

**Lebensdauer-Vorhersage für Elastomerbauteile mit variabler Vorspannung
und Temperaturabhängigkeit**

Von der Fakultät für Maschinenbau
der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)
genehmigte Dissertation

von

M. Sc. Hamid El Maanaoui

2022

Prüfungsausschuss:

Vorsitzender: Herrn Prof. Dr.-Ing. Hans Jürgen Maier

1. Referent: Herrn Prof. Dr.-Ing. Gerhard Poll

2. Referent: Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Philipp Junker

3. Referent: Herrn Prof. Dr. habil. Manfred Klüppel

Tag der Promotion: 23.02.2022

Abstract

Lifetime prediction for elastomer components with variable preload and temperature dependence

Elastomers are able to deform elastically under tensile and compressive loads up to large deformations. For this reason they are often used for industrial purposes (tire production, rubber bands, sealing rings, etc.). The structural design and dimensioning of elastomer components from a fatigue and lifetime prediction related viewpoint is still a challenge. A correlated lifetime prediction concept for load cases without static preload, which argues with crack growth and particle size distribution from 3D computer tomography, has been introduced by Ludwig [1]. This method is extended here to consider temperature effects and load cases with a static preload dependency. Fatigue tests for dumbbell specimens in force control and crack growth investigation for SENT specimens in displacement control are carried out under dynamic loading with preload variation as well temperature dependency. Carbon black reinforced HNBR, EPDM and NR elastomers show a correlation between the Wöhler curve and the Paris-Erdogan plot. An extension of the empirical Paris-Erdogan equation considering static preload and temperature environment dependency allows the prediction of uniaxial lifetime statistics by means of particle size distribution.

Due to the viscoelastic nature of the material, the cyclically introduced energy is partly dissipated. This is more pronounced at high amplitudes causing an increase in sample temperature, which generally leads to a reduction of lifetime. It is shown that considering the hysteresis at each load stage the frequency can be adjusted to achieve similar dissipation power density. With the resulting thermally adjusted Wöhler curves significant corrections between measured and predicted lifetime cycle numbers were found. The evaluated temperature distribution by FEM simulation considering homogeneous and inhomogeneous deformation field for verification shows reasonable accordance with experimental findings.

Keywords : Fatigue; crack growth; preload dependency; temperature dependency; lifetime prediction; filler distribution

Zusammenfassung

Lebensdauer-Vorhersage für Elastomerbauteilen mit variabler Vorspannung und Temperaturabhängigkeit

Elastomere können sich unter Zug- und Druckbelastungen elastisch bis zu hohen Deformationen verformen. Aus diesem Grund werden sie häufig für industrielle Zwecke (Reifenherstellung, Gummibänder, Dichtringe usw.) verwendet. Das strukturelle Design und die Dimensionierung von Elastomerkomponenten unter dem Aspekt der Lebensdauervorhersage ist immer noch eine Herausforderung. In [1] wurde ein korreliertes Konzept zur Lebensdauer-Vorhersage für Lastfälle ohne statische Vorspannung vorgestellt, das mit dem Risswachstum und der Partikelgrößenverteilung aus der 3D Computertomographie korreliert. Diese Methode wird hier erweitert, um Temperatureinflüsse und Lastfälle mit statischer Vorspannungsabhängigkeit zu berücksichtigen. Die Ermüdungsversuche für Hantelproben mit Kraftsteuerung und die Risswachstumscharakterisierung für SENT-Proben mit Wegsteuerung werden unter dynamischer Belastung mit Variation der Vorspannung und Umgebungstemperatur durchgeführt. Die Ergebnisse von Ruß-verstärkten HNBR, EPDM und NR Werkstoffen zeigen experimentell eine qualitative Korrelation zwischen der Veränderung im bruchmechanischen Verhalten und der Wöhler-Kurve. Eine Erweiterung der empirischen Paris-Erdogan-Gleichung unter Berücksichtigung von einerseits der statischen Vorspannungs- oder andererseits der Temperaturabhängigkeit des bruchmechanischen Verhaltens ermöglicht für korreliert modifizierte Wöhlerversuche die Vorhersage einer zugehörigen Lebensdauerstatistik mittels Partikelgrößenverteilung aus der CT-Analyse.

Aufgrund der viskoelastischen Natur des Materials wird die zyklisch eingebrachte Energie bei hohen Amplituden teilweise stärker dissipiert, was zu einem Anstieg der Probertemperatur führt, woraus im Allgemeinen eine Verringerung der Lebensdauer resultiert. Es wird gezeigt, dass unter Berücksichtigung der Hysterese zu jeder Laststufe eine Frequenz definiert werden kann, um eine ähnliche Verlustleistungsdichte zu erreichen. Mit den resultierenden thermisch angepassten Wöhler-Kurven wurden signifikante Korrelationen zwischen gemessenen und vorhergesagten die Lebensdauer-Zyklenzahlen gefunden. Die durch FEM-Simulation ausgewertete Temperaturverteilung unter Berücksichtigung des homogenen und inhomogenen Verformungsfeldes zur Verifizierung zeigt eine angemessene Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen.

Schlagworte : Ermüdung; Risswachstum; Vorspannungsabhängigkeit; Temperaturabhängigkeit; Lebensdauervorhersage; Füllstoffverteilung

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Zielsetzung	10
2	Grundlagen zur nichtlineare Bruchmechanik von Elastomeren	12
2.1	Typische Elastomereigenschaften	12
2.2	Entropielastizität	14
2.3	Eigenschaften der Temperaturabhängigkeit	15
2.4	Einfluss der Frequenzabhängigkeit	17
2.5	Dehnungskristallisation	17
2.6	Spezifische Eigenschaften von gefüllten Elastomeren	19
2.6.1	Payne Effekt	19
2.6.2	Spannungserweichung - Mullins Effekt	21
2.7	Viskoelastizität	22
2.8	Grundlagen der Ermüdungs- und Bruchmechanik	24
2.8.1	Konzept der elastischen Bruchmechanik	24
2.8.2	Bruch von spröden Materialien: Griffith-Kriterium	25
2.8.3	Ermittlung der Reißenergie	26
2.8.4	Risswachstumscharakterisierung	27
2.8.5	Ermüdungsprüfung	30
3	Experimentelle Methode und Materialien	31
3.1	Experimentelle Methode	31
3.1.1	Computertomographische Analyse	31
3.1.2	Dynamische Risswachstumsuntersuchung	33
3.1.3	Dynamische Ermüdungsprüfung	35
3.2	Verwendete Materialien	36
3.2.1	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM)	37
3.2.2	Hydrierter Nitril-Butadien-Kautschuk (HNBR)	37
3.2.3	Naturkautschuk (NR)	38
3.3	Mischungsherstellung	40
3.4	Vulkanisation	40
3.5	Materialcharakterisierung zur FEM-Simulation	42
4	Experimentelle Ergebnisse	45
4.1	Partikelgrößenverteilung mittels Computertomographischer Untersuchung	45

4.2	Risswachstumscharakterisierung	46
4.2.1	Einfluss der Zug-Unterlastabhängigkeit auf das Risswachstumsverhalten . .	48
4.2.2	Einfluss der Temperatur-Variation auf das Risswachstumsverhalten	50
4.2.3	Viskoelastische Reaktion während der Rissausbreitung	52
4.2.4	Einfluss des Wärmehaufbaus auf das Risswachstumsverhalten	54
4.3	Dynamische Ermüdungsprüfung	55
4.3.1	Lebensdauerprüfung ohne statische Vorspannung	57
4.3.2	Einfluss der Zug-Unterlast-Variation auf die Lebensdauerprüfung	57
4.3.3	Einfluss der Druck-Unterlast-Variation auf die Lebensdauerprüfung	61
4.3.4	Einfluss der Umgebungstemperatur-Variation auf Lebensdauerprüfung . . .	65
5	Erweiterung des Paris-Erdogan Konzepts	68
5.1	Erweiterung des Paris-Erdogan Gesetzes zur Unterlastabhängigkeit	68
5.1.1	Ansatz zur Zug-Unterlastabhängigkeit	68
5.1.2	Ansatz zur Druck-Unterlastabhängigkeit	71
5.1.3	Spannung-Dehnung-Verhalten zur Lebensdauerprüfung	72
5.2	Erweiterung des Paris-Erdogan Gesetzes zur Temperaturabhängigkeit	73
6	Bruchmechanische Modellentwicklung zur Lebensdauervorhersage	77
6.1	Berechnung der Lebensdauer-Vorhersage nach Paris-Erdogan	78
6.2	Beschreibung der Partikelauftretswahrscheinlichkeit	80
6.2.1	Anpassung der Partikelgrößenverteilung	80
6.2.2	Beschreibung der Auftretswahrscheinlichkeit	82
7	Vorausberechnung der Ausfallwahrscheinlichkeitsdichte	84
7.1	Lebensdauer-Vorhersage ohne Vorspannung	84
7.2	Einfluss der Unterlastabhängigkeit auf die Lebensdauer	87
7.2.1	Lebensdauer-Vorhersage zur Zug-Unterlastabhängigkeit	87
7.2.2	Lebensdauer-Vorhersage zur Druck-Unterlastabhängigkeit	91
7.3	Einfluss der Temperatur auf die Lebensdauer	96
7.3.1	Lebensdauer-Vorhersage der Temperaturabhängigkeit	96
7.4	Diskussion	99
7.4.1	Statistische Auswertung zur Unterlastabhängigkeit	101
7.4.2	Statistische Auswertung zur Temperaturabhängigkeit	104
8	Dissipationsgleiche Laststeuerung bei Lebensdaueruntersuchungen	109
8.1	Theoretische Grundlagen der Simulationsversuche	109
8.2	Ermüdungstest zur dissipationsgleichen Laststeuerung	111
8.3	Dissipative Eigenerwärmung mit Frequenzreduzierung	113
8.4	FEM-Simulation an Hantelprüfkörpern zur Temperaturentwicklung	120
8.4.1	Thermische Analyse	120
8.4.2	Mechanische und thermische Analyse	123
8.5	Diskussion	125

9 Zusammenfassung und Ausblick	128
10 Anhang	130
Literaturverzeichnis	135

Symbolverzeichnis

θ_g	[°C]	Glastemperatur
θ_f	[°C]	Schmelztemperatur
θ_d	[°C]	Zersetzungstemperatur
$\dot{\epsilon}$	[-]	Kühlrate
E'	[N/m ²]	Speichermodul
E''	[N/m ²]	Verlustmodul
E^*	[N/m ²]	Elastizitätsmodul
$\tan(\delta)$	[-]	Verlustfaktor
W_{tot}	[N/m ²]	totale Energiedichte
W_{el}	[N/m ²]	elastische Energiedichte
W_{diss}	[N/m ²]	dissipierte Energiedichte
P_{max}	[N/m ²]	Maximal-Ingieurspannung
f	[Hz]	Frequenz
c	[m]	aktuelle Risslänge
c_n	[m]	finale Risslänge
A_0	[m ²]	Querschnittsfläche
F_{max}	[N]	maximale Kraft
B	[m]	Probendicke
T	[N/m]	Rissernergie
T_0	[N/m]	Rissenergie beim kein Auftritt des Risswachstums
R_z	[m/Zyklus]	Risswachstumsrate aufgrund eines Ozonangriffs
ϵ	[-]	Dehnung
n	[Zyklus]	Zyklenanzahl
(dc/dn)	[m/Zyklus]	Risswachstumsrate
β	[-]	bruchmechanischer Materialparameter der separaten Anpassung
B	[m ^{$\beta+1$} /(N ^{β} · Zyklus)]	bruchmechanischer Materialparameter der separaten Anpassung
U	[Nm]	innere Energie
W_0	[N/m ²]	Energiedichte
l_0	[m]	Messlänge
F	[N]	Kraft
λ	[-]	Streckung
k	[-]	Deformationsparameter
K^*	[N/m]	Steifigkeit
σ	[N/m ²]	Spannung

a_θ	[-]	Verschiebungsfaktor
θ	[°C]	Umgebungstemperatur
θ_{ref}	[°C]	Referenztemperatur
K_B	[J/K]	Boltzmann Konstante
β'	[-]	bruchmechanischer Materialparameter der simultanen Anpassung
B'	[m ^{$\beta+1$} /(N ^{β} · Zyklus)]	bruchmechanischer Materialparameter der simultanen Anpassung
A_0	[-]	Anpassungsparameter
A_1	[-]	Anpassungsparameter
S_v	[N/m]	statistische Vorspannung
F_{max}	[N]	Maximalkraft
F_{min}	[N]	Minimalkraft
F_{op}	[N]	Rissöffnungskraft
ΔF	[N]	komplette Belastungskraft
ΔF_{eff}	[N]	zyklische Belastungskraft
h_0	[-]	Anpassungsparameter
h_1	[-]	Anpassungsparameter
A	[-]	Flächeninhalt
σ_S	[-]	Standardabweichung
μ	[-]	Erwartungswert
x	[m]	Partikeldurchmesser
W	[-]	Auftretenswahrscheinlichkeit
V_{Misch}	[m ³]	Mischvolumen
V_{Test}	[m ³]	Testvolumen
$f(x)$	[-]	log. Normalverteilung
$E(n)$	[-]	Wahrscheinlichkeitsdichte
ρ	[g/cm ³]	Dichte
c_p	[-]	spezifische Wärmekapazität
t	[Sec]	Zeit
Φ	[-]	Heizleistungsdichte
α	[-]	Wärmeübergangskoeffizient
\dot{Q}	[-]	Wärmefluss
σ_B	[W/m ² K ⁴]	Stefan-Boltzmann Konstante
W_D	[N/m ²]	verbrauchte Energiedichte
θ_W	[°C]	Flüssigkeitstemperatur an der Wand
θ_F	[°C]	Flüssigkeitstemperatur
f_{adj}	[Hz]	Angepasste Frequenz
f_{ref}	[Hz]	Referenzfrequenz
W_{ref}	[N/m ²]	Referenzenergiedichte
ρ_s	[g/cm ³]	Dichte der Probe
ρ_f	[g/cm ³]	Dichte der Flüssigkeit
m_{sf}	[g/cm ³]	Masse der Probe in der Flüssigkeit

m_{sl}	[g/cm ³]	Masse der Probe in der Luft
θ_{max}	[°C]	Maximaltemperatur
κ	[m ³ /s]	Temperaturleitfähigkeit
λ	[W/mK]	Wärmeleitfähigkeit

Abkürzungsverzeichnis

EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk
HNBR	Hydrierter Nitril-Butadien-Kautschuk
NR	Natur-Kautschuk
TMQ	2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydrochinolin polymer
6PPD	N-(1,3-Dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin
IPPD	N-Isopropyl-N'-phenyl-p-phenylendiamin
ZnO	Zinkoxid
CBS	N-cyclohexyl-2-benzthiazolesulfenamide
TMTD	Tetramethylthiuramdisulfid
TBBS	N-tert-Buthyl-2-benzthiazolesulphenamide
TBzTD	Tetrabenzylthiuram disulphide
phr	Massenanteile der einzelnen Mischungsbestandteile
TA	Tear Analyser
CT	Computer Tomographie
FEM	Finite Elemente Methode
FDD	Abstand zwischen Fokus und Detektor
FOD	Abstand zwischen Fokus und Objekt
VS	Voxelgröße
SENT	Singel-Edge-Notched-Tensil
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
DMA	dynamische mechanische Analyse
RT	Raumtemperatur
DSC	dynamische Differenzkalorimetrie

1 Einleitung und Zielsetzung

Elastomere erfüllen aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften (hohe Verformbarkeit, Dämpfung, Dichtfunktion etc.) vielerlei Aufgaben in industrieller Anwendung und im Alltag. Dabei stellt die strukturelle Auslegung und Dimensionierung von Elastomerbauteilen unter dem Aspekt der ermüdungsbedingten Gebrauchsdauervorhersage nach wie vor eine Herausforderung dar, sowohl bezüglich der Materialcharakterisierung als auch der Modellierung von Schädigungsmechanismen und darauf aufbauenden Simulationen. Die Zuverlässigkeit solcher Vorhersagen ist von hohem Wert, technisch um erforderliche Gewährleistungen zu Artikellaufzeiten bereits in der Auslegungsphase nachzuweisen und wirtschaftlich um etwaige frühausfallbedingte Folgekosten zu verringern.

Die mechanischen Eigenschaften einer Elastomerverbindung ändern sich während eines chemischen Prozesses, der als Vulkanisation bezeichnet wird. Bei der Vulkanisation erhält eine Kautschukmischung ihre einzigartigen Eigenschaften. Ausgehärteter Gummi kann je nach Art Werte des Dehnungsverhältnisses von bis zu 1000% erreichen. Gummiprodukte sind über lange Zeit großen statischen und zeitlich veränderlichen Belastungen ausgesetzt. Langzeitbeständigkeit ist daher ein kritisches Thema. Die mechanische Ermüdung sowie die Keimbildung und das Wachstum von Rissen im Gummi sind wichtige Aspekte, die die Lebensdauer der Produkte beeinflussen. Für eine effektive und wirtschaftliche Lösung mechanischer Ermüdungsprobleme sind aussagekräftige Konzepte erforderlich um den Produktentwicklungsprozess gemäß den Anforderungen des Standes der Technik für Gummiprodukte zu modellieren und zu entwerfen [2].

Kürzlich wurde von Ludwig et al. [1] ein Modell zur Vorhersage der Ausfallwahrscheinlichkeit von in Zug belasteten Elastomerprüfkörpern entwickelt. Die Grundlage dafür bildet eine Vielzahl bruchmechanischer Experimente an verschiedenen technischen Elastomerwerkstoffen. Durch systematische Änderungen der Mischungszusammensetzung und -herstellung konnte gezielt der Einfluss entscheidender Materialparameter zu Bruchmechanik und Fehlstellenstatistik auf die dynamische Lebensdauer ermittelt werden. In der Entwicklung von Hochleistungselastomerbauteilen ist die Lebensdauervorhersage nach wie vor eine große Herausforderung. Daher ist die Laboruntersuchung am Modellprüfkörper eine wesentliche Methode um die Schadensmechanismen zu verstehen. Hierzu wurde am Deutschen Institut für Kautschuktechnologie e.V. (DIK) ein mikromechanisches Modell entwickelt, welches für rein schwellende Lasten (Spannungsverhältnis $R=0$) formuliert wurde [1, 3] und in dieser Arbeit erweitert werden soll. Die dabei erzielten aussagekräftigen Ergebnisse der Lebensdauervorhersage auf Basis eines globalen Konzeptes motivieren die Erweiterung dieses Verfahrens auf komplexere, anwendungsnahe Fälle, sowohl bezüglich der Unterlast, als auch hinsichtlich der Umgebungstemperatur.

Zunächst ist aus früheren Untersuchungen [4] der bisweilen starke Einfluss einer Unterlast auf die dynamische Lebensdauer von uniaxial belasteten Prüfkörpern bekannt. Diese Ergebnisse reflektieren auch die Praxiserfahrung, dass eine Bauteil-Vorspannung dessen Lebensdauer häufig zu Gute kommt. Um derartige Effekte in das Lebensdauervorhersagekonzept mit einzubeziehen, wird die zugrunde liegende Paris-Erdogan-Gleichung auf Zug- bzw. Druck-Unterlastabhängigkeit zu erweitert. Für die Bestimmung der Materialparameter dieser neuen Formulierung wurden Risswachstumsprüfungen mit variierender Unterlast, ebenso wie der Verifizierung dienende Lebensdauerprüfungen mit Unterlast an Hantelprüfkörpern zu sowohl reinen Zugbelastungen als auch Zug-Druck-Wechselasten, durchgeführt.

Beim Übergang zu inhomogen deformierenden Bauteilen ist davon auszugehen, dass die Dissipationsleistung lokal unterschiedliche Temperatureinträge generiert, die durch die Wärmeleitung im Körper teilweise kompensiert werden können. Da bei der Aufnahme von Wöhlerdaten üblicherweise alle Laststufen mit der gleichen Frequenz gefahren werden, erfolgt für jede Laststufe ein anderer Energieeintrag in den Probekörper, so dass im Gleichgewichtszustand ein spezifisches Temperaturprofil auf lastabhängigem Niveau zu erwarten ist. Zur Bewertung dieses Temperatureinflusses durch Eigenerwärmung werden hier stichprobenartig Versuche an einem Material in zwei Lastfällen unter dissipationsgleicher Laststeuerung durchgeführt.

Zusätzlich werden Risswachstumsuntersuchungen unter variabler Temperatur herangezogen, um eine geeignete Erweiterung des Paris-Erdogan-Konzepts auf Temperaturabhängigkeit zu entwickeln. Diese Formulierung wird dann in das Verfahren zur Lebensdauervorhersage übernommen, so dass Berechnungen für homogene Temperaturverteilungen möglich werden.

2 Grundlagen zur nichtlineare Bruchmechanik von Elastomeren

Der Bruch tragender Komponenten ist immer ein wichtiges Kriterium für Ingenieure, die Brücken, Autobahnen, Automobile, Züge, Flugzeuge, Kraftwerke, chemische Prozessanlagen und zahlreiche andere große Maschinen konstruieren, bauen, betreiben und warten. Jeder versteht die katastrophalen Folgen eines strukturellen Versagens, welches aber oft schwer vorhersagbar ist, weil die Faktoren, die für die Vorhersage verantwortlich sind, sehr komplex sind. In jüngerer Zeit haben die Entwicklungen in der Bruchmechanik immens zum Verständnis im Umgang mit Rissen oder rissartigen Defekten beigetragen, die der Erkennung mitunter entgehen.

Einer der Hauptgründe für das Versagen von Bauteilen liegt in vorhandenen Defekten oder solcher, die allmählich durch Cluster anderer Unreinheiten entstehen [5]. Andererseits ruhen auch einige Defekte in den Bauteilen und stellen keine Bruchgefahr dar. In der Bruchmechanik interessieren sowohl die Defekte, die letztendlich einen Bruch verursachen können, als auch die Gutartigen. Die Differenzierung beider ist wesentlich für die Lebensdauerbetrachtungen.

