtversagen von Hybridlaminaten unter Mode I, Mode II und mixed-mode Belastung," Dissertation, Universität Augsburg, Augsburg.

- [96] J. Fuller, S. Mitchell, T. Pozegic, X. Wu, M. Longana, and M. Wisnom, "Experimental evaluation of hygrothermal effects on pseudo-ductile thin ply angle-ply carbon/epoxy laminates," *Composites Part B: Engineering*, vol. 227, p. 109388, 2021.
- [97] "Din en iso 291:2008-08, kunststoffe\_- normalklimate für konditionierung und prüfung (iso\_291:2008); deutsche fassung en\_iso\_291:2008," Berlin.
- [98] "Din cen/ts 13388:2015-08, kupfer und kupferlegierungen\_- übersicht über zusammensetzungen und produkte; deutsche fassung cen/ts\_13388:2015," Berlin.
- [99] "Din en 1412:2017-01, kupfer und kupferlegierungen\_- europäisches werkstoffnummernsystem; deutsche fassung en\_1412:2016," Berlin.
- [100] Deutsches Kupfer Institut, "Niedriglegierte kupferwerkstoffe: Informationsbroschüre."
- [101] "Din en 12164:2016-11, kupfer und kupferlegierungen\_- stangen für die spanende bearbeitung; deutsche fassung en\_12164:2016," Berlin.
- [102] B. C. Ray, "Adhesion of glass/epoxy composites influenced by thermal and cryogenic environments," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 102, no. 2, pp. 1943–1949, 2006. [Online]. Available: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/app.24488>
- [103] S. Kalia and S.-Y. Fu, Eds., *Polymers at Cryogenic Temperatures*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2013.
- [104] D. Winter, "Optische verschiebungsmessung nach dem objektrasterprinzip mit hilfe eines flächenorientierten ansatzes," Dissertation, Technische Universität Braunschweig, Braunschweig, 1993.
- [105] T. Luhmann, *Nahbereichsphotogrammetrie: Grundlagen, Methoden und Anwendungen*, 2nd ed. Heidelberg: Wichmann, 2003.
- [106] International Digital Image Correlation Society (iDICs), E. Jones, and M. Iadicola, "A good practices guide for digital image correlation."
- [107] M. A. Sutton, J.-J. Orteu, and H. W. Schreier, *Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and applications*. New York, NY: Springer, 2009.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [108] M. Sause, *In situ monitoring of fiber-reinforced composites: Theory, basic concepts, methods, and applications*, ser. Springer series in materials science. Cham: Springer International Publishing, 2016, vol. volume 242.
- [109] Z. Su, J. Pan, L. Lu, M. Dai, X. He, and D. Zhang, "Refractive three-dimensional reconstruction for underwater stereo digital image correlation," *Optics express*, vol. 29, no. 8, pp. 12 131–12 144, 2021.
- [110] K. Genovese, P. Badel, C. Cavinato, B. Pierrat, M. R. Bersi, S. Avril, and J. D. Humphrey, "Multi-view digital image correlation systems for in vitro testing of arteries from mice to humans," *Experimental Mechanics*, vol. 61, no. 9, pp. 1455–1472, 2021.
- [111] B. Pan, L. Yu, and Q. Zhang, "Review of single-camera stereo-digital image correlation techniques for full-field 3d shape and deformation measurement," *Science China Technological Sciences*, vol. 61, no. 1, pp. 2–20, 2018.
- [112] H. Luo, L. Yu, and B. Pan, "Design and validation of a compact bi-prism- based single-bilateral-telecentric-camera stereo-dic system," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 71, pp. 1–10, 2022.
- [113] W. Zhang, M. Xu, T. Yuan, W. Li, X. Dai, Z. Zhang, H. Yun, and Y. Wang, "Dual-biprism-based single-camera high-speed 3d-digital image correlation for deformation measurement on sandwich structures under low velocity impact," *REVIEWS ON ADVANCED MATERIALS SCIENCE*, vol. 62, no. 1, 2023.
- [114] B. Chen and B. Pan, "Calibration-free single camera stereo-digital image correlation for small-scale underwater deformation measurement," *Optics Express*, vol. 27, no. 8, pp. 10 509–10 523, 2019.
- [115] E. Jones and P. L. Reu, "Distortion of digital image correlation (dic) displacements and strains from heat waves," *Experimental Mechanics*, vol. 58, no. 7, pp. 1133–1156, 2018.
- [116] Y. Su, X. Yao, S. Wang, and Y. Ma, "Refraction error correction for deformation measurement by digital image correlation at elevated temperature," *Optical Engineering*, vol. 56, no. 3, p. 034106, 2017.
- [117] A. Shukla, S. Gupta, H. Matos, and J. M. LeBlanc, "Dynamic collapse of underwater metallic structures – recent investigations: Contributions after the 2011 murray lecture," *Experimental Mechanics*, vol. 58, no. 3, pp. 387–405, 2018.