2.1 Typische Elastomereigenschaften

Durch die Polymerisation [6] wird ein langkettiges Molekül (die primäre Struktur eines beliebigen polymeren Materials) aus einfachen Molekülen, die als Monomere bekannt sind, erzeugt. Polymermoleküle sind entweder amorphe kautschukartige, amorphe glasartige oder kristalline Materialien. Kautschuke sind bei Anwendungstemperatur typischerweise amorphe Polymere mit ihren Molekülen in zufälliger Bewegung. So sind sie im Wesentlichen viskose Flüssigkeiten mit zusätzlicher, stark molekulargewichtsabhängiger Entropieelastizität. Bei der chemischen Vernetzung wird durch Verknüpfung der langen Moleküle in relativ großen Abständen ein flexibles Molekülnetzwerk geschaffen, wobei die Komponenten der Molekül-Stränge noch in rascher Bewegung sind. Das Material hat dadurch eine feste Form und Größe, die es zu einem weichen viskoelastischen Feststoff macht [7].

Am Bauteilen können Beanspruchungen auftreten und daraus ergeben sich Konsequenzen. Als erstes werden die Zug- und Druckspannungen betrachtet, die zu einer Dehnung bzw. Stauchung des Materials führen können. Da sie flächenbezogene Spannungen sind, sind sie theoretisch nur von der Größe der Querschnittsfläche, nicht aber von deren Form abhängig. Diesbezüglich kann diese Fläche also beliebig gestaltet werden. Betrachtet man Abbildung 2.1, so zeigt sich ein Zugspannungs-Dehnungsdiagramm für drei physikalische Zustände eines Polymers: glasartig, kris-

tallin und gummiartig. Glasartige Polymere sind hart und spröde, kristalline Polymere laufen bei Dehnung eine Folge von Veränderungen durch: elastische Verformung, Dehnungshärtung und Bruch. Elastomere verfügen über einige herausragende Qualitäten, z.B. die Fähigkeit, großen Belastungen elastisch zu widerstehen. Deshalb findet Gummi Anwendung bei Produkten, an die höchste Qualitätsansprüche gestellt werden, wie Autoreifen oder Spezialabdichtungen in der Industrie. Die elastischen Eigenschaften erhält Gummi im Rahmen der Verarbeitung. Durch die Vulkanisation wird er bleibend elastisch und kehrt nach Verformung wieder in die ursprüngliche Form zurück [7].

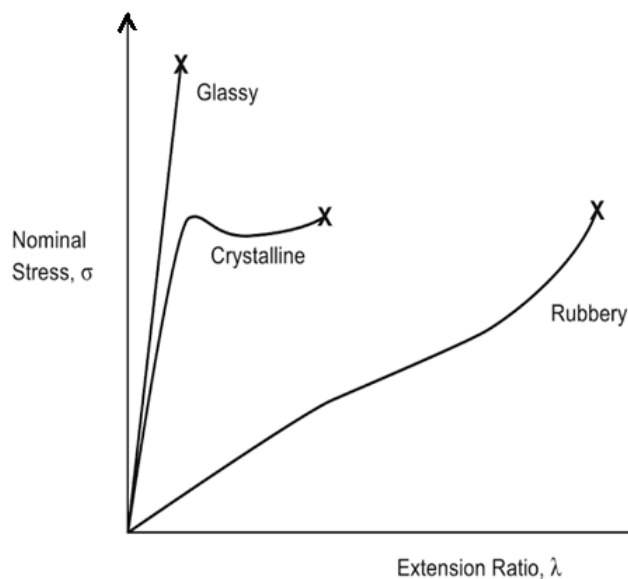


Abbildung 2.1: Spannung-Dehnungs-Diagramm für drei Zustände eines Materials [7]

Wenn ein vernetztes, gefülltes Elastomer belastet wird, erreicht es nicht sofort seinen thermodynamischen Gleichgewichtszustand. In der Tat haben die Elastomere die Besonderheit, gleichzeitig das elastische Verhalten eines Feststoffs, das durch einen Elastizitätsmodul entropischen Ursprungs gekennzeichnet ist, sowie das viskose Verhalten einer Flüssigkeit, das sich bei jedem Verformungszyklus in einer Verzögerung der Reaktion und einem Energieverlust äußert. Dies nennt man viskoelastisches Verhalten (Abb. 2.2a). Es ist somit möglich, die viskoelastischen Eigenschaften eines Elastomers durch Messung seiner Reaktion auf eine dynamische Beanspruchung zu charakterisieren. Die Verformung wird in zwei Komponenten zerlegt, die durch Speichermodul E' und Verlustmodul E'' charakterisiert werden.

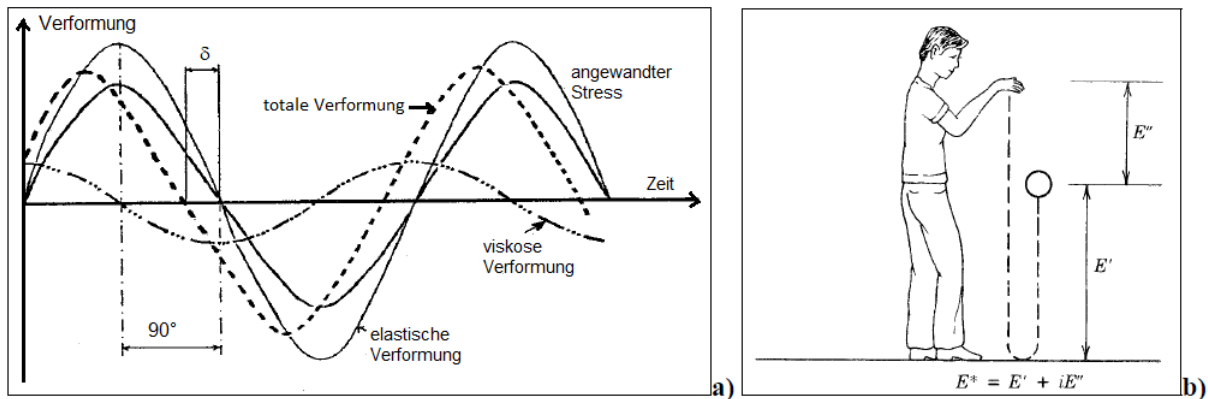


Abbildung 2.2: a) Komponenten der sinusförmigen Verformung (kleine Verformungen) [8]; b) vereinfachte Definition von E' und E'' Modulen [9]

Es gilt: $E^* = E' + iE''$, wobei E' der Speichermodul (verbunden mit der gespeicherten elastischen Energie) und E'' der Verlustmodul (verbunden mit der dissipierten viskosen Energie) ist (Abb. 2.2b). Als $\tan(\delta) = E''/E'$, auch "Verlustfaktor" genannt, ist der Energieverlust durch innere Reibung der Materialien definiert.

2.2 Entropielastizität

Polymere mit hohem Molekulargewicht, die ein kautschukartiges Verhalten zeigen, sind als Elastomere bekannt. Oberhalb der Glasübergangstemperatur befinden sich die kautschukartigen Polymere in einem flüssigkeitsähnlichen Zustand und die Monomereinheiten ändern ihre Position aufgrund der Brownschen Bewegung leicht und kontinuierlich [10]. Somit nimmt jede Polymerkette in einem stressfreien Zustand zufällige Konformationen an [11].

Wenn Konformationen vieler gummiartiger Ketten oder Konformationen einer einzelnen Kette zu unterschiedlichen Zeiten betrachtet werden, kann die zufällige Verteilung der Kettenenden durch eine Gaußsche Funktion beschrieben werden. Die Wahrscheinlichkeit, dass die Enden einer Kette den Abstand $R(N)$ haben, ist gegeben durch:

$$P(N, R) = \left(\frac{2\pi R_0^2}{3} \right)^{-\frac{3}{2}} \exp\left(-\frac{3R^2}{2R_0^2} \right) \quad (2.1)$$

Für reine Entropieelastizität gilt

$$P \sim \exp\left(-\frac{3R^2}{2R_0^2} \right)$$

wobei $R_0(N)$ der durchschnittliche quadratische Ende-zu-Ende-Abstand der entspannten Kette ist, die aus N Wiederholungseinheiten besteht.

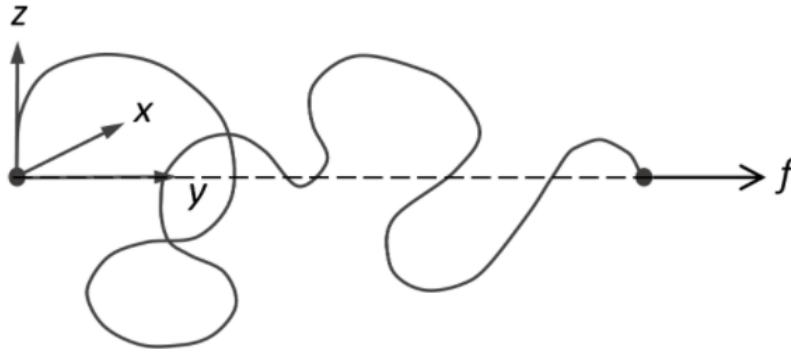


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Wirkung einer externen Kraft auf ein Polymerkettenende

Eine Zug- oder Scherverformung (Abb. 2.3) führt zu größeren Kettenabmessungen und einer Verringerung der freien Energie F , was wiederum zu einer Rückstellkraft f führt, die mit der Entropieelastizität übereinstimmt:

$$F(N,R) \approx \frac{3K_B\theta_a R^2}{2R_0^2} \quad (2.2)$$

$$f = \frac{\partial F(N,R)}{\partial R} = \frac{3K_B\theta_a R}{R_0^2} \quad (2.3)$$

Mit K_B ist Boltzmann Konstante. Im Fall einer idealen Kette ist R_0 temperaturunabhängig, da alle möglichen zufälligen Anordnungen gleich wahrscheinlich sind. Dann ergibt sich die Rückstellkraft f in Gleichung 2.3 ausschließlich aus einem entropischen Mechanismus. Dieser basiert auf der Tendenz der Ketten, Konformationen maximaler Zufälligkeit anzunehmen und nicht aus einer energetischen Präferenz bestimmter Konformationen gegenüber anderen. Die Rückzugskraft f ist dann direkt proportional zur absoluten Temperatur θ_a [12].

2.3 Eigenschaften der Temperaturabhängigkeit

Elastomere sind amorphe Materialien, die aus einer Reihe von makromolekularen Ketten unterschiedlicher Länge bestehen. Im grünen Zustand, also ohne Vulkanisation, sind die das Elastomer bildenden Ketten unabhängig. Unter der Einwirkung einer äußeren Spannung rutschen sie irreversibel aufeinander zu und entspannen sich, was zum Kriechen und einer bleibender Verformung führt. Diese Plastizität schließt jegliche Dimensionsstabilität sowie jede Möglichkeit einer herkömmlichen mechanischen Verwendung des Materials aus, daher die Notwendigkeit es zu vulkanisieren, um chemische Brückenbindungen zwischen den Elastomerketten zu erzeugen und sie somit miteinander zu verbinden. Das Elastomer wird dann vernetzt, jedoch ist die Anzahl der Überbrückungen begrenzt. Dies lässt viel größere Kettenbewegungsmöglichkeiten zu als für ein Polymer mit einem wärmehärtenden Netzwerk [13]. Die Struktur ist dann die eines einzigartigen dreidimensionalen Netzwerks, das unter äußerer Belastung immer extrem deformierbar, aber sta-

bil ist. Abbildung 2.4 stellt drei Bereiche für ein Polymer in Abhängigkeit der Temperatur dar [14]:

- Die Glasübergangstemperatur θ_g kennzeichnet den Übergang des Materials vom glasartigen in den gummiartigen Zustand.
- Die Schmelztemperatur θ_f kennzeichnet das Schmelzen der Kristalle (für ein kristallines oder semikristallines Polymer).
- Die Zersetzungstemperatur θ_d , bei der die kovalenten Bindungen der Makromoleküle unter der Wirkung von Hitze zu brechen beginnen.

Wenn ein Elastomer unterhalb der Glasübergangstemperatur liegt, ist die Beweglichkeit der Moleküle mit fallender Temperatur noch geringer. Dies verleiht dem Material eine hohe Steifigkeit und eine geringe Verformbarkeit. Die Elastizität ist dann enthalpischen Ursprungs mit kleinen Verschiebungen. Auf der anderen Seite befindet sich das Material oberhalb der θ_g im gummiartigen Zustand, in dem die Beweglichkeit der Moleküle mit steigender Temperatur zunimmt. Diese Beweglichkeit ermöglicht eine Entfaltung der Ketten in Belastungsrichtung mit einer reversiblen Deformation (entropische Elastizität). Elastomere schmelzen nicht, sondern zersetzen sich bei hohen Temperaturen.

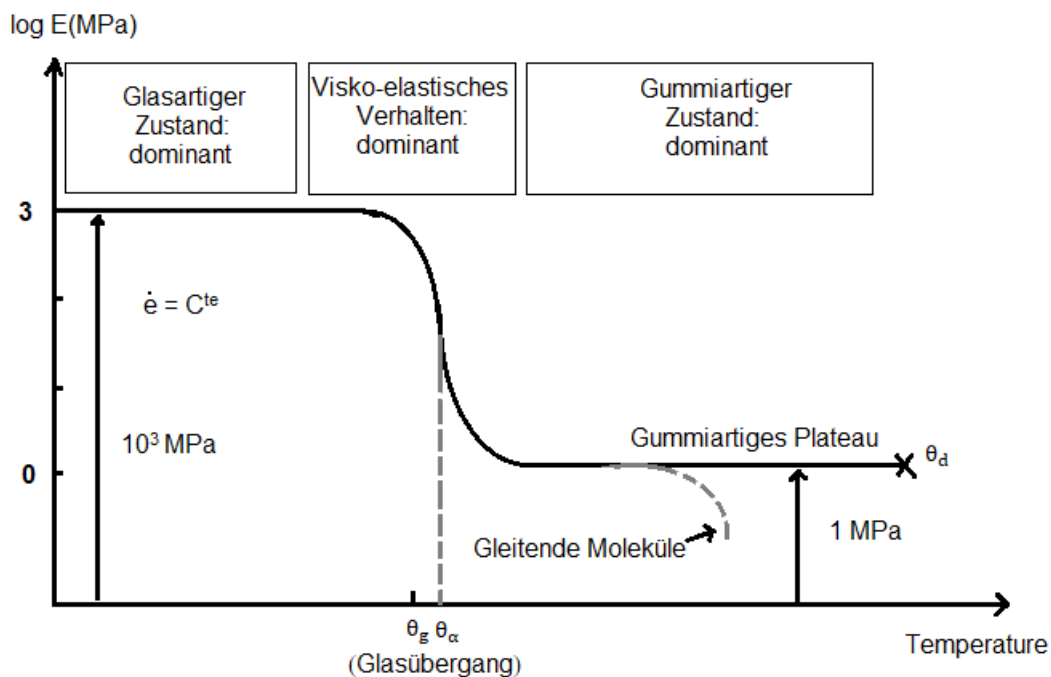


Abbildung 2.4: Entwicklung des Elastizitätsmoduls als Funktion der Temperatur für eine gegebene Kühlrate $\dot{\epsilon}$ [15].

2.4 Einfluss der Frequenzabhängigkeit

Die Steifigkeit oder der Modul von Elastomeren hängen stark von der angelegten Anregungsgeschwindigkeit oder -frequenz ab. In Abbildung 2.5 ist die relative Verformung für verschiedene Frequenzen gegen die Temperatur aufgetragen. Diese Tests von Aleksandrov und Larkin [16] wurden unter Kraftsteuerung durchgeführt.

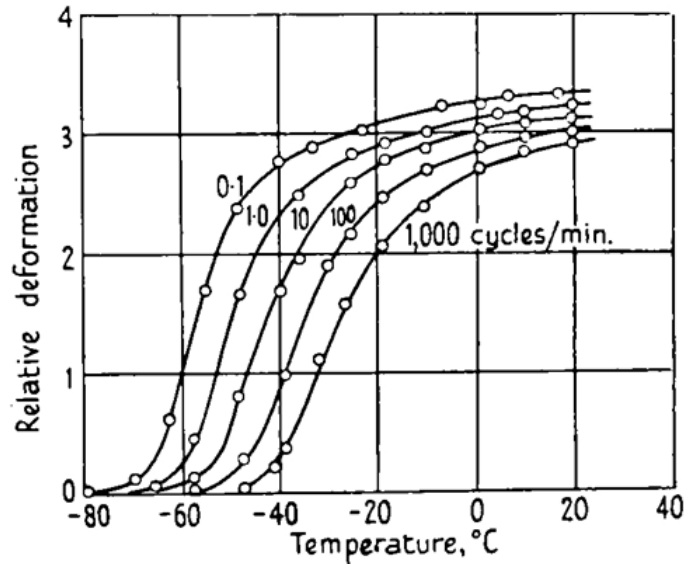


Abbildung 2.5: Beziehung zwischen Schwingungsfrequenz und Temperatur bei verschiedenen Frequenzen [16] einer Kautschukprobe.

Die relative Verformung nimmt bei Abnahme der Temperatur zu. Dies bedeutet, dass die Steifigkeit des Materials mit zunehmender Verformung zunimmt. Das Diagramm zeigt auch das temperaturbezogene Verhalten des Materials bei einer bestimmten Frequenz.

2.5 Dehnungskristallisation

Die Dehnungskristallisation ist ein Phänomen, bei dem ein anfänglich amorphes Material unter Dehnung eine Phasenumwandlung durchläuft. Die Dehnungskristallisation tritt in Naturkautschuk sowie anderen Elastomeren und Polymeren auf [17, 18]. Das Phänomen hat wichtige Auswirkungen auf die Festigkeits- und Ermüdungseigenschaften. Dehnungskristallisation tritt auf, wenn die Ketten von Molekülen in einem Material während der Verformungsaktivitäten geordnet werden [19]. Die drei Hauptfaktoren, die die Dehnungskristallisation beeinflussen, sind die Molekülstruktur des Polymers oder Elastomers, die Temperatur und die Verformung des Materials [20]. Wenn die Molekülstruktur eines Polymers zu unregelmäßig ist, kann keine Spannungskristallisation induziert werden, da es unmöglich ist, die Molekülketten zu ordnen [18]. Um eine Dehnungskristallisation zu induzieren, wird das Polymer gestreckt, während seine Temperatur über seiner Glasübergangstemperatur gehalten wird. Es ist auch notwendig, dass die Fließgrenze des Polymers durch die Streckaktivität überschritten wird. Dies wiederum stellt sicher, dass die

Molekülketten begradigt werden. Im Allgemeinen gilt, je größer die Verformung des Materials ist, desto höher ist die Kristallisationsgeschwindigkeit. [18]. Die mechanischen Eigenschaften von Materialien werden stark von der Orientierung der Kristalle in ihrer Mikrostruktur beeinflusst [21]. Der Prozess der Spannungskristallisation wirkt sich direkt auf die Mikrostruktur des Materials aus, indem kristalline Strukturen hinzugefügt werden. Dieser Effekt der Dehnungskristallisation kann insbesondere bei vulkanisiertem Naturkautschuk beobachtet werden [17, 18].

In der ersten Hälfte des 20. Jahrhunderts wurde die Röntgenbeugung entwickelt und war eine der neuen Technologien, die die Analyse der Molekül-Struktur ermöglicht. Die Technik arbeitet an Kristalle mit einer regelmäßigen, sich wiederholenden Struktur. Wenn Röntgenstrahlen durch eine Probe gerichtet werden, werden sie abhängig von den Atompositionen in der Probe in verschiedene Richtungen gebeugt. Die Richtung der Röntgenstrahlen kann auf Film aufgezeichnet werden [22].

Abbildung 2.6 (links) zeigt eine schematische Darstellung des Röntgenbeugungsmusters für eine NR-Probe, die sich in einem uniaxialen Zug-Zustand befindetet. Abbildung 2.6 (rechts) stellt die entsprechende Streugeometrie dar, die intensiven Flecken stammen aus der kristallinen Phase und werden durch ihre hkl-Indizes identifiziert [23].

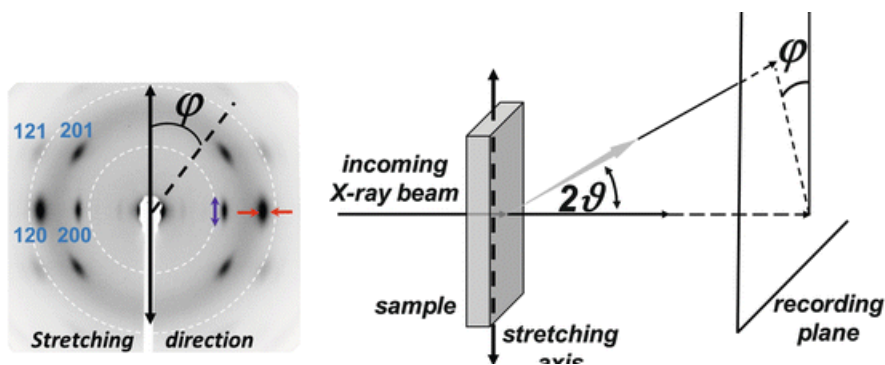


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung des Röntgenbeugungsmusters für eine NR-Probe (links), die zugehörige Streugeometrie (rechts) [22].

Abbildung 2.7 zeigt ein Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines vulkanisierten Naturkautschuks. Die hohe Orientierung der Makromoleküle führt zu einer Erhöhung der Zugfestigkeit und bei Röntgenmessungen sind die Kristallite in den stark gestreckten Bereichen des Elastomers zu sehen [24].

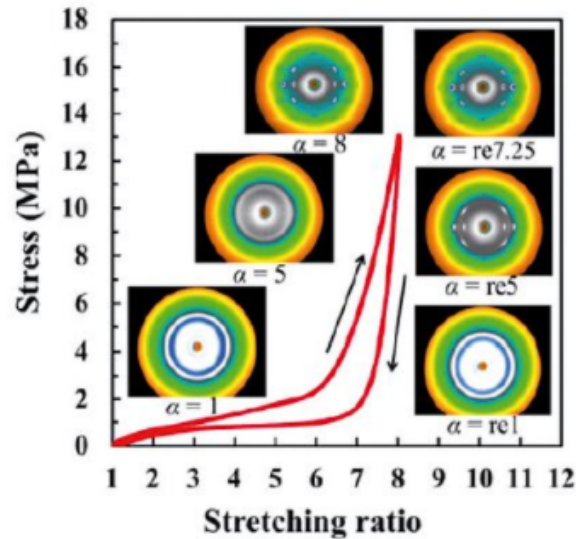


Abbildung 2.7: Dehnungsinduziertes Kristallisationsverhalten von Naturkautschuk aus Guayule. Das Dehnungsverhältnis mit "re" bezeichnet das Verhältnis zur ursprünglichen Länge [24].

2.6 Spezifische Eigenschaften von gefüllten Elastomeren

2.6.1 Payne Effekt

Die Amplitudenabhängigkeit der dynamischen Eigenschaften von Elastomeren mit den aktiven Füllstoffen wurde zuerst von A.R. Payne [25] beschrieben. Seine Experimente haben gezeigt, dass aktive Füllstoffe den Elastizitätsmodul von Elastomeren bei einer sehr geringen dynamischen Dehnungsamplitude enorm erhöhen. Bei Erhöhung der dynamischen Dehnungsamplitude nahm der Modul dieser Elastomere signifikant ab.

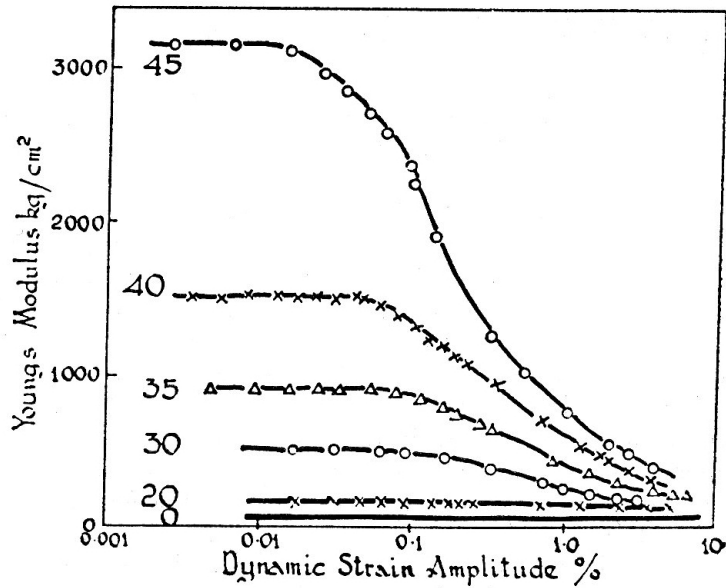


Abbildung 2.8: Abhängigkeit des Young'schen Moduls von der dynamischen Dehnungsamplitude für ein Naturkautschukvulkanisat mit verschiedenen Anteilen von Ruß [25]

Als aktive Füllstoffe werden Ruß und Kieselsäure mit einer speziellen Mikrostruktur und kristallinen Form bezeichnet. Andere Füllstoffe zeigen keine oder nur minimale dynamische Amplitudeneffekte. Payne [26] erklärte den sich schnell ändernden Teil der Modulkurve bei verschiedenen dynamischen Amplituden durch Struktureffekte oder Füllstoff-Füllstoff Wechselwirkungen. Die spannungsunabhängigen Beiträge zum Modul (Abb. 2.8) werden zunächst auf den Modul des ungefüllten Kautschuks, der Elastomermatrix, bezogen. Ein zweiter Beitrag hängt mit der hydrodynamischen Verstärkung des harten, festen Füllstoffs in der Gummimatrix zusammen (Abb. 2.9). Der dritte spannungsunabhängige Beitrag wird durch starke Verbindungen zwischen der Füllstoffoberfläche und der Polymermatrix hervorgerufen, die als Polymer-Füllstoff-Wechselwirkungen bezeichnet werden [27, 25, 28, 29].

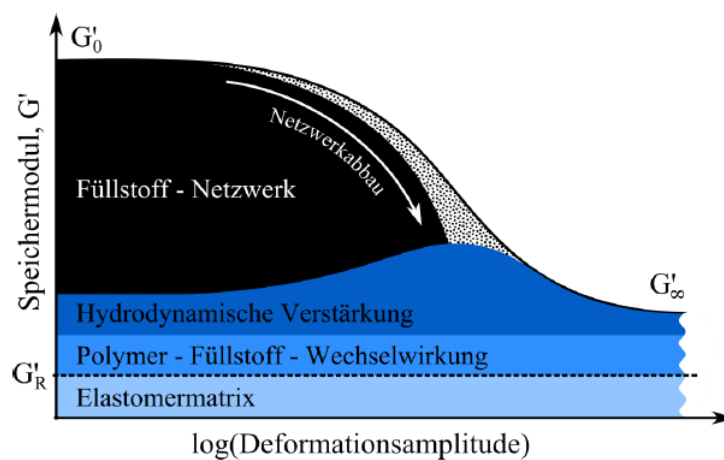


Abbildung 2.9: Abhängigkeit des Speichermoduls von der dynamischen Verformungsamplitude für eine Kautschukmischung [27]

2.6.2 Spannungserweichung - Mullins Effekt

Der Mullins-Effekt [30] oder Spannungserweichung bezieht sich auf ein Phänomen der Energie-dissipation, das während der ersten Streckung einer Probe beobachtet wird. Der Effekt zeichnet sich durch eine signifikante Abnahme der Spannungswerte aus, wenn das vernetzte Elastomer bei den gleichen Dehnungsraten ein zweites Mal gestreckt wird (Abb. 2.10). Diese erste Ausdehnung führt zu einem Steifigkeitsverlust für die folgenden Verformungen und einer bleibenden Verformung. Der Ursprungszustand ist bei Raumtemperatur über sehr lange Zeit (mehrere Tage) oder in wenigen Stunden bei Temperaturen nahe der Vulkanisation wieder herzustellen [31].

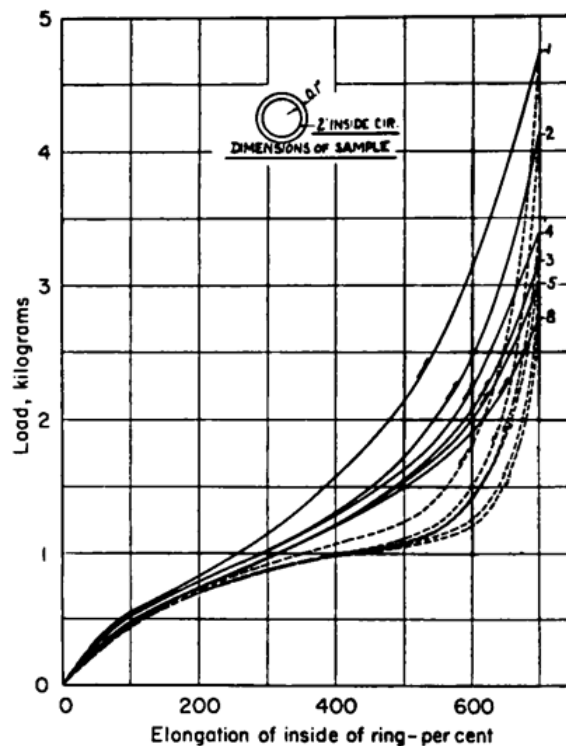


Abbildung 2.10: Auswirkung der wiederholten Streckung auf die Lastausdehnungskurven eines NR-Werkstoffs [32]

Die Spannungserweichungseffekte können durch den Abbau der Füllstoffstruktur innerhalb des Elastomers erklärt werden und ergeben sich aus der Wechselwirkungen zwischen den Oberflächen der Füllstoffteilchen und dem Kautschuk sowie dem Abbau von Füllstoffaggregaten innerhalb der Matrix. Abbildung 2.11 zeigt eine Transmissionselektronenmikroskop (TEM) Aufnahme eines Rußnetzwerks, von einer nicht gespannten, gefüllten Kautschukprobe. Daneben wird eine schematische Vergrößerung der Rußagglomerate und Polymerketten dargestellt. Der Mechanismus der Spannungserweichung in gefüllten Elastomeren ist wie folgt: Unter Verformung tritt in Form von molekularem Schlupf eine Ausrichtung der Polymerketten mit einer Längenzunahme auf, die ein Reißen verhindert und somit eine Erhöhung der Festigkeit bewirkt. Dies bewirkt, dass die angelegte Spannung gleichmäßig verteilt wird und eine Verstärkung der Verbindung bewirkt wird. Auch dieser Prozess führt zu einer Erweichung des gesamten Netzwerks bei kleinen Beanspruchungen.

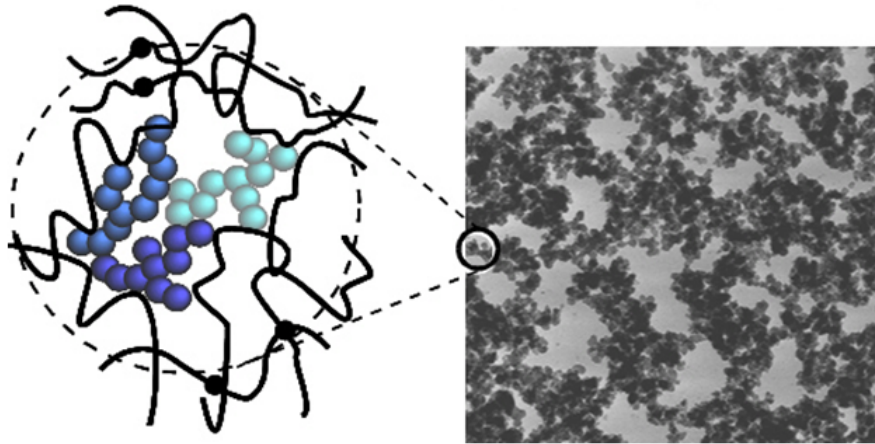


Abbildung 2.11: TEM-Aufnahme des Ruß-Netzwerks, welche aus einem ultradünnen Schnitt einer gefüllten Kautschukprobe erhalten wurde [33]

2.7 Viskoelastizität

In der Realität ist das Verhalten von Elastomeren nicht rein elastisch, sondern viskoelastisch, da die Spannungsreaktion auch von der Dehnungsgeschwindigkeit abhängt. Dieses viskose Verhalten kann bei kleinen Dehnungen durch DMA-Versuche (Dynamic Mechanical Analysis) oder bei großen Dehnungen durch Relaxationstests oder Kriechversuche nachgewiesen werden. Abbildung 2.12 zeigt die Reaktion durch eines Polychloroprens unter uniaxialer Zugbelastung bei niedriger Dehnungsrate, unterbrochen durch drei Relaxationsphasen von jeweils 20 min bei 75, 150 und 225% nominaler Dehnung [34].

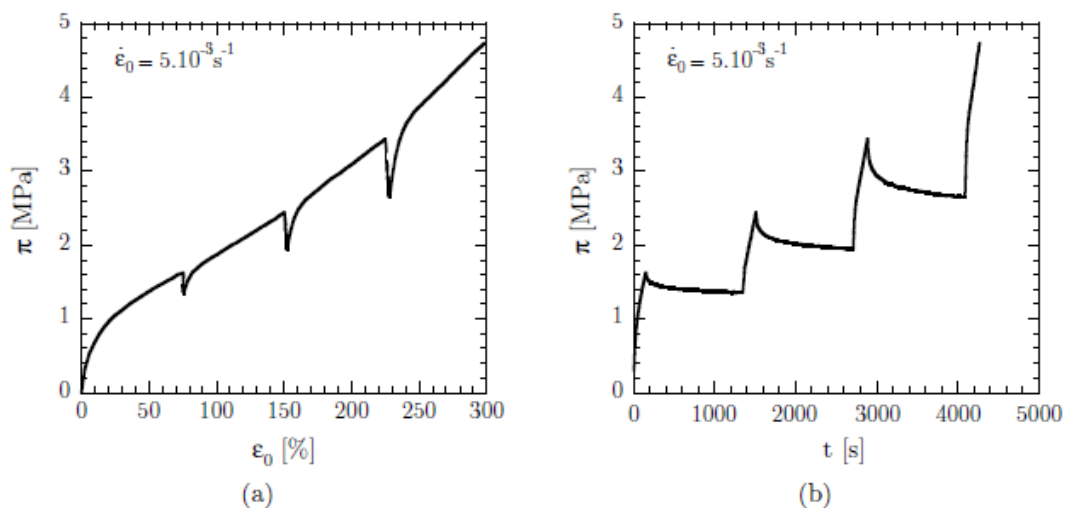


Abbildung 2.12: Demonstration des viskosen Verhaltens durch einen uniaxialen Zugversuch unterbrochen durch Relaxationsphasen für einen CR-Werkstoff [34].

Le Saux [34] stellt den viskosen Charakter des Materials während der Relaxationsphasen fest. Dieses Phänomen wurde bereits von Lion [35] beobachtet, der auch zeigt, dass die Phasen der

Entspannung näher beieinander liegen. Das Material erweicht im Vergleich zu dem Verhalten, das es ohne eine Zwischenrelaxationsphase gehabt hätte. Die Ergebnisse von Abbildung 2.12 können verwendet werden, um die Entwicklung der normalisierten Spannung als Funktion der Zeit für die verschiedenen Relaxationsverformungen zu zeigen. Diese Ergebnisse sind in Abbildung 2.13 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich die Kurven nicht überlagern: Das Verhalten hängt auch vom Grad der angewendeten Verformung ab. Dieses Ergebnis ermöglicht es ein nichtlineares viskoelastisches Verhalten zu demonstrieren.

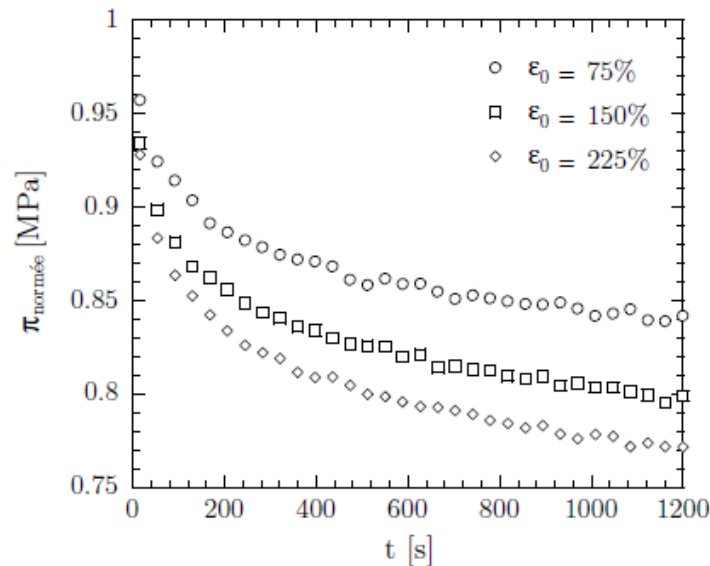


Abbildung 2.13: Entwicklung der normalisierten Spannung während eines Zugversuchs mit Relaxation bei verschiedenen Verformungsamplituden für den CR-Werkstoff [34].

Um dieses viskoelastische Verhalten zu berücksichtigen, zeichnen sich zwei Ansätze aus:

Die integralen Ansätze bestehen darin, die Spannungen mit den Dehnungen (oder die Dehnungen mit den Spannungen) in Beziehung zu setzen, und zwar dank einer Funktion, die den Verlauf der Belastung berücksichtigt. Diese Funktion wird im Allgemeinen je nach betrachtetem Ansatz als Kriechfunktion oder Relaxationsfunktion bezeichnet [36].

Die differenziellen Ansätze auch interne variable Ansätze genannt, basieren auf der von Sidoroff [37] eingeführte Methode des lokalen Zustands und der Verallgemeinerung auf große Deformationen rheologischer Modelle.

Der physikalische Ursprung des Moduls $E(\omega)$ für gummiartige Materialien hängt mit dem spannungsunterstützten, thermisch aktivierten Umlagerung von Polymerkettensegmenten zwischen verschiedenen Konfigurationen zusammen. Wenn τ die typische Umlagerungszeit angibt, gibt es für $\omega \gg 1/\tau$ keine Zeit für eine thermisch aktivierte Umlagerung der Polymerkettensegmente, und die Gummireaktion ist die eines harten glasartigen Materials [38]. Wenn jedoch $\omega \ll 1/\tau$ ist, treten adiabatisch thermisch aktivierte Umlagerungen der Kautschukpolymerketten auf, was zu einer weichen gummiartigen Reaktion führt. Tatsächlich ist $E(\omega, \theta)$ eine Funktion der Form $E = E(\omega\tau)$, wobei τ gemäß einem thermisch aktivierten Prozess von der Temperatur abhängt. Normalerweise schreibt man $\tau = \tau_0 a_\theta$, wobei τ_0 die temperaturunabhängige ist und a_θ die vorge-

schlagene Funktion von Williams et al. [39] ist:

$$\log(a_\theta) = -\frac{C_1(\theta - \theta_g)}{C_2 + (\theta - \theta_g)} \quad (2.4)$$

wobei C_1 und C_2 Konstanten sind und θ_g die Glassübergangstemperatur ist.

2.8 Grundlagen der Ermüdungs- und Bruchmechanik

Die mechanische Ermüdung gummiartiger Werkstoffe zeigt sich in einer fortschreitenden Verschlechterung der physikalischen Eigenschaften infolge des Risswachstums unter Anwendung dynamischer Lasten oder Verformungen [7]. Der Prozess der mechanischen Ermüdung kann in vier Phasen unterteilt werden, die unterschiedliche Phasen des Reißverhaltens charakterisieren. Der anfängliche Rissprozess beschreibt die Erzeugung einer hohen Spannungskonzentration im Bereich von natürlichen Defekten oder Fehlern. In der zweiten Stufe erfolgt die Rissinitiierung aufgrund der Bildung von Defekten auf molekularer Ebene. Im dritten Stadium wächst der gebildete Riss aufgrund zusätzlicher Belastung. Die mechanische Ermüdung führt im Grenzfall letztlich zum Versagen [40]. Es sind viele Faktoren bekannt, die die mechanische Lebensdauer von Gummikomponenten beeinflussen. Die vier Hauptaspekte sind die Auswirkung der mechanischen Belastung, die Auswirkung durch die Umwelt, die Auswirkung der Gummiformulierung und die Auswirkung aufgrund dissipativer Aspekte der konstitutiven Reaktion von Gummi [41]. Neuere Forschungen zur Ermüdung von Gummi konzentrierten sich auf die Mechanik des Ermüdungsversagens sowie auf die Entwicklung des gesamten Bruchprozesses [42]. Die Hauptbedeutung liegt in der Beschreibung lokaler Spannungskonzentrationen an strukturellen Mängeln. Daher wurde der Ansatz der Bruchmechanik weiterentwickelt [7].

Die Bruchmechanik ist ein Wissenschaftszweig, der sich mit der Beschreibung von Materialverhalten befasst, das eine Kerbe enthält. Es enthält Methoden zur Berechnung mechanischer Eigenschaften wie Rissantriebskraft und Bruchfestigkeit. Die Bruchmechanik ist ein wichtiges Instrument zur Verbesserung der mechanischen Leistung von Werkstoffen und Bauteilen, welches die Beziehung zwischen Spannung und Dehnung unter Verwendung der Theorien der Elastizität und Plastizität von Werkstoffen definiert. Tatsächlich handelt es sich um eine quantitative Analyse zur Bewertung der strukturellen Festigkeit in Abhängigkeit von angelegter Spannung, Risslänge und Probengeometrie [43].

2.8.1 Konzept der elastischen Bruchmechanik

Unter der Verformung des Risses unterscheidet man drei unabhängige Bewegungen der beiden Rissufer relativ zueinander. Diese Rissöffnungsarten oder Rissöffnungsmoden sind in Abbildung 2.14 schematisch dargestellt und sind folgendermaßen definiert [44]:

- **Modus I:** Öffnungsmodus: Der Riss öffnet sich senkrecht zur Rissebene, was durch eine Zugbeanspruchung verursacht werden kann.

- **Modus II:** Ebener Schermodus: Die Rissufer verschieben sich in ihrer Ebene senkrecht zur Rissfront, was einer ebenen transversalen Schubbeanspruchung entspricht.
- **Modus III:** Nichtebeener Schermodus: Die Rissufer verschieben sich in ihrer Ebene parallel zur Rissfront, was mit einer nichtebenen longitudinalen Schubbeanspruchung verbunden ist.

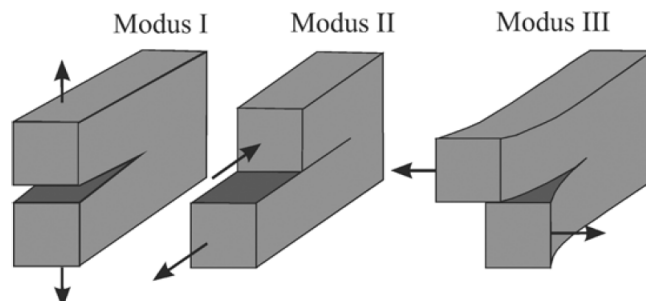


Abbildung 2.14: Definition der drei Rissöffnungsarten [44]

Jede Art von Verformung des Risses kann als Überlagerung dieser drei grundlegenden kinematischen Moden angesehen werden. Im räumlichen Fall ist Abbildung 2.15 als lokaler Ausschnitt um ein Segment der Rissfront zu verstehen, wobei sich die Größe der Moden entlang der Rissfront verändern wird [44].