- [118] S. Gupta, V. Parameswaran, M. Sutton, and A. Shukla, "Application of 3-d digital image correlation technique to study underwater implosion," in *Dynamic Behavior of Materials, Volume 1*, ser. Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series, B. Song, D. Casem, and J. Kimberley, Eds. Cham: Springer International Publishing, 2015, pp. 351–356.
- [119] S. Gupta, V. Parameswaran, M. A. Sutton, and A. Shukla, "Study of dynamic underwater implosion mechanics using digital image correlation," *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 470, no. 2172, p. 20140576, 2014.
- [120] S. Gupta, H. Matos, A. Shukla, and J. M. LeBlanc, "Pressure signature and evaluation of hammer pulses during underwater implosion in confining environments," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 140, no. 2, p. 1012, 2016.
- [121] S. Gupta, "Underwater implosion of cylindrical metallic shells in confining environments," *Open Access Dissertations*, 2015.
- [122] "Din iso 6344-3:2017-04, schleifmittel auf unterlagen\_ - korngößenanalyse\_ - teil\_3: Bestimmung der korngößenverteilung der mikrokörnungen p240 bis p2500 (iso\_6344-3:2013)," Berlin.
- [123] "Din iso 6344-2:2000-04, schleifmittel auf unterlagen\_ - korngößenanalyse\_ - teil\_2: Bestimmung der korngößenverteilung der makrokörnungen\_p\_12 bis\_p\_220 (iso\_6344-2:1998)," Berlin.
- [124] J.-P. Richard and J. J. Hamilton, "Cryogenic monocrystalline silicon fabry-perot cavity for the stabilization of laser frequency," *Review of Scientific Instruments*, vol. 62, no. 10, pp. 2375–2378, 1991.
- [125] W. Helbig, *Praxiswissen in der Messtechnik*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2021.
- [126] L. Gabele, "Entwicklung eines tieftemperatur-prüfstandes zur ermittlung der materialeigenschaften von faserverbundwerkstoffen bei kryogenen temperaturen," Dissertation, Universität Augsburg, Augsburg, Vorläufig und im Druck 2025.
- [127] "Din 6912:2021-03, zylinderschrauben mit innensechskant und reduzierter belastbarkeit\_ - niedriger kopf, mit schlüsselführung," Berlin.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [128] E28 Committee, "Hardness conversion tables for metals relationship among brinell hardness, vickers hardness, rockwell hardness, superficial hardness, knoop hardness, scleroscope hardness, and leeb hardness," West Conshohocken, PA.
- [129] M. Merzkirch, *Mechanical Characterization Using Digital Image Correlation*. Cham: Springer International Publishing, 2022.
- [130] I. Pitas and A. N. Venetsanopoulos, "Order statistics in digital image processing," *Proceedings of the IEEE*, vol. 80, no. 12, pp. 1893–1921, 1992.
- [131] G. George, R. M. Oommen, S. Shelly, S. S. Philipose, and A. M. Varghese, "A survey on various median filtering techniques for removal of impulse noise from digital image," in *2018 Conference on Emerging Devices and Smart Systems (ICEDSS)*. IEEE, 2018, pp. 235–238.
- [132] E. D. Marquardt, J. P. Le, and R. Radebaugh, "Cryogenic material properties database," in *Cryocoolers 11*, R. G. Ross, Ed. Boston, MA: Springer US, 2002, pp. 681–687.
- [133] E20 Committee, "Specification for temperature-electromotive force (emf) tables for standardized thermocouples," West Conshohocken, PA.
- [134] B. Wunderlich, *Thermal analysis*. Boston: Acad. Press, 1990.
- [135] H. Matos, S. Gupta, and A. Shukla, "Structural instability and water hammer signatures from shock-initiated implosions in confining environments," *Mechanics of Materials*, vol. 116, pp. 169–179, 2018. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S016766361630415X>
- [136] B. J. Murienne and T. D. Nguyen, "A comparison of 2d and 3d digital image correlation for a membrane under inflation," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 77, pp. 92–99, 2016.
- [137] J. Yang, Y. Li, J. Deng, Z. Zhang, J. Zhou, and X. Zhang, "Novel speckle preparation and heat insulation method for dic strain measurement at cryogenic temperature and large deformation environment," *Experimental Mechanics*, vol. 64, no. 1, pp. 73–84, 2024. [Online]. Available: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11340-023-01006-0>