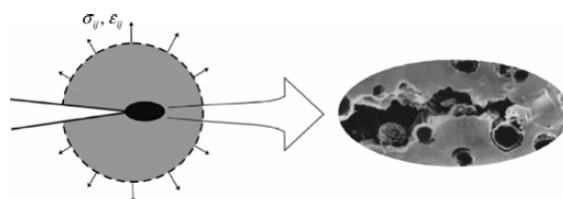


Abbildung 2.15: Prozesszone der mikromechanischen Bruchvorgänge an der Risspitze [44]

Die Verformungsgesetze der Werkstoffe beschreiben gewissermaßen die Randbedingungen für kontinuumsmechanische Modellierung von Rissen, unter denen die mikromechanischen Vorgänge in der Bruchprozesszone an einer Risspitze ablaufen (Abb. 2.15).

2.8.2 Bruch von spröden Materialien: Griffith-Kriterium

Der erste Versuch, eine lineare elastische Theorie der Rissausbreitung auf der Grundlage der globalen Energiebilanz des gerissenen Körpers zu formulieren, wurde von Griffith unternommen [45, 26]. Er verwendete den ersten Hauptsatz der Thermodynamik und postulierte, dass eine notwendige Bedingung für das Risswachstum ist, dass die Energie, die zur Erzeugung neuer Bruchflächen erforderlich ist, durch die freigesetzte Dehnungsenergie im elastischen Körper geliefert wird. Wenn die Oberflächenenergie des Materials und die Rissgröße bekannt sind, kann das Energiekriterium die minimale Bruchlast vorhersagen. Griffith hat das in der Inglis-Lösung [46] entstehende Paradoxon eines scharfen Risses in einem elastischen Körper gelöst, wonach an der Risspitze eine unendliche Spannung auftritt und daher ein Körper mit einem Riss keine aufgebrauchte Last aushalten kann.

Das Griffith-Kriterium des Risswachstums kann ausgedrückt werden als

$$-\frac{dW}{dc} > T \cdot \frac{dA}{dc} \quad (2.5)$$

wobei W die gespeicherte elastische Verformungsenergie im Körper, c die Risslänge, A die Fläche der neuen Oberfläche, die durch eine Zunahme der Risslänge da gebildet wird, und T die freie Oberflächenenergie pro Flächeneinheit des Materials ist.

2.8.3 Ermittlung der Reißenergie

Die Anwendung der Konzepte der Bruchmechanik zur Charakterisierung des Deformations- und Bruchverhaltens von Elastomeren ist mit grundlegenden Schwierigkeiten verbunden, da Elastomere weder ein linear-elastisches, noch ein elastisch-plastisches Werkstoffverhalten aufweisen. Außerdem ist die Deformation nicht auf den Bereich vor und um die Risspitze beschränkt und auch hochdeformierte Risse bleiben nicht scharf wie beim Griffith-Modell [47]. Es gibt keine Energiedissipation durch Plastizität und die Bruchprozesse sind spröde [48].

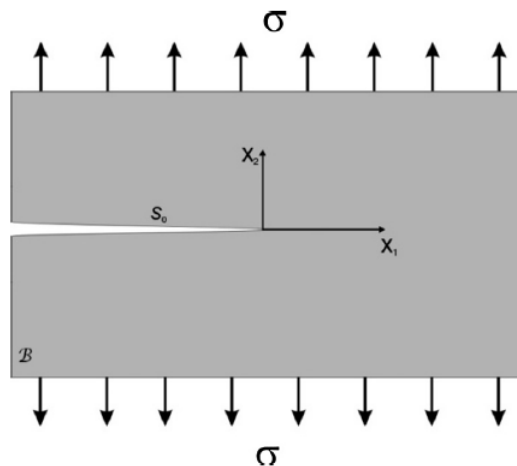


Abbildung 2.16: Öffnungsmodus der Bruchmechanik (Modus I) [49]

Die Reißenergie oder englisch *Tearing Energy* T Gl. (2.6) wurde von Thomas und Rivlin [50] mit Hilfe von Gl. (2.5) als bruchmechanische Kenngröße für Elastomere eingeführt und für die verschiedenen Prüfkörpergeometrien in Abbildung 2.17 abgeleitet.

$$T = -\frac{\partial U}{\partial A} = -\frac{\partial U}{B \partial c} \quad (2.6)$$

Dabei ist B die Dicke der Probe und c die Anfangsrisslänge. Nach Gl. (2.5) haben Thomas und Rivlin für verschiedene Proben unter spezifischer Belastung den Ausdruck für die zugehörige Reißenergie definiert.

Für den Öffnungsmodus in der Bruchmechanik (Modus I) (Abb. 2.16) werden die Single Edged Notched Tensile (SENT), Pure-Shear und Trouser Proben dargestellt.

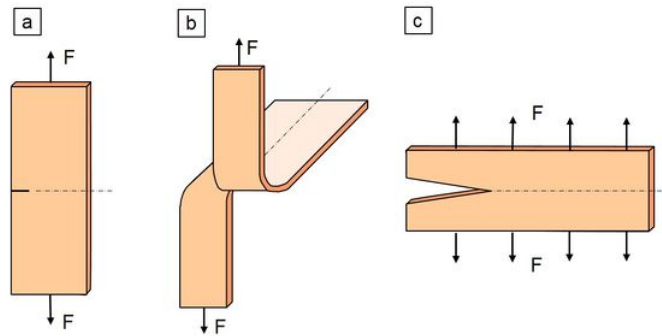


Abbildung 2.17: Prüfkörperformen (a) SENT, (b) Trousers und (c) Pure-Shear zur Ermittlung der Reißenergie T nach Rivlin und Thomas [50]

Die Reißenergie ist für SENT-, Pure Shear- und Trousersprüfkörper wie folgt definiert [51]:

- SENT-Prüfkörper:

$$T = \frac{2\pi}{\sqrt{\lambda}} \cdot W_0 \cdot c \quad (2.7)$$

- Pure-Shear-Prüfkörper:

$$T = W_0 \cdot h \quad (2.8)$$

- Trousers-Prüfkörper:

$$T = \frac{W_0 \cdot A_0 - 2\lambda F}{B} \quad (2.9)$$

Die Reißenergie im Öffnungsmodus hat eine lineare Abhängigkeit von der Risslänge, wobei λ die Streckung der gesamten Probe, W_0 die Energiedichte der Probe, c die Anfangsrisslänge, h die Probenhöhe, A_0 die Bruchfläche und F die Kraft ist.

SENT-Prüfkörper haben den Vorteil, dass sie relativ einfach durch Ausstanzen herstellbar und im Vergleich zum Pure Shear-Prüfkörper mit einem geringeren Materialeinsatz verbunden sind. Trousersprüfkörper sind aufgrund der Tatsache, dass sie auch für die Durchführung des konventionellen Weiterreißversuches verwendet werden können, relativ verbreitet für die Ermittlung bruchmechanischer Kennwerte [52, 53]. Es ist bei der Verwendung von Trousersprüfkörpern zu berücksichtigen, dass der Spannungszustand vor der Risspitze im Vergleich zum SENT- und Pure-Shear-Prüfkörper sehr komplex ist. Darüber hinaus muss sichergestellt werden, dass sämtliche äußere Verformungsenergie nur für die Erweiterung des Risses aufgewendet wird, das heißt, es darf keine ausgeprägte elastische Deformation des Prüfkörpers stattfinden.

2.8.4 Risswachstumscharakterisierung

Die Reißenergie für eine gekerbte SENT-Probe unter zyklischer Belastung (Abb. 2.17a) kann unter Verwendung von Gleichung (2.7) [54] berechnet werden, indem die maximale Dehnungsenergiegedichte W_{max} bei $\lambda = \lambda_{max}$ anstelle von W verwendet wird. Die berechnete Reißenergie wird mit der gemessenen Risslänge als Funktion der Anzahl der Zyklen in Abbildung 2.18 korreliert. Die Tests wurden bei mehreren Reißenergien durchgeführt, und ein typisches Diagramm ist in Abbildung 2.19 für ein ungefüllten Naturkautschuk gezeigt.

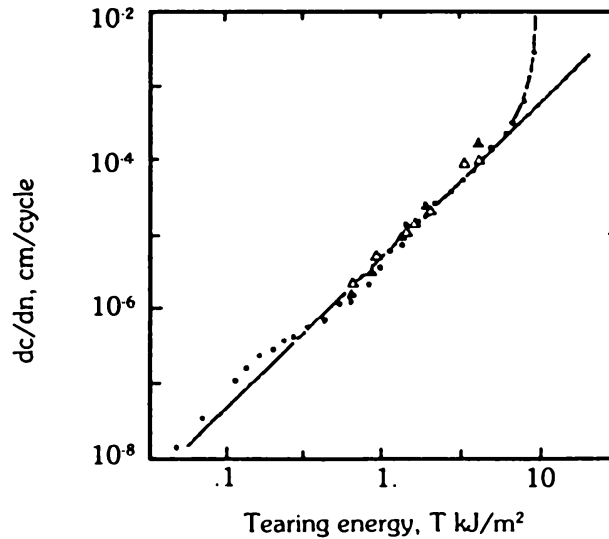


Abbildung 2.18: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie [55]; • SENT, Δ Trousers, \blacktriangle Pure Shear

Der Verlauf der Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie kann in vier Regionen unterteilt werden [40, 56, 57, 58] (Abb. 2.19).

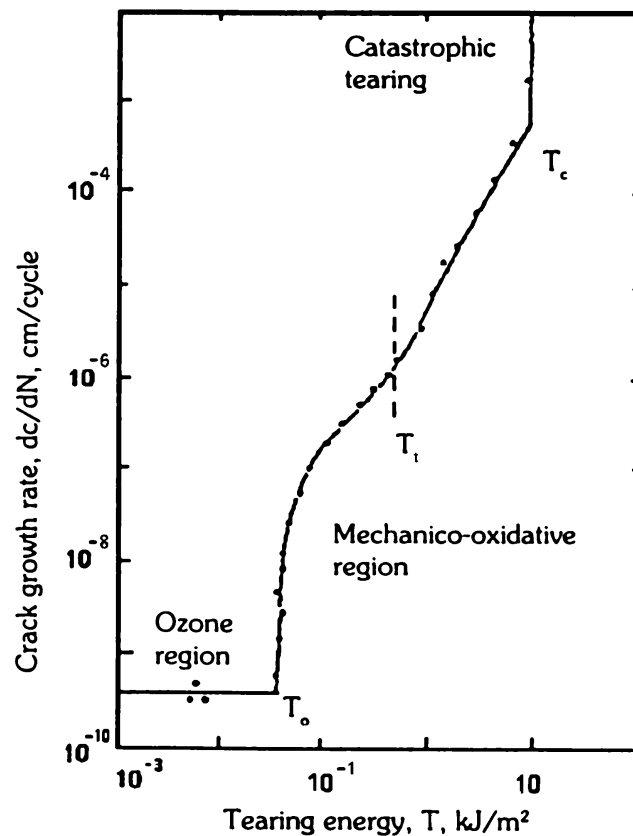


Abbildung 2.19: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für ungefüllten Naturkautschuk unter Laboratmosphäre bei 1,67 Hz [54]

Im ersten Bereich liegt der Wert der Reißenergie T unter der Schwelle der Reißenergie T_0 und es tritt kein mechanisches Risswachstum auf. Unter T_0 kann ein mechanischer Fehler durch andere Faktoren verursacht werden, z.B. Ozon. Diese Region wird beschrieben durch

$$\frac{dc}{dn} = R_z = \text{const} \quad T < T_0 \quad (2.10)$$

wobei R_z ein Risswachstum aufgrund eines Ozonangriffs ist [58].

Im zweiten Bereich ist ein sichtbarer synergistischer Effekt von Umwelt- und mechanischen Faktoren auf die Risswachstumsrate sichtbar, der durch folgender Formel definiert

$$\frac{dc}{dn} = R_z + A(T - T_0) \quad T_0 < T < T_t \quad (2.11)$$

wobei A die Risswachstumskonstante für Region II ist.

In Region III wird ein Potenzgesetz zwischen der Risswachstumsrate $\frac{dc}{dn}$ und der Reißenergie T beobachtet. Diese Form der Abhängigkeit tritt häufig bei Risswachstumsversuchen (Last gegen Risswachstumsrate) auf. Eine analytische Beziehung zwischen Risswachstumsuntersuchungen in diesem Regime kann folgendermaßen definiert werden.

$$\frac{dc}{dn} = BT^\beta \quad T_t < T < T_c \quad (2.12)$$

wobei B und β Konstanten sind, die für Region III charakteristisch sind.

Im letzten Bereich überschreitet der Reißenergiebetrag T einen kritischen Wert und die Risswachstumsrate beschleunigt sich schnell zu einem instabilen Bruch. Kristallisierende Kautschuke, die einen kleinen Riss enthalten, zeigen eine Dehnungskristallisation vor dem Punkt eines instabilen Risswachstums bei hohen Dehnungen [58].

Die Beschreibung der Risswachstumsrate unter zyklischer Belastung, bei der die Bauteile nicht vollständig entlastet werden ($R > 0$), stellt einen weiteren bruchmechanischen Ansatz dar, der die im Betrieb selten unbelastet beanspruchten abbildet. Die Auswirkung einer minimalen oder mittleren Belastung auf die Lebensdauer hängt von den Polymer- und Füllstofftypen ab. Es gibt einen wichtigen Unterschied zwischen dem Risswachstumsverhalten von spannungsinduziert kristallisierenden und nicht kristallisierenden Kautschuken. Nichtkristallisierende Kautschuke können unter statischer Belastung ein stetiges Risswachstum aufweisen, daher ist die Risswachstumsrate unter zyklischer Belastung durch die Summe der Beiträge des Verhaltens der stetigen und zyklischen Risswachstumsrate gegeben. Während kristallisierende Kautschuke aufgrund der Bildung einer kristallinen Zone vor der Risspitze typischerweise kein Risswachstum zeigen, was zu einer Abweichung des Rissweges von der orthogonalen Richtung der Hauptverformung führt. Diese Eigenschaft ist charakteristisch für den NR-Werkstoff, der eine spannungsinduzierte Kristallisation zeigt. Im vollständig entlastenden Modus verschwinden diese Kristallite während jedes Entlastungszyklus, da sich die Proben vollständig in einem spannungsfreien Zustand befinden [59, 60, 61].

2.8.5 Ermüdungsprüfung

Die Rissinitiierung ist ein lokalisierter Verformungsprozess, der für die Rissausbreitung erforderlich ist [1]. Eine der notwendigen Voraussetzungen für die Bruchmechanik ist das Vorhandensein von natürlichen Defekten oder Mängeln, die stark lokalisierte Spannungskonzentrationen bilden und anschließend ein Versagen bei Ermüdungsbelastung auslösen [62]. Bei ausreichender Vergrößerung enthält jeder Festkörper Heterogenitäten in der Zusammensetzung oder Struktur, von denen jeder als Vorläufer eines Risses dienen kann [8]. Für Naturkautschuk wird die Größe der Fehler, die zur Rissbildung führen können, auf etwa $25 \mu\text{m}$ geschätzt. Ein weiterer Vorläufer der mechanischen Ermüdung ist ein durch Ozon ausgelöster Riss in Bereichen, in denen Zugspannung vorliegt [62]. Der Grad der Beständigkeit gegen Rissentstehung kann als die Anzahl der Zyklen definiert werden, die erforderlich sind, um das Auftreten eines Risses einer bestimmten Größe zu verursachen. Wöhler stellte im Jahr 1860 die erste bekannte Studie zu diesem Thema vor und befasste sich mit Eisenbahnachsen. Ein ähnlicher Analyseansatz wurde 1940 auf Experimente mit Kautschuk angewendet und wird seitdem verwendet [41]. Zwei Parameter werden häufig für eine detaillierte Vorhersage der Risskeimbildung in Kautschuk verwendet. Diese sind die Maximale Hauptverformung oder Dehnung und die Verformungsenergiedichte. Die Dehnungsanalyse ist ein gängiges Untersuchungsinstrument, da sie direkt aus einem Zugversuch zur Messung von Verschiebungen bestimmt werden kann. Wenn die Dehnungsenergiedichte zur Bewertung der Ermüdungsanalyse in Kautschuk angewendet wird, wird sie häufig aus einer hyperelastischen Dehnungsenergiedichtefunktion geschätzt, die vollständig in Form von Dehnungen definiert ist [42]. Die Energiefreisetzungsrates ist, weit vom Riss entfernt proportional zur Verformungsenergiedichte und zur Rissgröße [43, 45]. Wenn die oben genannten Bedingungen erreicht sind, ist die Dehnungsenergiedichte ein Maß für die Energiefreisetzungsrates von natürlich vorkommenden Fehlern. Die Bedingungen, unter denen die Dehnungsenergiedichte eindeutig mit der Energiefreisetzungsrates in Beziehung stehen kann, sind begrenzt [32].

3 Experimentelle Methode und Materialien

3.1 Experimentelle Methode

Die experimentellen Methoden wurden an drei verschiedenen Messgeräten (Computertomographie, Tear-Analyser und MTS-System) durchgeführt.

3.1.1 Computertomographische Analyse

Computer Tomographie (CT) ist ein leistungsstarkes Werkzeug, das in der Lage ist, externe und interne Strukturen in vielen industriellen Anwendungen zu untersuchen und genaue geometrische Informationen mit sehr hoher Genauigkeit bereitzustellen. Ein CT-System besteht aus einer Röntgenquelle, einem Drehtisch, einem Röntgendetektor und einer Datenverarbeitungseinheit zur Berechnung, Visualisierung und Analyse der Messergebnisse [63] (Abb. 3.1a).

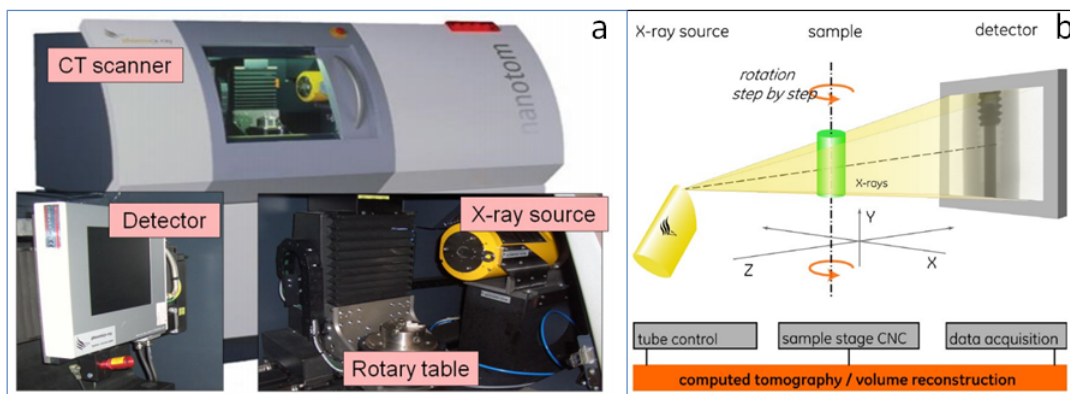


Abbildung 3.1: (a) Industrieller Kegelstrahl-CT-Scanner, (b) Prinzipieller Aufbau der CT [64]

CT-Systeme verfügen über eine Fächerstrahlquelle und einen Zeilendetektor, die die Erfassung einer Schicht eines 3D-Objekts durch Kopplung einer Translations- und Rotationsbewegung des Objekts ermöglichen. Diese Folge von Rotation und Translation wird abhängig von der Anzahl der zu rekonstruierenden Schichten wiederholt. Der Hauptnachteil dieser Systeme sind die langen Abtastzeiten (insbesondere bei der Arbeit mit großen Teilen). Dieses Problem wird durch 3D-CT-Systeme (Abb. 3.1b) gelöst. Das System besteht aus einem Flachflächendetektor und einer Kegelstrahlquelle, die die Erfassung eines Objektträgers mit nur einer Umdrehung des Drehtisches ermöglichen. Es ist keine lineare Verschiebung des Drehtisches erforderlich. Diese Lösung ermöglicht eine signifikante Verbesserung der Erfassungszeit, andererseits treten Probleme (Artefakte) aufgrund der Kegelstrahlquelle auf [65].

Wenn der Erfassungsprozess des gescannten Objekts abgeschlossen ist, werden Rekonstruktionsalgorithmen verwendet, um das 3D-Volumen zu rekonstruieren. Diese rekonstruierten 3D-Bilder bestehen aus Voxeln. Wie aus Abbildung 3.2a ersichtlich, sind Voxel primitive Elemente von 3D-Strukturen. Die Größe des Voxels ist eine Funktion der Pixelgröße und des Abstands zwischen Quellobjekt und Quelldetektor. Während der Rekonstruktion können einige Fehler auftreten wie systematische Abweichungen zwischen den Werten in den Voxeln und dem Dämpfungskoeffizienten des Objekts. Dies ist hauptsächlich auf das Aushärten des Strahls und eine Bewegung des Objektes während der Erfassung zurückzuführen.