- [138] S. A. Page, J. C. Berg, and J.-A. E. Månson, "Characterization of epoxy resin surface energetics," *Journal of Adhesion Science and Technology*, vol. 15, no. 2, pp. 153–170, 2001.
- [139] C. Fiolhais, L. M. Almeida, and C. Henriques, "Extraction of aluminium surface energies from slab calculations: perturbative and non-perturbative approaches," *Progress in Surface Science*, vol. 74, no. 1-8, pp. 209–217, 2003.
- [140] S. Labisch and G. Wählich, *Technisches Zeichnen: Eigenständig lernen und effektiv üben*, 6th ed., ser. Lehrbuch. Wiesbaden and Heidelberg: Springer Vieweg, 2020.
- [141] A. Zeileis and P. Murrell, "Coloring in r's blind spot." [Online]. Available: <http://arxiv.org/pdf/2303.04918>
- [142] Y. Ou, L. Wu, X. Yi, and D. Mao, "Understanding mode i interlaminar toughening of unidirectional cfrp laminates interleaved with aligned ultrathin cnt fiber veils: Thickness and orientation effects," *Composites Part B: Engineering*, vol. 254, p. 110578, 2023. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836823000811>
- [143] B. Mohammadi, M. Pourhosseinshahi, and M. Yeganeh Bakhtiari, "Simulation of energy dissipation mechanisms in evaluating the critical interlaminar strain energy release rate of cross-ply carbon/epoxy laminated composites," *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, vol. 114, p. 103003, 2021. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167844221001117>
- [144] R. Khan, "Fiber bridging in composite laminates: A literature review," *Composite Structures*, vol. 229, no. 5, p. 111418, 2019.
- [145] C. Q. Sun, J. Y. Zhang, and B. J. Fei, "Progressive damage model of frp composite laminates with central hole," *Advanced Materials Research*, vol. 194-196, pp. 1581–1585, 2011. [Online]. Available: <https://www.scientific.net/AMR.194-196.1581>
- [146] Q. Sun, G. Zhou, Z. Meng, H. Guo, Z. Chen, H. Liu, H. Kang, S. Keten, and X. Su, "Failure criteria of unidirectional carbon fiber reinforced polymer composites informed by a computational micromechanics model," *Composites Science and Technology*, vol. 172, pp. 81–95, 2019. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353818323704>
- [147] Z. Hashin, "Failure criteria for unidirectional fiber composites," *Journal of Applied Mechanics*, vol. 47, no. 2, pp. 329–334, 1980.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [148] J. Peter, *Experimentelle und numerische Untersuchungen zum Crashverhalten von Strukturbauteilen aus kohlefaserverstärkten Kunststoffen: Zugl.: München, Univ. der Bundeswehr, Diss., 2004*, ser. Epsilon - Forschungsergebnisse aus der Kurzzeitdynamik. Freiburg and Stuttgart: Fraunhofer-Institut für Kurzzeitdynamik and Fraunhofer-IRB-Verl., 2004, vol. 8.
- [149] S. Zhang, C. Caprani, and A. Heidarpour, "Influence of fibre orientation on pultruded gfrp material properties," *Composite Structures*, vol. 204, pp. 368–377, 2018. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822318307220>
- [150] H. W. Wang, H. W. Zhou, L. L. Gui, H. W. Ji, and X. C. Zhang, "Analysis of effect of fiber orientation on young's modulus for unidirectional fiber reinforced composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 56, pp. 733–739, 2014.
- [151] D. R. Askeland, P. P. Phulé, and P. P. Fulay, *The science and engineering of materials*, 5th ed. Toronto: Thomson, 2006.
- [152] M. Ueda, Y. Tasaki, C. Kawamura, K. Nishida, M. Honda, K. Hattori, T. Miyanaga, and T. Sugiyama, "Estimation of axial compressive strength of unidirectional carbon fiber reinforced plastic considering local fiber kinking," *Composites Part C: Open Access*, vol. 6, p. 100180, 2021. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S266668202100075X>
- [153] S. R. Vankar, A. N. Kaore, and C. S. Yerramalli, "Methodology for testing the compressive strength of pultruded composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 42, no. 11-12, pp. 544–557, 2023.
- [154] C. I. Morăraș, D. Husaru, V. Goanță, P. D. Bârsănescu, F. C. Lupu, C. Munteanu, N. Cimpoesu, and E. R. Cosau, "A new method for compression testing of reinforced polymers," *Polymers*, vol. 16, no. 21, p. 3071, 2024. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2073-4360/16/21/3071>
- [155] C. A. Squires, K. H. Netting, and A. R. Chambers, "Understanding the factors affecting the compressive testing of unidirectional carbon fibre composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 38, no. 4, pp. 481–487, 2007. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836806001168>
- [156] J. He and Y. Morino, "Evaluation of cryogenic shear performance of cfrp laminates," in *44th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and*