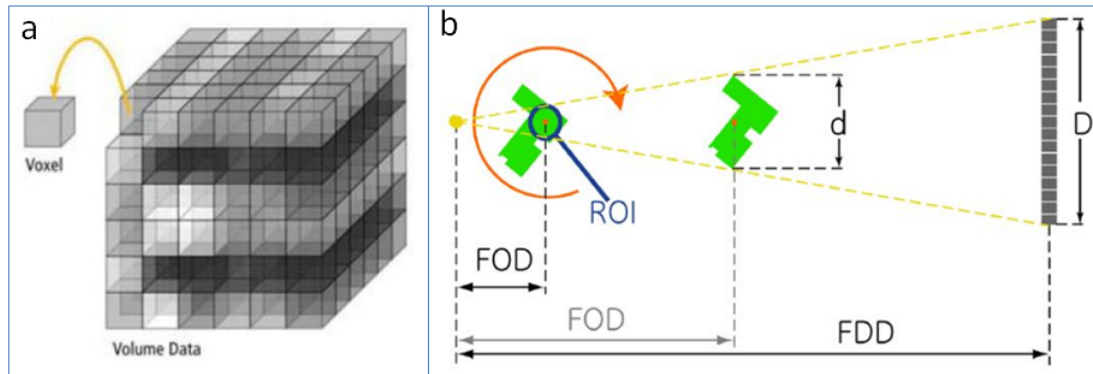


Abbildung 3.2: (a) Definition eines Voxels [63], (b) CT-Setup für einen Kegelstrahl [64]

Die resultierende Voxelgröße VS beeinflusst die Auflösung eines CT-Systems. Der VS hängt von der geometrischen Vergrößerung M , dem Pixelabstand d_{det} des Detektors und dem Durchmesser d_s der Röntgenquelle ab. Die Vergrößerung kann wie folgt ausgedrückt werden:

$$M = \frac{FDD}{FOD} \quad (3.1)$$

Dabei ist FDD der Abstand zwischen Fokus und Detektor und FOD der Abstand zwischen Fokus und Objekt.

Im Idealfall erhält man eine kleine Voxelgröße (höhere Vergrößerung und bessere Auflösung), indem man einen niedrigen Wert für FOD oder einen hohen Wert für FDD wählt. Die Voxelgröße wird dann nur durch den Pixelabstand des Detektors und die Vergrößerung bestimmt [64]. Das führt zu der folgenden Gleichung:

$$VS = \frac{d_{det}}{M} \quad (3.2)$$

Um eine genaue Rekonstruktion der Volumendaten vornehmen zu können, muss die gesamte Probe während der Rotation im Sichtfeld des Kegelstrahls bleiben. Die maximale Vergrößerung wird durch das Verhältnis der effektiven Detektorbreite D und des Probendurchmessers d begrenzt und kann wie folgt ausgedrückt werden:

$$M = \frac{D}{d} \quad (3.3)$$

Durch Scannen des ausgewählten ROI können kleine Merkmale in großen Bauteilen gemessen werden [66] (Abb. 3.2b).

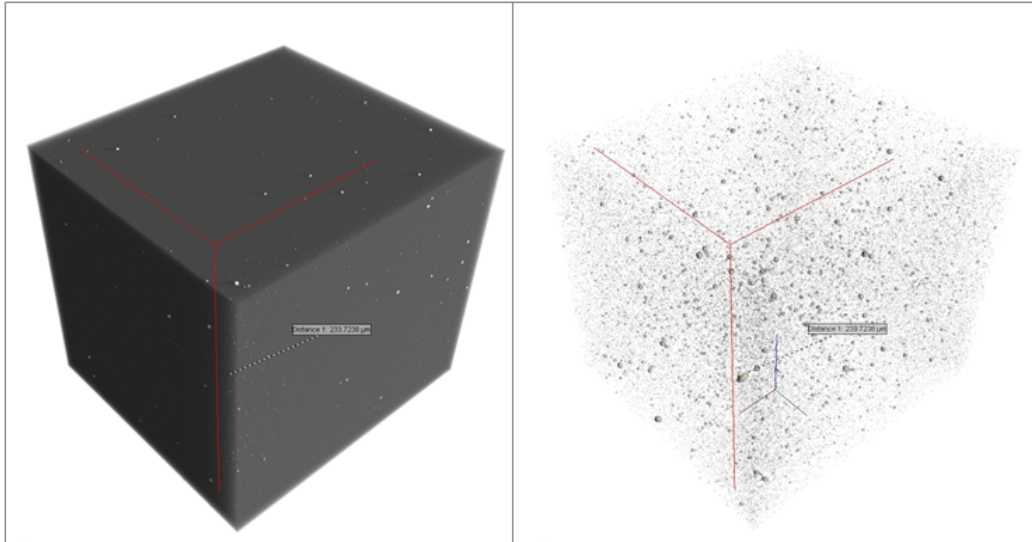


Abbildung 3.3: (a) 3D Rekonstruktion-Bild mit geringen Grauwerten, (b) 3D Rekonstruktion-Bild mit höheren Grauwerten

In dieser Arbeit wurde ein Zylinder-Probekörper zur Computertomographischen Untersuchung verwendet. Das Prüfvolumen entspricht ca. 20.000 mm^3 und die Vermessung dieses Probekörpers führt zu einer Auflösung von $21 \mu\text{m}^3$. Während der Messung wurden 1600 Bildern bei einer Umdrehung von 360° aufgenommen. Anschließend werden die gescannten Bildern rekonstruiert. Dank der Software VGStudio MAX 2.0 konnte man alle 2D Schnittbilder senkrecht zur x-, y- und z-Achse genauer analysieren und aus dem 3D Bild mit verschiedenen Grauwerten die Partikel identifizieren (Abb. 3.3).

Abbildung 3.3b zeigt die Füllstoffdispersion im Probekörper. Es ist deutlich zu erkennen, dass in diesem Probekörper mehrere Partikel gefunden wurden. Die Partikelauszählung erfolgte durch Import der 2D Schnittbilder aus VGStudio MAX 2.0 in das Programm ImageJ.

3.1.2 Dynamische Risswachstumsuntersuchung

Die Risswachstumseigenschaften von Vulkanisaten wurden unter Verwendung eines Tear-Analysers der Firma Coesfeld gemessen, der eine quantitative Analyse von Risswachstumsprozessen an Single-Edge-Notched-Tensile (SENT) Prüfkörpern (Abb. 3.4) ermöglicht. Die Prüfungen wurden unter Verwendung einer konstanten Belastungsamplitude, Umgebungstemperatur und Frequenz durchgeführt. Das Gerät ist mit einer Kamera und einer Bildverarbeitungssoftware ausgestattet, die die Risslänge und Risskontur der Probe vermessen. Die Bewertung der Brucheigenschaften entspricht der Rivlin und Thomas-Theorie [50]. Die detaillierte Beschreibung der Ausrüstung findet sich bei Eisele et al. [67].

Vor dem Einbau wurden alle Prüfkörper mit der Hilfe einer Vorrichtung und einer Rasierklinge von einer Seite eingekerbt. Die Anfangsrisstiefe liegt dadurch bei ca. 0,8 bis 1,2 mm. Jeder Mess-

platz ist mit einer Kraftmessdose und einem Schrittmotor ausgestattet, die für die Regelung der Unterlasten aller Prüfkörpern sorgt.

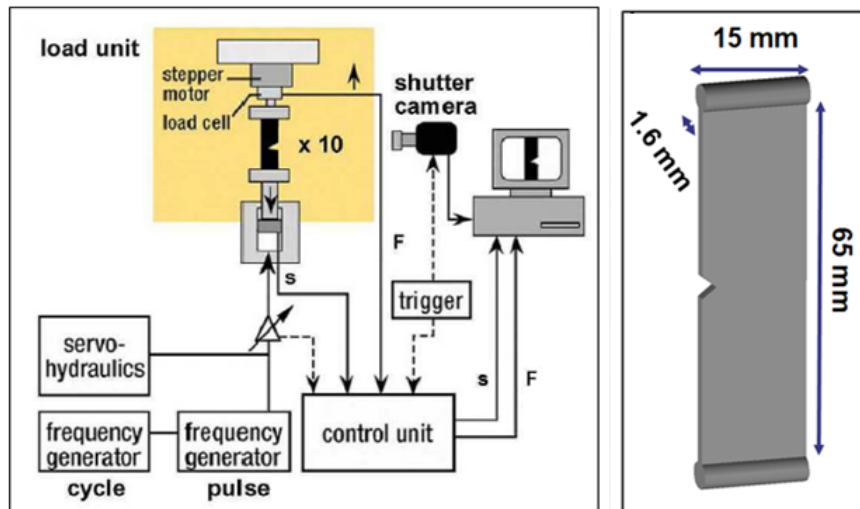


Abbildung 3.4: Schematische Darstellung des Tear-Analysers (links) [67] und Geometrie der SENT-Probekörper (rechts)

Bei jeder Untersuchung wurden zehn SENT Probekörper parallel geprüft. Alle Messungen wurden bei gaußpulsförmiger Belastung in Wegsteuerung mit einer Frequenz von 10 Hz gefahren. Die Messungen wurden unter variabler Umgebungstemperatur (23, 60, und 90 °C für EPDM und NR) und (23, 90 und 120 °C für HNBR) geprüft. Um den Einfluss der Unterlastabhängigkeit zur Risswachstumscharakterisierung zu identifizieren wurden drei Unterlasten 2 N (0,08 MPa), 4 N (0,15 MPa) und 6 N (0,25 MPa) ausgewählt. Der Bereich der verwendeten Deformationsamplituden wurde individuell auf den jeweiligen Werkstoff angepasst und lag zwischen 5% und 40% Dehnungsamplitude, bezogen auf die nominelle Probenausgangslänge. Um eine ausreichende Messstatistik zu gewährleisten, wurden mindestens drei SENT Prüfkörper für jede Dehnungsamplitude geprüft.

Bei jeder Bildaufnahme werden folgende Daten ausgewertet und nach Versuchsende ausgegeben:

- Gefahrene Zyklenanzahl
- Risslänge
- Risstiefe
- Maximalspannung
- Minimalspannung
- Dehnungsamplituden
- Gesamt Energiedichte
- Elastische Energiedichte
- Dissipierte Energiedichte

3.1.3 Dynamische Ermüdungsprüfung

Die Ermüdungsprüfungen wurden an einem servohydraulischen Testsystem der Firma MTS (Abb. 3.5) durchgeführt. Die Messungen wurden für verschiedene Unterlasten und Umgebungstemperaturen durchgeführt. Alle Lastamplituden wurden bei sinusförmige Belastung in Kraftsteuerung bis zum kompletten Bruch gefahren.

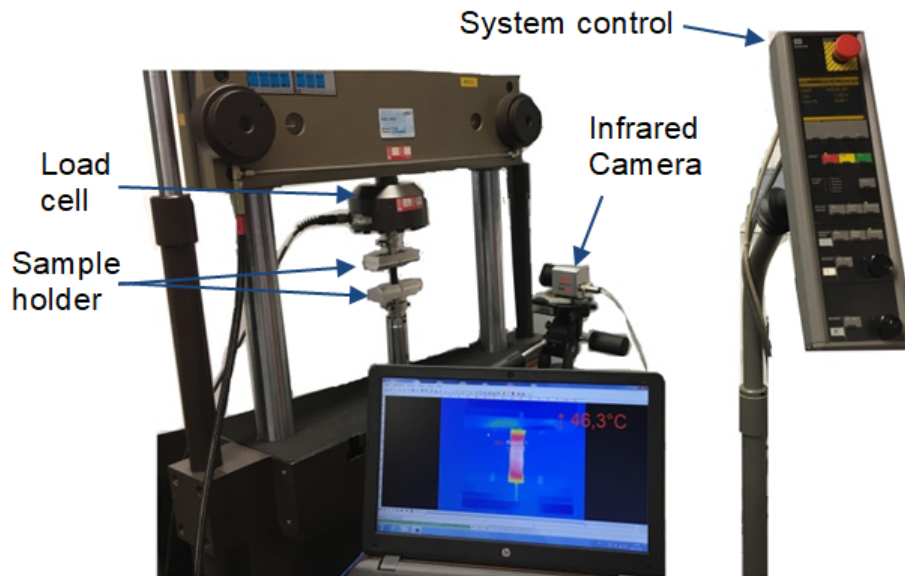


Abbildung 3.5: Servohydraulisches Testsystem von der Firma MTS zur Ermüdungsprüfung mit Infrarot Kamera

Drei Werkstoffe wurden bei unterschiedlichen Lastamplituden mit verschiedenen Umgebungstemperaturen und Unterlasten gemessen. Um die Wöhler-Kurve [68] zu bilden wurden vier dynamischen Amplituden geprüft. Die Messungen wurden bis zum kompletten Bruch gefahren und um die Statistik zu gewährleisten, sind mindestens drei Hantelprüfkörper pro Lastamplituden vorgesehen. Dabei wurde darauf geachtet, dass die Versuche mit drei unterschiedlichen Zug-Unterlasten ($R \geq 0$) von 0 N (0 MPa), 100 N (0,56 MPa) und 200 N (1,13 MPa), als auch Druck-Unterlasten ($R < 0$) von -100 N (-0,56 MPa) und -200 N (-1,13 MPa) eingehalten wurden. Alle Versuche wurden mit einer Frequenz von einem 1 Hz gemessen und bei Raumtemperatur durchgeführt.

Alle drei Werkstoffen wurden ebenfalls unter Temperaturabhängigkeit charakterisiert, für den EPDM und NR Werkstoffen wurde die Umgebungstemperaturen (23, 60 und 90 °C) ausgewählt. Für das HNBR Material sind die Umgebungstemperaturen (23, 70, 120 °C) vorgesehen.

Über die gesamte Versuchsdauer wurden kontinuierlich die auf die Probe einwirkenden Kräfte und die hervorgerufenen Verformungen aufgenommen. So dass folgende Werte in Abhängigkeit der Zyklenanzahl ausgewertet werden können:

- Spannung
- Dehnung
- Dynamische Steifigkeit

- Elastitätsmodul bzw. dynamischer Modul
- Verlustwinkel
- Gesamte Energiedichte
- Elastische Energiedichte
- Dissipierte Energiedichte

Die Lebensdauerexperimente wurden an Standard-Hantelkörpern durchgeführt, deren Gestalt und Verwendungszweck im Folgenden kurz vorgestellt werden sollen (Abb. 3.6). Um das allgemeine Lebensdauerverhalten der Materialien zu charakterisieren, soll der Hantelprüfkörper verwendet werden. Dieser ist so gestaltet, dass sich zwischen den beiden Einspannungen bei einer Belastung in Zugrichtung ein nahezu homogener Deformationszustand im beanspruchten Testvolumen (zylindrischer Bereich) einstellt. Aufgrund des zweimaligen Übergangs mit Radius 5 mm wird hier die nominelle Probenausgangslänge zu 25 mm festgelegt

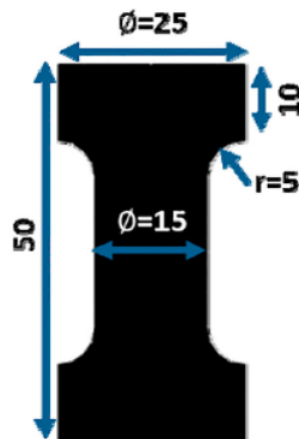


Abbildung 3.6: Schematische Darstellung eines Hantelkörpers zur Ermüdungsprüfung [69]

Während der Ermüdungstests wurde die Oberflächentemperaturentwicklung aufgrund der Eigenerwärmung der Probe bis zum Gleichgewicht mit einer Thermografiekamera Micro-Epsilon thermoIMAGER TIM 640 mit VGA-Auflösung bei einer Bildfrequenz von 32 Hz gemessen. Die Kamera hat einen Temperaturcharakterisierungsbereich von -20 °C bis $+900\text{ °C}$ mit einer thermischen Empfindlichkeit von 75 mK.

3.2 Verwendete Materialien

In dieser Arbeit wurden rußverstärkte Werkstoffe aus drei verschiedenen Polymertypen eingesetzt. Die drei Materialien basieren auf handelsüblichen technischen Polymeren (EPDM (3.2.1), HNBR (3.2.2) und NR (3.2.3)), sind mit dem Rußtyp N347 verstärkt und mit Schwefel vernetzt. Der Mischvorgang erfolgte in einem 1,5 Liter Innenmischer, wobei das Vernetzungssystem auf einer Walze eingebracht wurde.

3.2.1 Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM)

EPDM ist ein Polymer (Abb. 3.7), das aus den Monomeren Ethylen, Propylen sowie einem dritten Monomer mit einer seitenständigen Doppelbindung (Dien) hergestellt wird. In der heutigen Zeit liegen EPDM-Typen an 4. Stelle des Weltkautschukverbrauchs [9]. Das Verhältnis von Ethylen zu Propylen in kommerziellen Qualitäten variiert von 50/50 bis 75/25 mit einer Glas-temperatur T_g von -60°C [9]. EPDM besitzt eine hervorragende Witterungsbeständigkeit und gute Wärmestabilität [70].

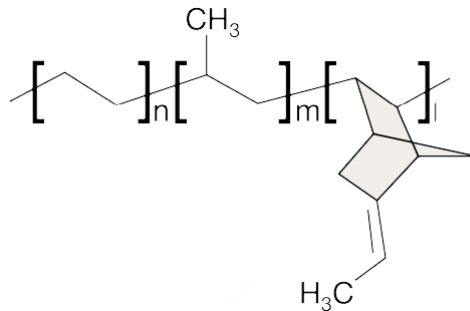


Abbildung 3.7: Strukturformel von EPDM aus den Monomerbestandteilen [70]

Die viskoelastischen Eigenschaften von EPDM werden wesentlich vom Ethylen-Gehalt bestimmt, da Polyethylen eine starke Tendenz zum Kristallisieren hat. EPDM-Typen benötigen zum Erreichen ausreichender mechanischer Eigenschaften verstärkende Füllstoffe (N347). Unpolare Mineralöl-Weichmacher sind mit EPDM gut verträglich. Wegen der guten Wechselwirkung mit dem Polymer werden paraffinische Mineralöle bevorzugt verwendet. Tabelle 3.1 stellt die Rezeptur für das hier verwendete EPDM-Material dar. Anwendungsbereiche sind beispielsweise Dichtungen und Schläuche sowie dynamisch belastete Bauteile.

Tabelle 3.1: Rezeptur für das EPDM-Material

Komponente	phr	Dichte [$\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$]	Einwaage [g]
EPDM (Keltan 4450)	100	0,86	571,7
Sunpar 2280	40	0,92	228,7
Ruß N347	50	1,84	285,9
ZnO	4	5,6	22,9
Stearinsäure	2	0,94	11,4
Schwefel	0,7	2,06	4
TBBS	1	1,3	5,7
TBzTD	3,5	1,19	20

3.2.2 Hydrierter Nitril-Butadien-Kautschuk (HNBR)

HNBR entsteht durch die Hydrierung von Nitrilkautschuk, wodurch sich die ungesättigten Bindungen größtenteils eliminieren lassen und somit die Alterungs- und Hitzebeständigkeit stark verbes-

sert wird [71]. Die Polymerkette ist aus Butylen-, Isobutylen- und Acrylnitril-Einheiten aufgebaut (Abb. 3.8).

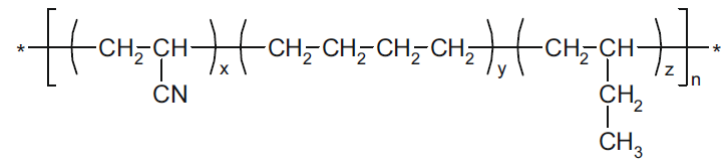


Abbildung 3.8: Struktur von hydriertem Nitrilkautschuk (HNBR) [70]

Als amorpher Kautschuk benötigt HNBR zur Erzielung optimaler Eigenschaften verstärkende Füllstoffe. Für diese Mischung wurde ein Rußtyp N347 (mittlere Aktivität) verwendet, damit man gute mechanische Eigenschaften erhält. Als Weichmacher wird Stearinsäure und Schwefel als Vernetzungssystem gewählt. Um einen praxisnahen Werkstoff herzustellen, wurden auch Alterungsschutzmittel und Beschleuniger eingesetzt. Tabelle 3.2 stellt die Rezeptur für das hier verwendete HNBR-Material dar. HNBR verwendet man vor allem, wenn Hitze-, Öl-, Chemikalien- und Witterungsbeständigkeit in Verbindung mit einem hohen Niveau der mechanischen Eigenschaften (Festigkeit, Abrieb) gefordert sind. Typische Anwendungen sind, Dichtungen, Keilriemen und Schläuche im Kfz-Bereich sowie Produkte für die Erdölförderung, Elektroindustrie und den Maschinenbau [70].

Tabelle 3.2: Rezeptur für das HNBR Material

Komponente	phr	Dichte [$\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$]	Einwaage [g]
HNBR (Therban 3467)	100	0,95	792
MESAMÖL 2	10	0,92	396
Ruß N347	50	1,84	79,2
6PPD	1	1,07	7,9
TMQ	1	1,07	7,9
ZnO	3	5,6	23,8
Stearinsäure	1	0,94	7,9
Schwefel	1	2,06	7,9
TBBS	3,5	1,3	27,7
TBzTD	1	1,19	7,9

3.2.3 Naturkautschuk (NR)

Naturkautschuk (NR) ist pflanzlichen Ursprungs. Er wird durch enzymatische Prozesse in vielen Pflanzen erzeugt, die hauptsächlich zu Familien von Euphorbiacea, Composita, Moracea und Apocynacea gehören. Er wird hauptsächlich aus dem Baum *Hevea Brasiliensis* gewonnen [70, 72], der zur Familie der Euphorbiacea gehört. Er wird auf Plantagen in warmem (durchschnittliche Monatstemperatur 25 - 28 °C) und feuchtem (Luftfeuchtigkeit ca. 80%) Klima Südostasiens (Malaysia, Indien, China, Sri Lanka, Vietnam, Kambodscha) Westafrikas (Nigeria) und im Norden Südamerikas (Brasilien, Guatemala) angebaut. Die jährliche Kautschukproduktion schwankt der-

zeit zwischen 3000 und 3500 kg pro ha und hängt vom Wetter, der Bodenqualität, den verwendeten Stimulationsmitteln, dem Alter und anderen äußeren Faktoren ab [72].

Vor der Koagulation wird der Latex mit Konservierungsmitteln (z. B. Ammoniak, Formaldehyd, Natriumsulfit) stabilisiert. Hydroxylamin kann zugegeben werden, um technisch spezifizierte, konstante Viskositätsgrade von NR zu erzeugen. Die Glasübergangstemperatur liegt etwa bei -70 °C . Die Polymerstruktur ist nahezu vollständig cis-1,4-polyisopren [73], mit Ausnahme der Kettenenden [9].

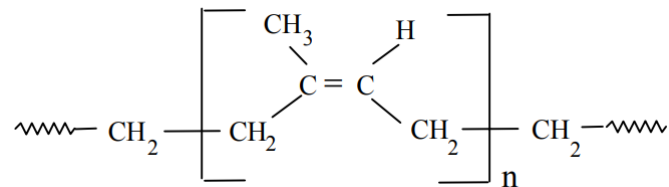


Abbildung 3.9: Chemischer Aufbau des Naturkautschuks [74]

Das aus frischem Latex gewonnene und nach der Koagulation sofort ausgetrocknete NR enthält ebenfalls einen geringen Anteil Gel. Gel-Kautschuk hat im Vergleich zu Sol-Kautschuk einen höheren Gehalt an Stickstoff und Mineralien, was zu der Annahme führt, dass Kautschukketten stärker verzweigt sind und über Wasserstoffbrücken mit Proteinen verbunden sind [75]. Diese Annahme wird auch durch die Entdeckung bestätigt, dass der Gehalt an Gel-Kautschuk in deproteinisiertem Kautschuk viel geringer ist. Die durchschnittliche Menge an Seitenverzweigungen pro Kautschukmakromolekül variiert zwischen 1 und 6 und liegt bei Makromolekülen mit höherem Molekulargewicht noch höher. Während der Lagerung von Naturkautschuk steigt die Viskosität allmählich an, was sich äußerlich durch eine Aushärtung zeigt. Der Grund für dieses Phänomen ist nicht gut verstanden, aber es wird vermutet, dass Vernetzungsreaktionen von Nicht-Kautschukgruppen, die in ihren Makromolekülen vorliegen, dafür verantwortlich sind [76]. Tabelle 3.3 stellt die Rezeptur für die NR-Mischung dar.

Tabelle 3.3: Rezeptur für das NR-Material

Komponente	phr	Dichte $[\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}]$	Einwaage [g]
NR (TSR CV 60)	100	0,92	753,9
Ruß N347	50	1,84	377
Antilux 500	2	0,9	15,1
IPPD	2	1,07	15,1
TMQ	1	1,07	7,5
ZnO	5	5,6	37,7
Stearinsäure	2	0,94	15,1
Schwefel	1,5	2,06	11,3
CBS	2	1,3	15,1
TMTD	0,2	1,19	1,5

3.3 Mischungsherstellung

Die Kautschukmischung wurde in zwei aufeinanderfolgenden Mischprozessen hergestellt.

- Im Innenmischer (Grundmischung)
- An der Walze (Fertigmischung)

Für die Grundmischung wurde ein Innenmischer GK1,5E der Firma Werner & Pfleiderer eingesetzt, der aus ineinandergreifenden Knetelementen in einer geschlossenen Kammer besteht (Abb. 3.10).

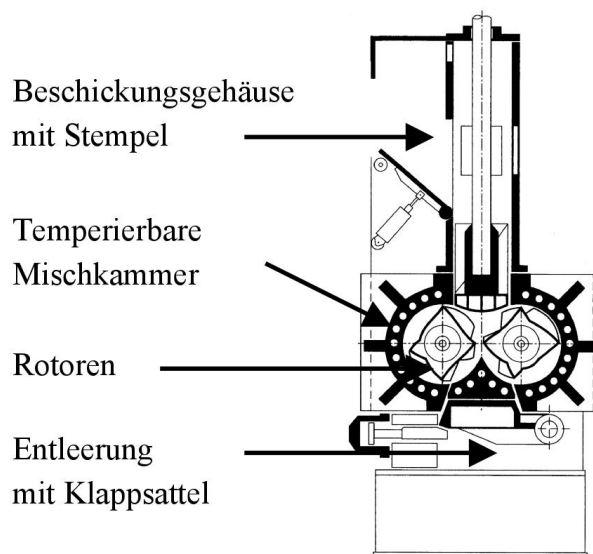


Abbildung 3.10: Prinzipskizze eines Innenmischers [70]

Im Innenmischer wurden, außer das Vernetzungssystem, alle Komponenten der Rezeptur nach einer vorgegebenen Anleitung (Tabelle 3.4, 3.5 und 3.6) eingemischt. Um die Fertigmischung herzustellen wurde anschließend das Vernetzungssystem auf einem Laborwalzwerk Typ Berstorff 150*350 RR der Firma Berstorff hinzugefügt und erarbeitet.

Während des Mischprozesses wurden die Temperaturentwicklung, das Drehmoment und der Energieeintrag überwacht, um anhand dieser Daten sicherzustellen, dass sich ein ausreichendes Dispersionsniveau eingestellt hat. So ergaben sich für die drei in den Tabellen 3.4, 3.5 und 3.6 aufgeführten Materialien, Mischzeiten:

3.4 Vulkanisation

Als Vulkanisation von Kautschukmischungen bezeichnet man die Vernetzungsreaktion, bei der die Makromoleküle des Kautschuks über Vernetzungsbrücken miteinander verbunden werden. Als Vernetzungs- oder Verbundbrücken werden meistens Schwefel, Schwefelspender oder Peroxide eingesetzt, die als Vulkanisationsmittel bezeichnet werden [77].

Tabelle 3.4: Mischprozess für den EPDM Werkstoff

EPDM	Bezeichnung
1,5 L	Innenmischer – Mischvolumen
5 min: Hinzugabe und Mischen des Polymers (0,5 min) Hinzugabe und Mischen von 2/3 des Rußes + ZnO und Stearinsäure (1 min) Mischen von 1/3 des Rußes + Öl (3,5 min)	Mischzeit
5 min: Einarbeitung des Vernetzungssystems auf der Walze	Walze
10 min	Gesamtmischzeit

Tabelle 3.5: Mischprozess für den HNBR Werkstoff

HNBR	Bezeichnung
1,5 L	Innenmischer – Mischvolumen
2,5 min: Hinzugabe und Mischen des Polymers (0,5 min) Hinzugabe und Mischen von 2/3 des Rußes + ZnO + Stearinsäure + 6PPD und TMQ (1 min) Mischen von 1/3 des Rußes + Öl (1 min)	Mischzeit
4 min: Einarbeitung des Vernetzungssystems auf der Walze	Walze
6,5 min	Gesamtmischzeit

Tabelle 3.6: Mischprozess für den NR Werkstoff

NR	Bezeichnung
1,5 L	Innenmischer – Mischvolumen
5,5 min: Hinzugabe und Mischen des Polymers (0,5 min) Hinzugabe und Mischen von ZnO + Stearinsäure + Antilux + TMQ + IPPD (2 min) Hinzugabe und Mischen des Rußes (3 min)	Mischzeit
3 min: Hinzugabe und Mischen des Vernetzungssystemes auf der Walze	Walze
8,5 min	Gesamtmischzeit

Damit die Vernetzungsreaktion stattfindet und die Kautschukmischung in den elastischen Zustand übergeht, muss mit hohen Temperaturen (ca. 150 – 200 °C) und hohem Druck gearbeitet werden. Die Anzahl der sich im Verlauf der Vernetzungsreaktion bildenden Vernetzungsstellen (Vulkanisationsgrad) sind von der Menge der eingesetzten Vernetzungsmittel und ihrer Aktivität sowie der Reaktionszeit abhängig (Abb. 3.11). Durch die entstandenen Vernetzungsstellen werden die Eigenschaften des Vulkanisats, wie z.B. Härte, Zug- und Reißfestigkeit in starkem Maße verändert [77].

Zum Herstellen von elastomeren Formteilen werden unterschiedliche Verarbeitungsprozesse wie z.B. Pressen und Spritzgießen eingesetzt [77]. Dabei erfolgt die Formgebung der Kautschukmasse durch das Werkzeug zeitgleich mit der Vernetzung. Denn schon ab einem Vernetzungsgrad von 10% sind die Rückstellkräfte derart hoch, dass man die Kautschukmasse nicht mehr verformen kann [72].

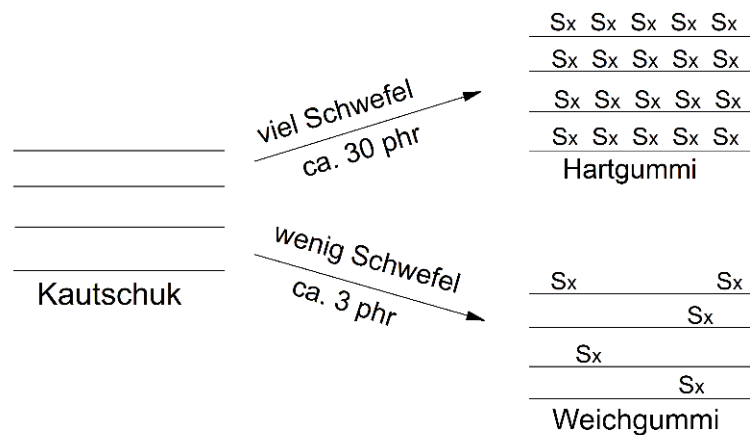


Abbildung 3.11: Unvernetzter und vernetzter Kautschuk [77]

In dieser Arbeit wurden die drei Werkstoffe bei einer Temperatur von 160 °C vulkanisiert. Die Vulkanisationszeit beträgt für jeden Werkstoff t_{90} aus der Vulkameterkurve plus eine Minute je 1 mm Probendicke. Es wurden Hantelkörper-, SENT- und CT Zylinderproben für die experimentellen Prüfungen im Compression-Molding präpariert.

3.5 Materialcharakterisierung zur FEM-Simulation

Dichte

Die Dichtebestimmung erfolgte bei Raumtemperatur nach dem Eintauchverfahren (DIN EN ISO 1183-1). Dazu wurde eine hydrostatische Waage der Firma Sartorius eingesetzt. Es wurde mit Hilfe eines Pyknometers die Dichte und Masse einer Flüssigkeit (Propanol) bestimmt. Dann wurde die zu untersuchende Probe einmal an der Luft und anschließend in das Propanol getaucht gewogen. Mit Gleichung (3.4) kann die Dichte der Probe wie folgt berechnet werden:

$$\rho_s = \frac{m_{sl} \cdot \rho_f}{m_{sl} - m_{sf}} \quad (3.4)$$

mit ρ_s : Dichte der Probe, ρ_f : Dichte der Flüssigkeit, m_{sl} : Masse der Probe in Luft und m_{sf} : Masse der Probe in der Flüssigkeit

Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität c_p wurde durch DSC (dynamische Differenzkalorimetrie) der Firma TA Instruments gemessen. In Abbildung 3.12 ist die schematische Darstellung des Messprinzips gezeigt. Dabei befinden sich die Probe und eine Referenzprobe in wärmeleitenden Aluminiumtiegeln, die wiederum in einem temperaturgesteuerten beheizten Ofen-Raum auf einer Messscheibe mit einem darunter befindlichen Temperaturfühler liegen. Wird der Ofen einer Temperaturänderung unterworfen, kommt es zu einem Wärmefluss durch die Messscheibe zu den Proben und wird dort mittels der Temperaturfühler abgenommen. Findet während der Messung eine endo- bzw. exotherme Reaktion in der Probe statt, entsteht eine Wärmestromdifferenz, welche proportional zur Temperaturdifferenz ist. Mit einer entsprechenden Software wird diese Wärmestromdifferenz aufgezeichnet und ausgewertet.

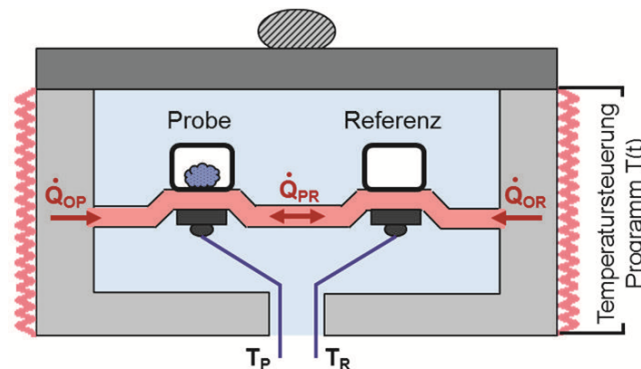


Abbildung 3.12: Schematische Darstellung des Messprinzips einer dynamischen Differenzkalorimetrie [78].

Wärmeleitfähigkeit

Die Wärmeleitfähigkeit wurde indirekt über die Temperaturleitfähigkeit bestimmt. Hierbei wurde die Temperaturleitfähigkeit mit der Hilfe einer Vulkanisierpresse in Verbindung mit einem Thermofühler gemessen. Dazu wurden zwei gleich dicke (6mm), mittig mit einem Thermofühler ausgestattete, Probplatten in eine auf $\theta_{max}=100$ °C beheizte Vulkanisierpresse eingeschlossen (Abbildung 3.13). Dabei wurde die Temperaturerhöhung in Abhängigkeit der Zeit erfasst.

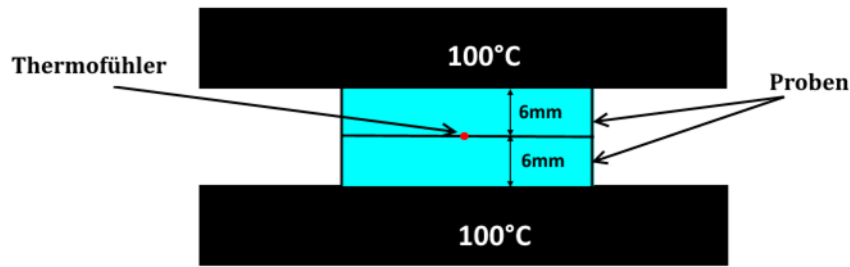


Abbildung 3.13: Schimatische Darstellung der Temperaturleitfähigkeit-Messung

Die Temperaturänderung mit der Zeit kann mit der Gleichung (3.5) berechnet werden

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \kappa \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \quad (3.5)$$

Die Lösung dieser Differentialgleichung unter der vorgegebenen Randbedingungen ergibt sich zu:

$$\theta(t) - \theta_{max} = -(\theta_{max} - \theta_0) e^{-\left(\frac{\pi}{2a}\right)^2 \kappa t} \quad (3.6)$$

Hierbei wurde die Temperaturleitfähigkeit κ aus dem Bereich des linearen Anstiegs bestimmt. Die Wärmeleitfähigkeit λ wurde dann mit Gleichung (3.7) berechnet.

$$\lambda = \kappa \cdot c_p \cdot \rho \quad (3.7)$$

Mit ρ und c_p sind jeweils die Dichte und die spezifische Wärmekapazität gekennzeichnet.

In Tabelle 3.7 sind die Ergebnisse der Materialcharakterisierung von EPDM und NR zusammengefasst.

Tabelle 3.7: Materialeigenschaften der EPDM und NR Werkstoffe.

Material	κ [m^2/s]	c_p [J/gK] bei 60 °C	ρ [g/cm^3]	λ [W/mK]
EPDM	$1,37 \cdot 10^{-7}$	1,651	1,027	0,232
NR	$1,46 \cdot 10^{-7}$	1,493	1,112	0,242

Hier wird darauf hingewiesen, dass die vier bestimmten Materialparameter temperaturabhängig sind, in der Simulation nicht berücksichtigt.

4 Experimentelle Ergebnisse

4.1 Partikelgrößenverteilung mittels Computertomographischer Untersuchung

Mittels Computer Tomographie (CT) wurde die Partikelgrößenverteilung für die drei untersuchten Werkstoffe (EPDM, HNBR und NR) gemessen. Das ausgewertete Messvolumen beträgt ca. 20.000 mm³ und die Voxelgröße 21 μm^3 .

Die relative Häufigkeit in Abhängigkeit der Partikeldurchmesser wurde für die drei Werkstoffe ermittelt. Für den EPDM Werkstoff wurden Partikelgrößen zwischen 80 und 570 μm gefunden (Abb. 4.1). Das EPDM Material enthält mehrere Partikel, die sehr kritisch in der Lebensdauerprüfungen sein können.

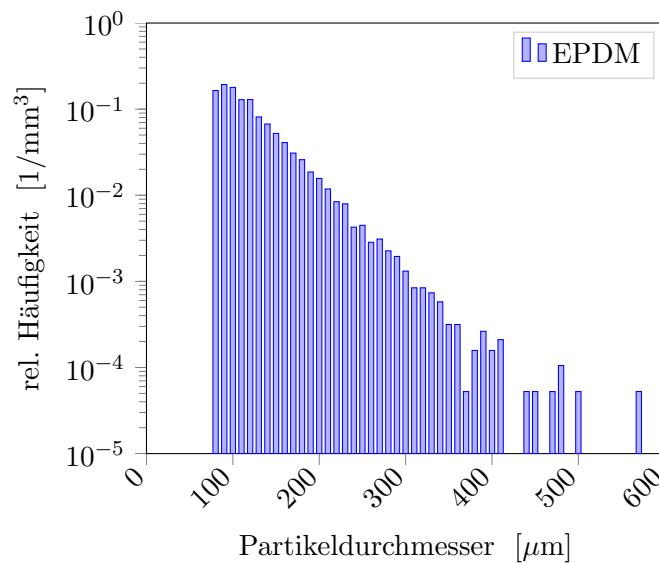


Abbildung 4.1: Relative Partikelhäufigkeit pro Volumen in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers für das EPDM Material

Die Partikelgrößenverteilung für den NR Werkstoff ist in Abbildung 4.2 dargestellt. Für das NR Material wurden Fehlstellen in der Größe von 60 bis 320 μm gefunden, so dass sich eine bessere Dispersionsgüte im Vergleich zum EPDM Werkstoff zeigt.

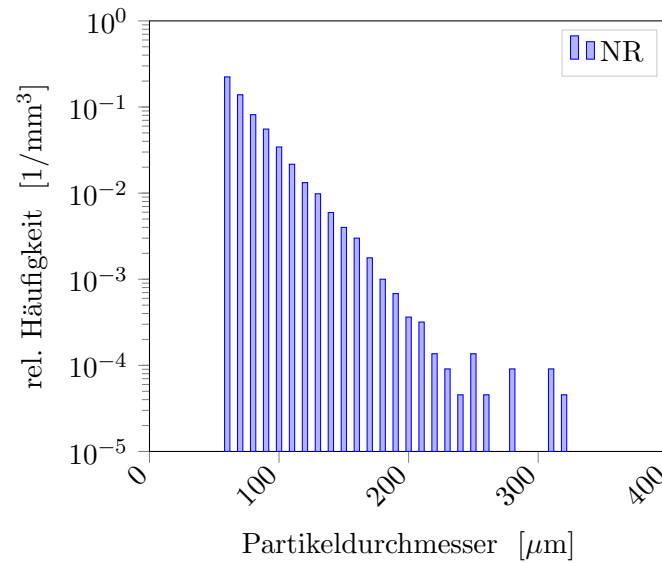


Abbildung 4.2: Relative Partikelhäufigkeit pro Volumen in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers für das NR Material

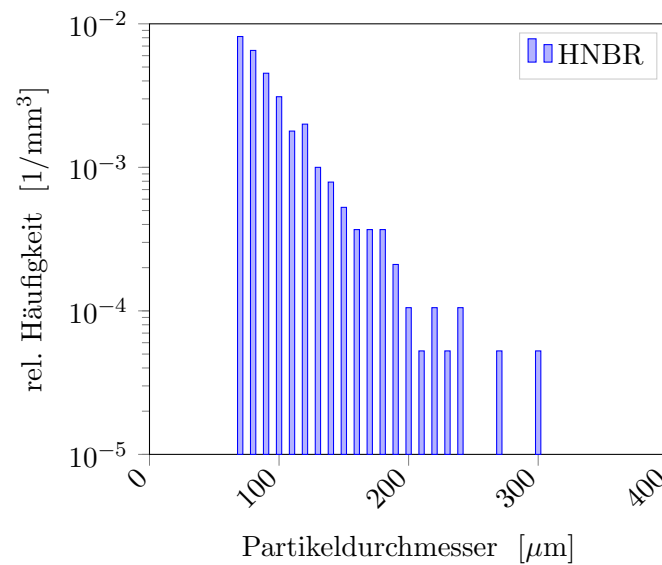


Abbildung 4.3: Relative Partikelhäufigkeit pro Volumen in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers für das HNBR Material

Der HNBR Werkstoff zeigt eine ähnliche Dispersionsgüte im Vergleich zu NR. Die Partikelgrößen für die HNBR Mischung liegen im Bereich von 70 bis 300 μm (Abb. 4.3).

4.2 Risswachstumscharakterisierung

Zur Ermittlung der dynamischen Risswachstumsrate wurde für jede SENT-Probe die Risslänge in Abhängigkeit der Zyklenanzahl aufgetragen. Die Rissausbreitung beginnt typischerweise mit einer

stabilen Risswachstumsrate für die ersten 2 bis 3 mm. Dieser anfänglichen stabilen Rissausbreitung folgt ein instabiler Rissausbreitungsbereich und ein anschließendes katastrophales Risswachstum bis zum Bruch der Proben (Abb. 4.4).