- Materials Conference*. Reston, Virginia: American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2003.
- [157] F. Crescenzi, F. Marini, C. Nardi, A. Pizzuto, P. Rossi, L. Verdini, H. Rajainmaki, J. Knaster, and L. Bettinali, "Mechanical characterization of glass fibre–epoxy composite material for iter pre-compression rings," *Fusion Engineering and Design*, vol. 86, no. 9-11, pp. 2553–2556, 2011.
- [158] A. de Leon and R. D. Sweat, "Interfacial engineering of cfrp composites and temperature effects: A review," *Mechanics of Composite Materials*, vol. 59, no. 3, pp. 419–440, 2023.
- [159] M. May and S. R. Hallett, "An assessment of through-thickness shear tests for initiation of fatigue failure," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, no. 11, pp. 1570–1578, 2010. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X10002022>
- [160] R. M. Lopes, R. Campilho, F. Da Silva, and T. Faneco, "Comparative evaluation of the double-cantilever beam and tapered double-cantilever beam tests for estimation of the tensile fracture toughness of adhesive joints," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 67, pp. 103–111, 2016.
- [161] F. Ducept, P. Davies, and D. Gamby, "An experimental study to validate tests used to determine mixed mode failure criteria of glass/epoxy composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 28, no. 8, pp. 719–729, 1997. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X97000122>
- [162] R. Ufuk, K. Bilge, B. E. Kiral, M. Ereke, and A. Karabeyoğlu, "Fractographic investigation of cryogenic temperature mode-ii delamination behavior of filament wound cfrp laminates with varied resin systems," *Journal of Composites Science*, vol. 7, no. 11, p. 450, 2023.
- [163] K. Sanada and Y. Shindo, "Characterization and modeling of fracture and damage behavior of notched woven fabric gfrp laminates under three-point bending at cryogenic temperatures," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 26, no. 14, pp. 1429–1440, 2007.
- [164] Y. Shindo, M. Sumikawa, F. Narita, and K. Sanada, "Acoustic emission and fracture behavior of gfrp woven laminates at cryogenic temperatures,"

## LITERATURVERZEICHNIS

- Cryogenics*, vol. 45, no. 6, pp. 439–449, 2005. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011227505000408>
- [165] Y. Shindo, R. Wang, and K. Horiguchi, “Analytical and experimental studies of short-beam interlaminar shear strength of g-10cr glass-cloth/epoxy laminates at cryogenic temperatures,” *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 123, no. 1, pp. 112–118, 2001.
- [166] G. W. Swift and R. E. Packard, “Thermal contraction of vespel sp-22 and stycast 1266 from 300k to 4k,” *Cryogenics*, vol. 19, no. 6, pp. 362–363, 1979.
- [167] M. Ohta, K. Yamada, Y. Satake, A. Fujita, and K. Fukamichi, “Origin of perpendicular magnetic anisotropy in tb-fe amorphous alloy,” *MATERIALS TRANSACTIONS*, vol. 44, no. 12, pp. 2605–2610, 2003.
- [168] Z. Ran, Y. Yan, J. Li, Z. Qi, and L. Yang, “Determination of thermal expansion coefficients for unidirectional fiber-reinforced composites,” *Chinese Journal of Aeronautics*, vol. 27, no. 5, pp. 1180–1187, 2014. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1000936114000429>
- [169] C. Dong, K. Li, Y. Jiang, D. Arola, and D. Zhang, “Evaluation of thermal expansion coefficient of carbon fiber reinforced composites using electronic speckle interferometry,” *Optics Express*, vol. 26, no. 1, pp. 531–543, 2018.
- [170] D20 Committee, “Test method for compressive properties of rigid plastics,” West Conshohocken, PA.
- [171] P. W. Atkins and J. de Paula, *Physikalische Chemie*, 5th ed. Weinheim: Wiley-VCH Verl., 2013.