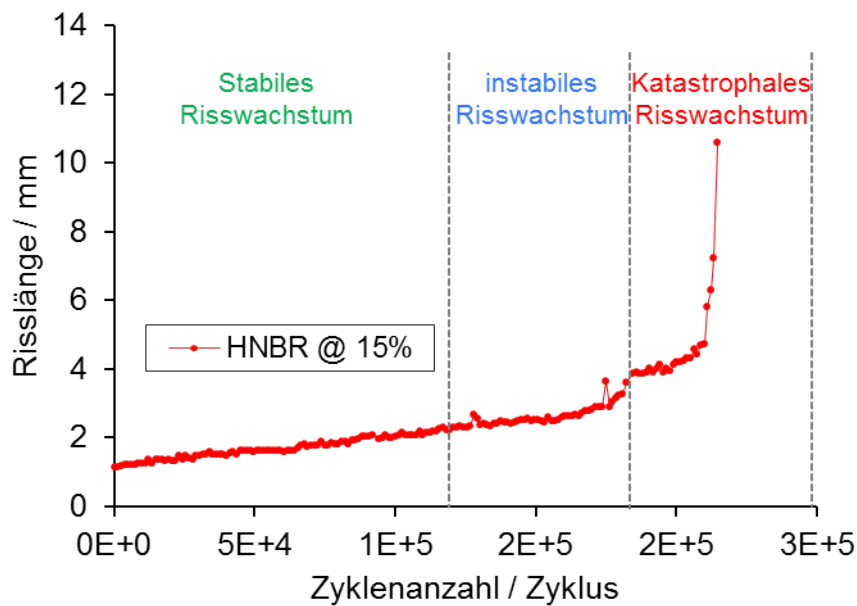


Abbildung 4.4: Typische Risslänge in Abhängigkeit der Zyklusanzahl für das HNBR Material, bei Frequenz 10 Hz, 15 % Amplitude und 2 N (0,08 MPa) statischer Vorlast.

Abbildung 4.5 zeigt eine schematische Darstellung der Risswachstumsausbreitung von den SENT-Proben bei verschiedenen Dehnungsamplituden für stabiles bzw. instabiles Risswachstum.

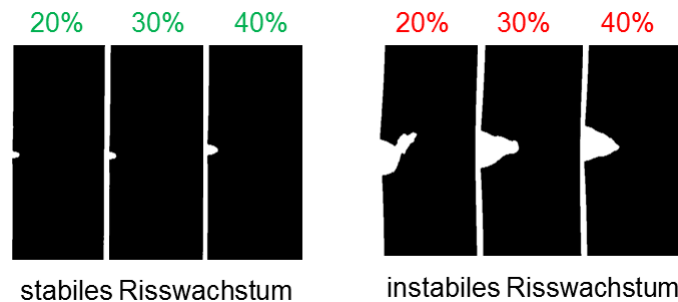


Abbildung 4.5: Typische Rissausbreitung von SENT Prüfkörpern bei drei verschiedenen Dehnungsamplituden und einer Frequenz von 10 Hz für das HNBR Material.

Nur der anfängliche stabile Rissausbreitungsbereich wurde zur Bewertung der dynamischen Risswachstumseigenschaften verwendet. Abbildung 4.6 zeigt eine lineare Anpassung im Bereich des stabilen Risswachstums. Aus den resultierenden Steigungen wurden für einen Satz von Proben, die unter den gleichen Bedingungen getestet werden, das arithmetische Mittel berechnet. Das gleiche Verfahren wurde angewendet, um die Mittelwerte der Spannungs- bzw. Energiedaten zu berechnen.

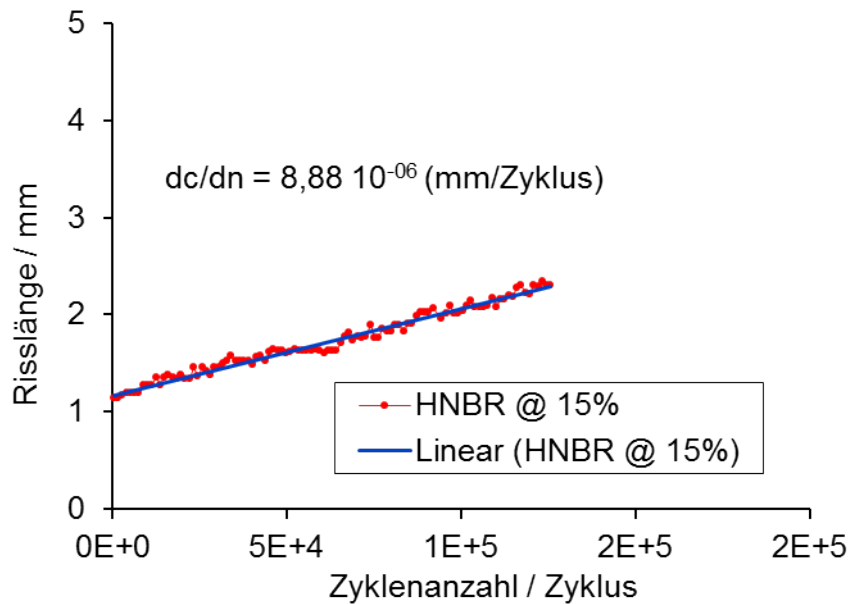


Abbildung 4.6: Abschätzung der stabilen Risswachstumsrate für das HNBR Material, bei Frequenz 10 Hz, 15 % Amplitude und 2 N (0,08 MPa) statischer Unterlast.

4.2.1 Einfluss der Zug-Unterlastabhängigkeit auf das Risswachstumsverhalten

In diesem Abschnitt werden die untersuchten Materialien bei drei unterschiedlichen Vorspannungen charakterisiert. Es wurden jede Verformungsamplitude drei bis vier SENT-Probenkörper untersucht. Die Messpunkte in den Abbildungen stellen die Mittelwerte der Reißenergie bzw. Risswachstumsrate für jede Dehnungsamplitude dar.

Abbildung 4.7 zeigt, dass eine Verdreifachung der Vorspannung die Risswachstumsrate um eine Größenordnung verringert. Der Materialparameter β aus den Risswachstumskurven ist nahezu identisch bei allen drei Vorspannungen.

Das HNBR Material hingegen zeigt, dass eine Verdreifachung der Vorspannung das Risswachstum bei ca. $T=1,58$ N/mm um eine halbe Größenordnung verringert, es jedoch bei geringeren Werten von T zu einer Überschneidung der Kurven kommt (Abb. 4.8). Es ist deutlich zu erkennen, dass sich die Risswachstumsrate bei höheren Dehnungsamplituden und steigender Vorlast verringert, sich bei niedrigen Dehnungsamplituden bei steigender Vorlast jedoch zunimmt.

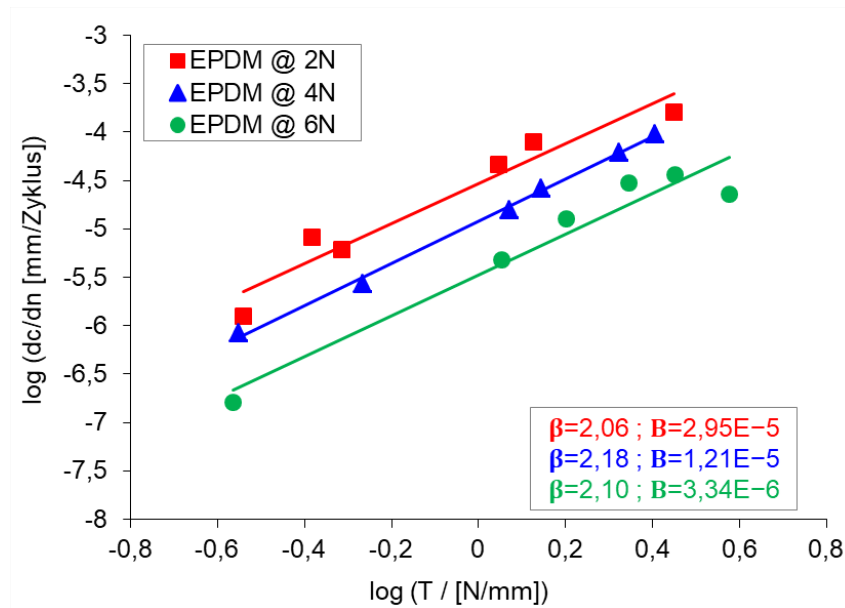


Abbildung 4.7: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie bei 2 N (0,08 MPa), 4 N (0,16 MPa) und 6 N (0,25 MPa) Vorspannkraft für den EPDM Werkstoff.

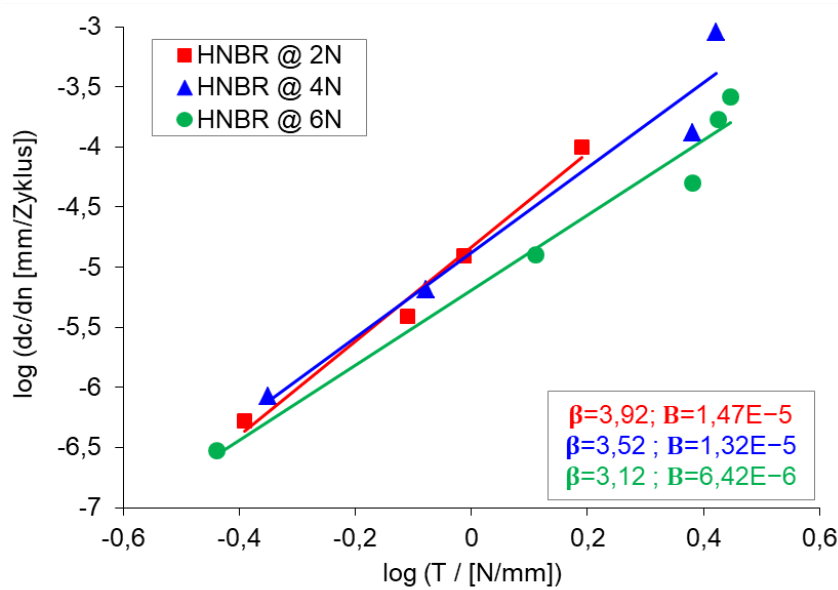


Abbildung 4.8: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie bei 2 N (0,08 MPa), 4 N (0,16 MPa) und 6 N (0,25 MPa) Vorspannkraft für den HNBR Werkstoff.

Das NR Material zeigt bei Verdreifachung der Vorspannkraft eine Verringerung des Risswachstums um eine Größenordnung (Abb. 4.9). Die Kennlinien bei 2 N und 6 N verlaufen annähernd parallel, allerdings überschneiden sich die Kennlinien von 4 N und 6 N bei niedrigen Dehnungamplituden. Die Rissbildung ist hier derart, dass sich die Ausbreitung bei Vorspannungen von 4 N bzw. 6 N nach ca. 2-5 mm in zwei Richtungen aufteilt (Abb. 4.10).

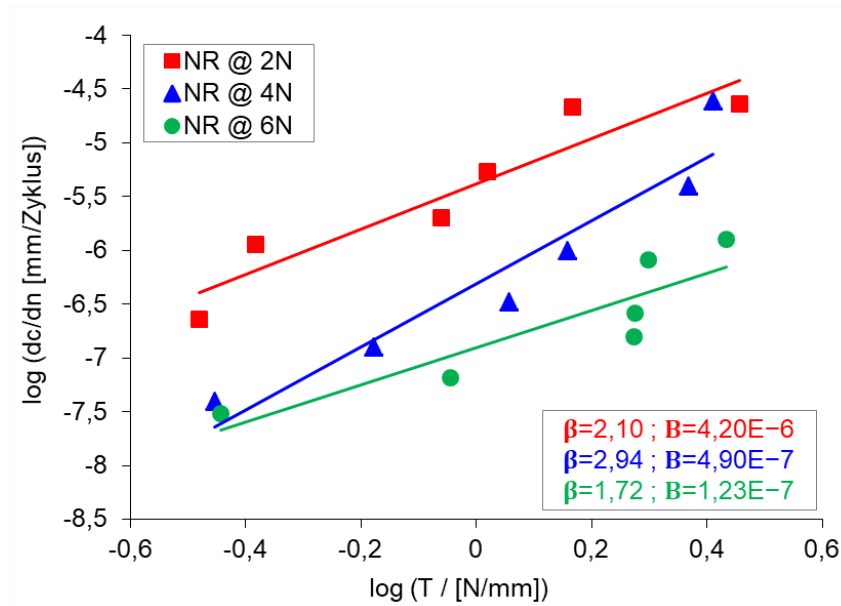


Abbildung 4.9: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie bei 2 N (0,08 MPa), 4 N (0,16 MPa) und 6 N (0,25 MPa) Vorspannkraft für den NR Werkstoff.



Abbildung 4.10: Rissausbreitungsbild von einem Streifenprüfkörper bei höheren Vorspannungen für den NR Werkstoff

4.2.2 Einfluss der Temperatur-Variation auf das Risswachstumsverhalten

In diesem Abschnitt werden die Werkstoffe bei drei unterschiedlichen Umgebungstemperaturen charakterisiert. Es wurden bei jeder Dehnungsamplitude drei bis fünf Streifenkörper untersucht. Das Risswachstum in Abhängigkeit der Reißenergie wird für drei Umgebungstemperaturen dargestellt.

Das NR Material zeigt bei 23 °C Messwerte auf einer Linie Geraden, aber bei erhöhten Temperaturen bilden sie eine parabelförmige Kurve. Es ist zu erkennen, dass die Temperaturanstieg zu einer Beschleunigung des Risswachstumsrate führt. Die Risswachstumserhöhung beträgt bei niedrigen Dehnungsamplituden ca. eine Dekade, bei höheren Amplituden allerdings nur eine viertel Dekade (Abb. 4.11).

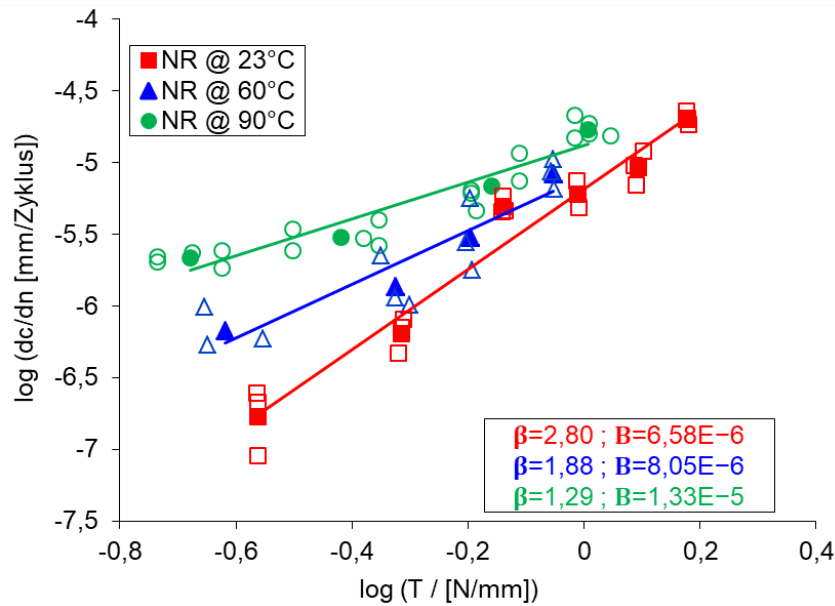


Abbildung 4.11: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das NR Material bei drei verschiedenen Umgebungstemperaturen.

Abbildung 4.12 und 4.13 zeigen, dass für HNBR und EPDM eine Erhöhung der Temperatur die Risswachstumsrate um eine Größenordnung verringert. Die Risswachstumslinien für zwei verschiedenen Umgebungstemperaturen verlaufen annähernd parallel für beide Werkstoffe (für HNBR bei 23 °C und 120 °C, für EPDM bei 23 °C und 60 °C).

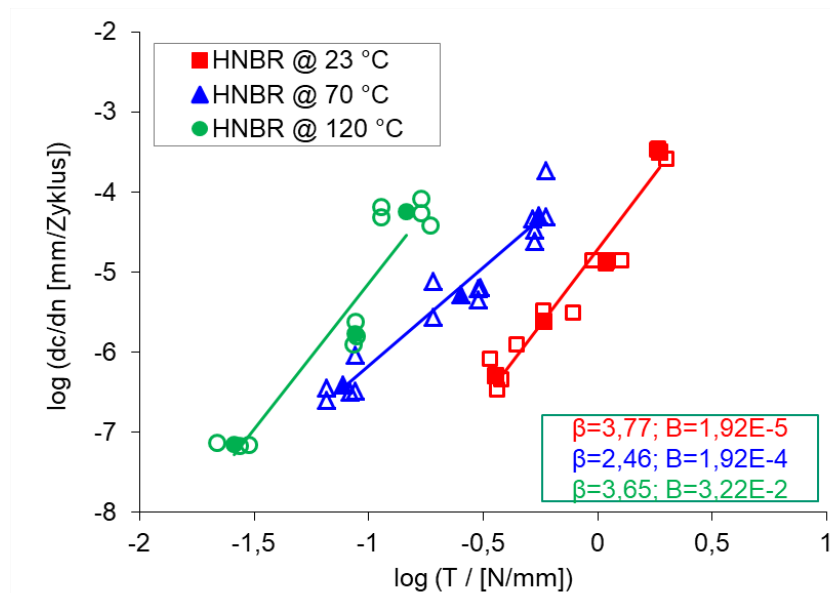


Abbildung 4.12: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das HNBR Material bei drei verschiedenen Umgebungstemperaturen.

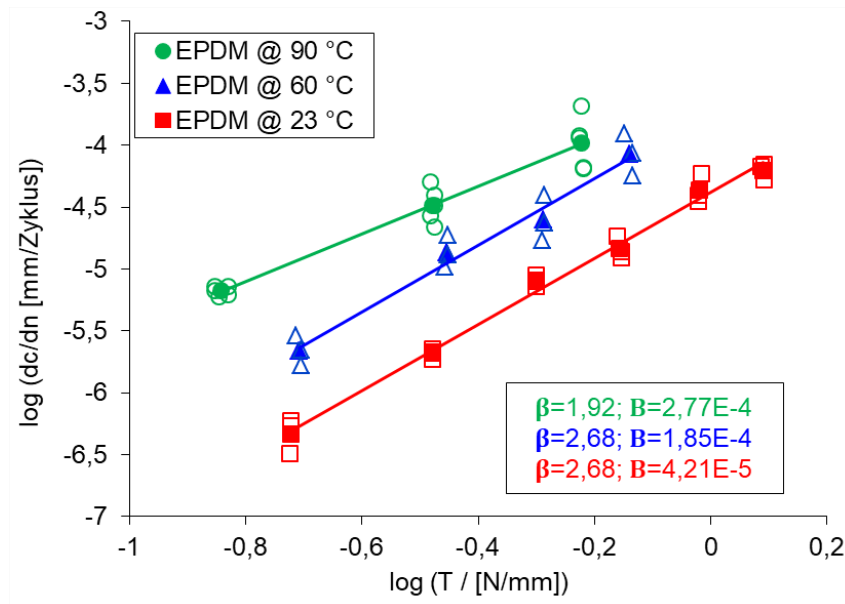


Abbildung 4.13: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das EPDM Material bei drei verschiedenen Umgebungstemperaturen.

4.2.3 Viskoelastische Reaktion während der Rissausbreitung

Die dynamischen Module wurden mit einem dynamisch-mechanisch Analyser (DMA) der Firma "Rheometric Scientific" gemessen. Die Messungen an einer 2 mm dicken Streifenprobe wurden im Torsionsmodus bei Temperaturen θ zwischen -50 und 100 °C und Frequenzen zwischen 0,1 und 100 rad/s durchgeführt. Die Messung wurde im linearen Bereich bei 0,5 % Dehnungsamplitude durchgeführt.

Viskoelastische Masterkurven (Zeit-Temperatur Verschiebung-Prinzip) [79] wurden erstellt, indem die frequenzabhängigen dynamisch-mechanischen Daten verschiedener Temperaturen (Abb. 4.14) gegeneinander verschoben wurden. Hierbei wurde die gemessene Frequenz ω durch die horizontal verschobene Frequenz $a_\theta\omega$ ersetzt. Wenn das Zeit-Temperatur Superposition-Prinzip gültig ist, liefern die horizontalen Verschiebungsfaktoren a_θ eine Masterkurve der verschiedenen Frequenzzweige [80] (Abb. 4.15). Im Temperaturbereich zwischen θ_g und θ_g+100 °C passen sie gut zur WLF-Gleichung:

$$\log(a_\theta) = -\frac{C_1(\theta - \theta_{ref})}{C_2 + (\theta - \theta_{ref})} \quad (4.1)$$

wobei C_1 und C_2 Konstanten sind und θ_{ref} die Referenztemperatur ist. bei der Verschiebungsfaktor 1 ist. Es wurde die frei wählbare Referenztemperatur $T_{ref} = 25$ °C verwendet und die Konstanten C_1 und C_2 bestimmt, für die die einzelnen Zweige bei verschiedenen Temperaturen am besten zur Bildung der Masterkurven passen.

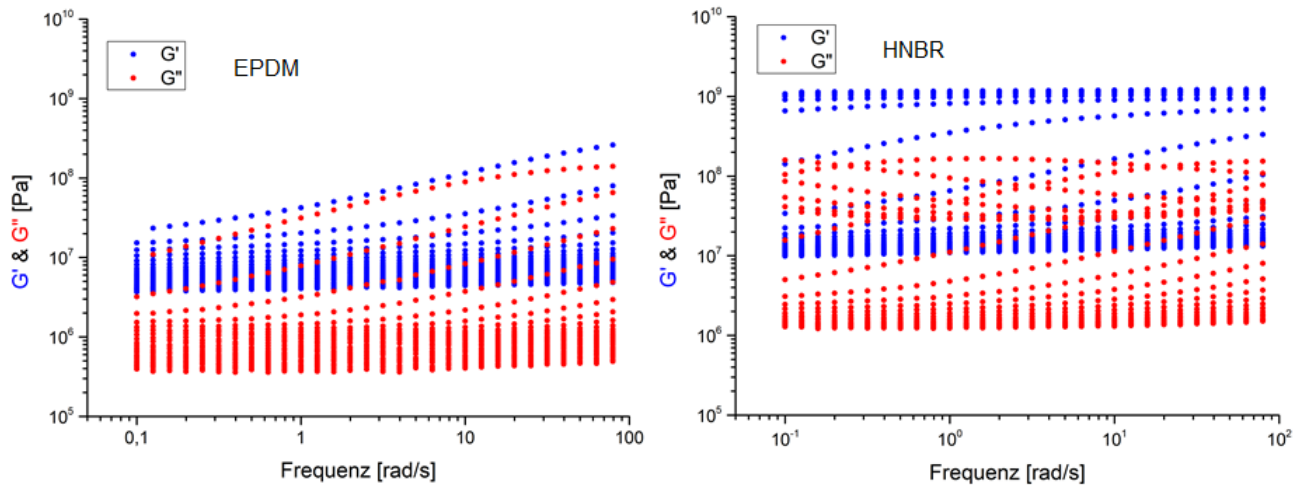


Abbildung 4.14: Speicher bzw. Verlust Modul in Abhängigkeit der Frequenz von dem EPDM und HNBR Werkstoff.