# Anhang

## Anhang A: Leistungsdaten RDK-415D-Cryocooler

### SRDK-415D Cold Head Capacity Map (50 Hz)

With F-50 Compressor and 20 m (66 ft.) Helium Gas Lines

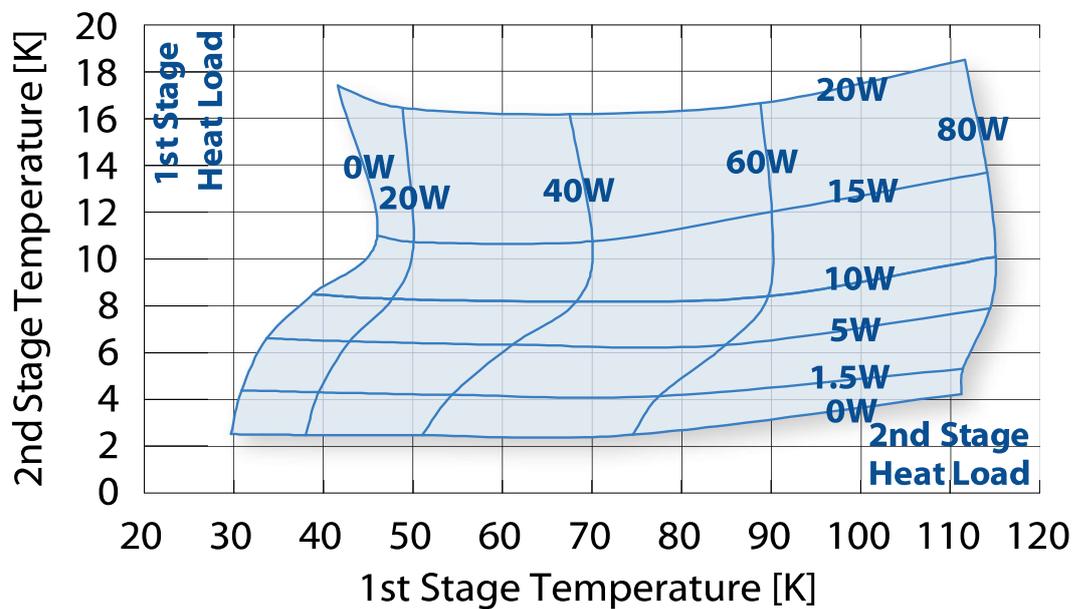


Abbildung A.1: Leistungsdaten des verwendeten RDK-415D-Cryocooler bezogen auf die Wärmelast. Abbildung aus [1].

## Anhang B: Materialkennwerte SIGRAPREG C U230-0 NF-E320

### Material data

Properties	Values
Prepreg	SIGRAPREG® C U230-0/NF-E320
Fiber type	SIGRAFIL® C T50-4.0/240-E100
Resin type	E320
Layup	[0°]s (ISO 527 / 14126), [0°/90°]s (ISO 14129)
Manufacturing process	Stacking and compression molding
Curing Cycle	90 min @ 130 °C (heating & cooling rates: 4 K/min, pressure: 5 bar)
Measurement information	Measured values based on 6 test specimen per specific value

### Laminate properties

Properties	Test standards	Units	Values	Deviation
<b>Tensile testing</b>				
Tensile strength 0° <sup>1)</sup>	DIN EN ISO 527	MPa	2151	±132
Tensile modulus 0°	DIN EN ISO 527	GPa	134	±6
Elongation at break 0°	DIN EN ISO 527	%	1.40	±0.1
Poisson's ratio 0°	DIN EN ISO 527		0.31	±0.02
Tensile strength 90° <sup>2)</sup>	DIN EN ISO 527	MPa	73	±5.4
Tensile modulus 90°	DIN EN ISO 527	GPa	8.2	±0.2
Elongation at break 90°	DIN EN ISO 527	%	1.00	±0.1
Poisson's ratio 90°	DIN EN ISO 527		NA	NA
<b>Compression testing<sup>3)</sup></b>				
Compression strength 0°	DIN EN ISO 14126	MPa	863	±52
Compression modulus 0°	DIN EN ISO 14126	GPa	121	±2
Elongation at break 0°	DIN EN ISO 14126	%	0.75	±0.06
Compression strength 90°	DIN EN ISO 14126	MPa	180	±3
Compression modulus 90°	DIN EN ISO 14126	GPa	8.5	±0.1
Elongation at break 90°	DIN EN ISO 14126	%	4.73	±0.20
<b>Shear testing<sup>4)</sup></b>				
Shear strength @ 5% shear strain	DIN EN ISO 14129	MPa	61	±0.0
Shear modulus	DIN EN ISO 14129	GPa	3.9	±0.1

<sup>1)</sup> Fiber volume fraction with 60.2 Vol.-% acc. to DIN EN 2564 | <sup>2)</sup> Fiber volume fraction with 58.5 Vol.-% acc. to DIN EN 2564 |

<sup>3)</sup> Fiber volume fraction with 58.0 Vol.-% acc. to DIN EN 2564 | <sup>4)</sup> Fiber volume fraction with 59.7 Vol.-% acc. to DIN EN 2564 |

**Abbildung A.2:** Materialkennwerte und Prozessdaten von SGL SIGRAPREG C U230-0 NF-E320, einem vorimprägnierten textilen Halbzeuges, kräuselfrei mit unidirektionaler Ausrichtung der Fasern. Abbildung aus [2].