Es wurde $C_1 = 2,62$ und $C_2 = 106,5$ für den EPDM Werkstoff und $C_1 = 3,58$ und $C_2 = 76,30$ für den HNBR Werkstoff gefunden. Unter Verwendung von Gleichung 4.1 wurde die Temperaturabhängigkeit der horizontalen Verschiebungsfaktoren a_θ berechnet und in Abbildung 4.16 gezeigt.

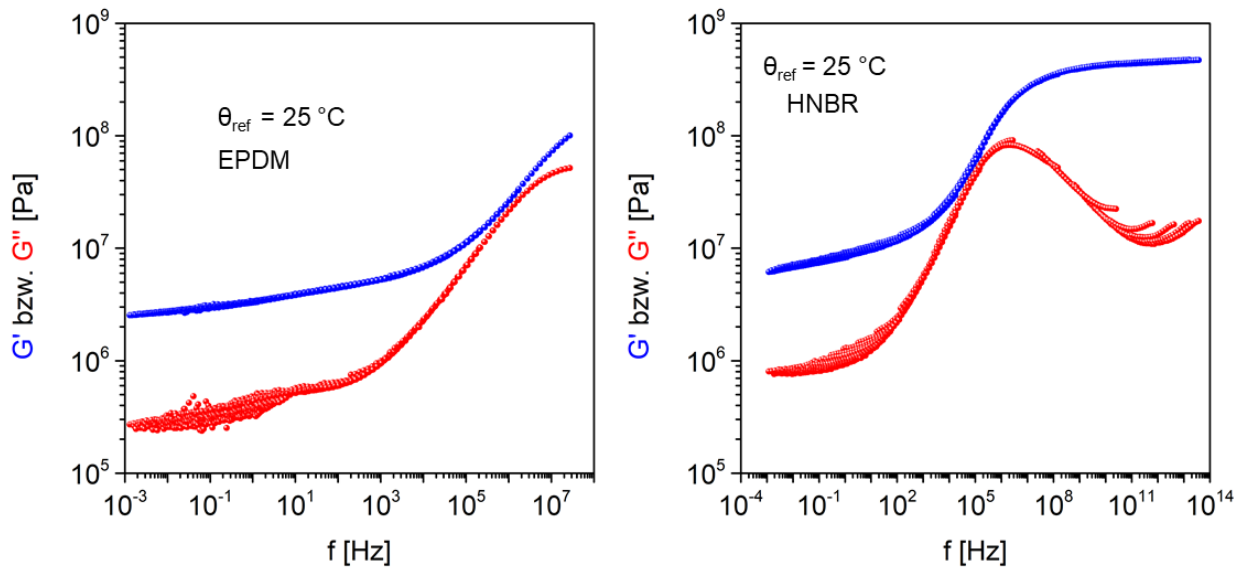


Abbildung 4.15: Speicher bzw. Verlust Modul in Abhängigkeit der Frequenz von dem EPDM und HNBR Werkstoff.

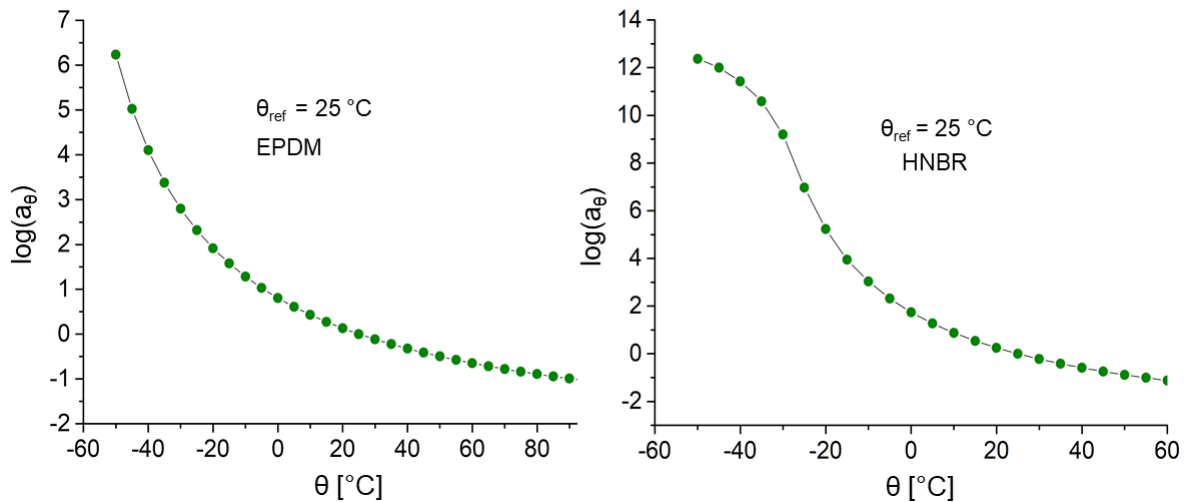


Abbildung 4.16: Horizontale Verschiebungsfaktoren in Abhängigkeit der Temperatur für den EPDM und HNBR Werkstoff.

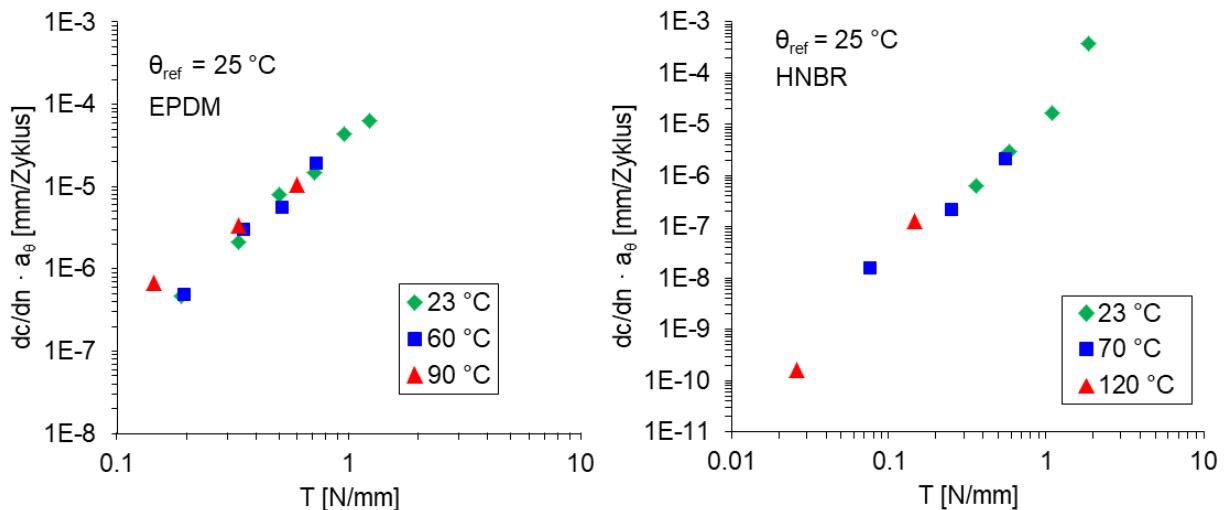


Abbildung 4.17: Masterkurve des Risswachstums für den EPDM und HNBR Werkstoff.

Die Multiplikation zwischen der Risswachstumsrate und des Verschiebungsfaktors dargestellt in Abhängigkeit der Reißenergie zeigt, dass alle Messwerte fast auf einer bündigen Linie liegen (Abb. 4.17). Generell stellt dieses Verfahren der Risswachstum-Masterkurven eine physikalisch motivierte und effiziente Charakterisierung des dynamischen Risswachstumsverhaltens einschließlich des Temperatur-Einflusses in Aussicht. Dieses Verhalten wurde bereits von Wunde et al. [80] ähnliches Ergebnis für den SBR Werkstoff gefunden.

4.2.4 Einfluss des Wärmeaufbaus auf das Risswachstumsverhalten

Die Quantifizierung des tatsächlichen Wärmeaufbaus wurde per Thermografie an gesonderten SENT-Prüfkörper an einem Servohydraulik-Prüfstand der Firma MTS durchgeführt. Diese Untersuchung wurde bei Raumtemperatur mit den gleichen Bedingungen wie im Risswachstums-

Prüfstand (Tear-Analyser) durchgeführt.

Mit steigender Verformungsamplitude von 10% auf 20% nimmt die Temperatur für den HNBR Werkstoff bis zum Bruch der SENT-Probe bei 10% um 6,5 °C und bei 20% um 18 °C zu (Abbildung 4.18 links). Es ist deutlich zu sehen, dass die Temperaturentwicklung an der Risspitze höher ist (Abb. 4.18 rechts). Der Wärmeaufbau ist bei jedem dynamisch belasteten Probekörper vorhanden und ist unabhängig von der Probengeometrie.

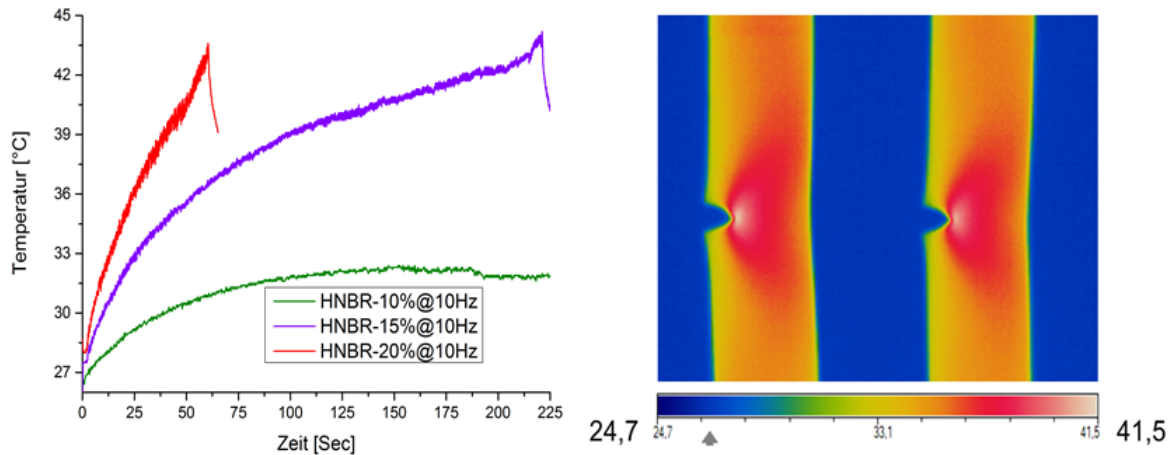


Abbildung 4.18: Maximale Temperatur an der Risspitze der SENT-Proben bei drei verschiedenen dynamischen Amplituden (links), Infrarot Bild bei 20% Verformungsamplitude (rechts) für den HNBR Werkstoff.

4.3 Dynamische Ermüdungsprüfung

In diesem Abschnitt wurden die Versuche für die dynamische Lebensdauerprüfung bei einer sinusförmig schwingenden Zug- Druckbelastung kraftgesteuert bis zum kompletten Bruch des Prüfkörpers gefahren. Es wurden Lebensdauerexperimente in Abhängigkeit der Unterlast-Variation von drei Materialien durchgeführt. Um eine ausreichende Messstatistik sicherzustellen, wurden mindestens drei Prüfkörper pro Amplitude geprüft. Während der Messung wurden Daten wie Hystereseschleifen, Zyklenanzahl, Steifigkeit, E-Modul und Dehnung in Abhängigkeit der Zyklenanzahl aufgenommen und für weitere Auswertungen verwendet.

Die Betrachtung einer Unterspannungsabhängigkeit anstelle einer Mittelspannungsabhängigkeit der Ausschlagspannungen wird aus den folgenden Gründen verwendet. Zum Einen können die Prüfungen bei höheren Amplituden im reinen Zug-Schwingungswechsel ($R > 0$) aufgrund der hohen Verformungen und damit verbundenen Fahrwege der Maschine nicht durchgeführt werden. Zum Anderen können die Risswachstumsuntersuchungen und SENT-Proben nur in reiner Unterspannung durchgeführt werden und das Lebensdauer-Vorhersage-Modell letztlich auf Daten unterschiedlicher R-Verhältnisse (Abb. 4.19) basiert, wurde in dieser Arbeit eine Abhängigkeit der Lebensdauer als Betrachtung gewählt, um eine konsistente Übertragung der Risswachstumsergebnisse abzubilden.

Eine Wöhler-Kurve (auch S-N-Kurve) ist die grafische Darstellung der Maximalspannung gegen

die Zyklanzahl bei Versagen für ein bestimmtes Material. Typischerweise werden sowohl die Spannungsamplitude als auch die Zyklanzahl auf logarithmischen Skalen angezeigt. Das Spannungsverhältnis R ist als das Verhältnis von minimaler und maximaler zyklischer Spannungsamplitude definiert $R = \frac{P_{min}}{P_{max}}$. Für eine reine Zug-Unterlast mit einer positiven Vorlast gilt $R > 0$, für Druck-Zug Wechsellast ist das Spannungsverhältnis als $R < 0$ definiert. $R = 0$ gilt für eine dynamische Beanspruchung bei einer zyklischen Minimalspannung von 0 MPa (Abb. 4.19).

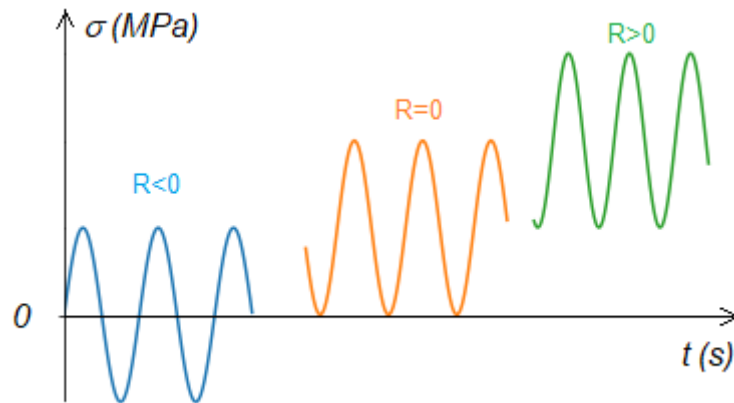


Abbildung 4.19: Dynamische Beanspruchung im Zeitverlauf und daraus resultierende Wertebereiche für das Spannungsverhältnis R .

Abbildung 4.20 zeigt die Hystereseschleifen bei gleicher dynamischer Belastungsamplitude und drei verschiedenen statischen Vorspannungen für den HNBR Werkstoff. Um Konditionierungseffekte zu beseitigen, stellt jede Hystereseschleife den tausendsten Zyklus bei einer gegebenen Belastungsamplitude dar. Die nichtlineare Last-Verschiebungs-Beziehung ist in diesem Diagramm ersichtlich. Die Hystereseflächen (dissipierte Energiedichte) nehmen ab, wenn unter Zug- und Druckbedingungen Unterlasten ungleich Null ($R > 0$ und $R < 0$) verwendet werden.

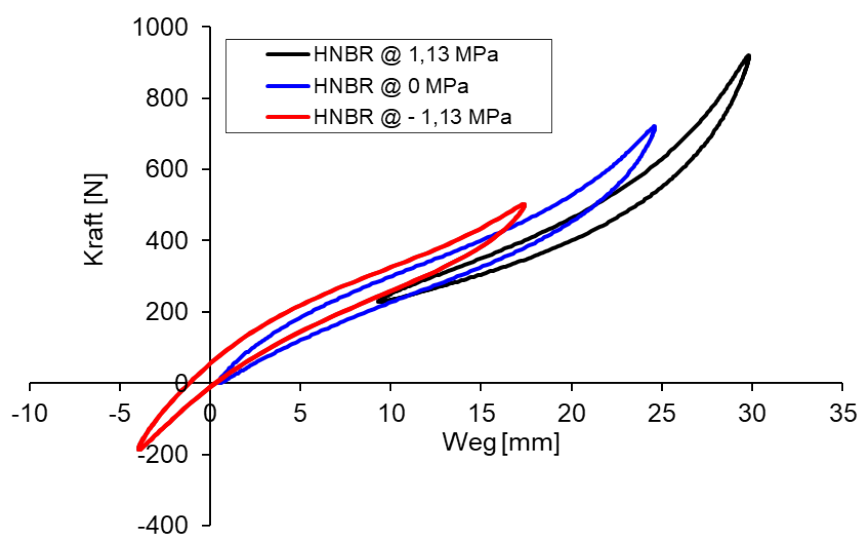


Abbildung 4.20: Beispiel für drei Ermüdungsprüfverfahren mit einem dynamischen Amplitude von 3,96 MPa für das HNBR-Material an einem Hantelprüfkörper.

4.3.1 Lebensdauerprüfung ohne statische Vorspannung

Abbildung 4.21 zeigt die Lebensdauer-Ergebnisse von den Hantelprobekörpern in Abhängigkeit der Maximalspannung für drei verschiedene Materialien bei 0 MPa statischer Vorspannung. Erwartungsgemäß lässt sich erkennen, dass sich, unter sonst identischen Test-Bedingungen, die Lebensdauer mit steigender Maximalspannung reduziert. Dabei weist NR bei höheren Laststufen aufgrund seiner hervorragenden dynamischen Eigenschaften (hohe Reißfestigkeit und Selbstverstärkung durch Dehnungskristallisation) eine erheblich höhere Lebensdauer im Vergleich zu anderen Werkstoffen auf.

Es fällt auf, dass die Wöhlerlinien für die Werkstoffe EPDM und HNBR annähernd parallel verlaufen. Allerdings ist bei vergleichbarer Laststufe die Lebensdauer für das HNBR-Material um etwa zwei Dekaden höher.

Die Wöhler-Kurven der HNBR und NR Werkstoffe überschneiden sich bei einer Amplitude von 3,16 MPa, wobei die Lebensdauer des HNBR Werkstoffs bei niedrigen Amplituden höher als die des NR Werkstoffs ist.

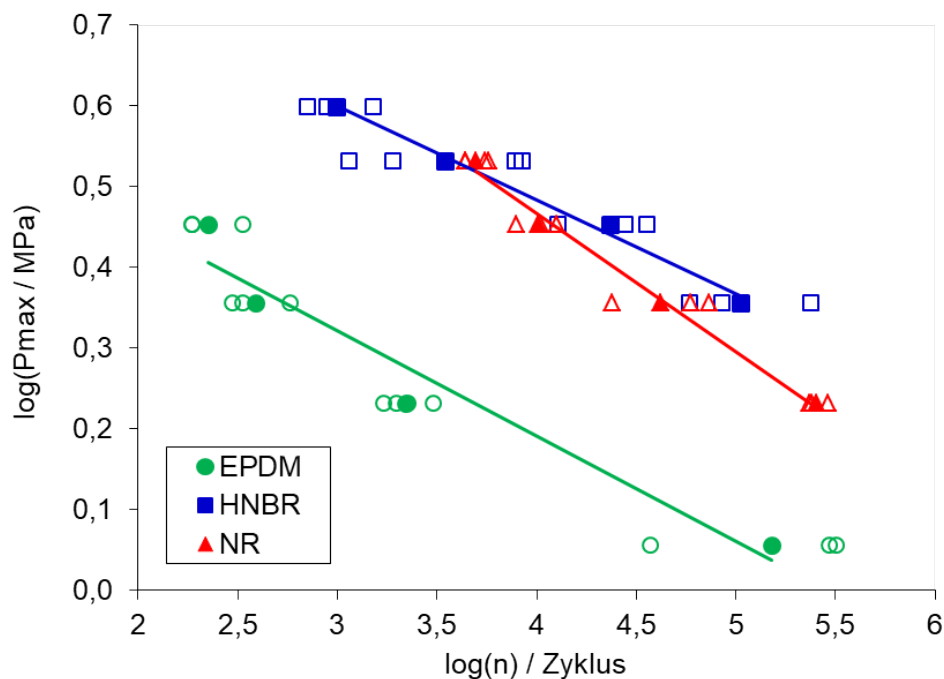


Abbildung 4.21: Wöhler-Kurve für den EPDM, HNBR und NR Werkstoffen bei 1 Hz und Raumtemperatur. Geschlossene Kreise stellen die Mittelwerte, offene Kreise die Messwerte dar.

4.3.2 Einfluss der Zug-Unterlast-Variation auf die Lebensdauerprüfung

In Abbildung 4.22 ist die Lebensdauer in Abhängigkeit der Maximalspannung für das EPDM-Material bei drei verschiedenen statischen Unterlasten dargestellt. Es ist ein deutlicher Anstieg der Lebensdauer bei gleicher dynamischer Amplitude zu erkennen, wenn die statische Unterlast von 0 MPa auf 1,13 MPa ansteigt. Die vorlastgleichen Wöhlerkurven bei drei verschiedenen statischen Vorspannungen und zwei unterschiedlichen dynamischen Amplituden verlaufen annähernd

parallel.

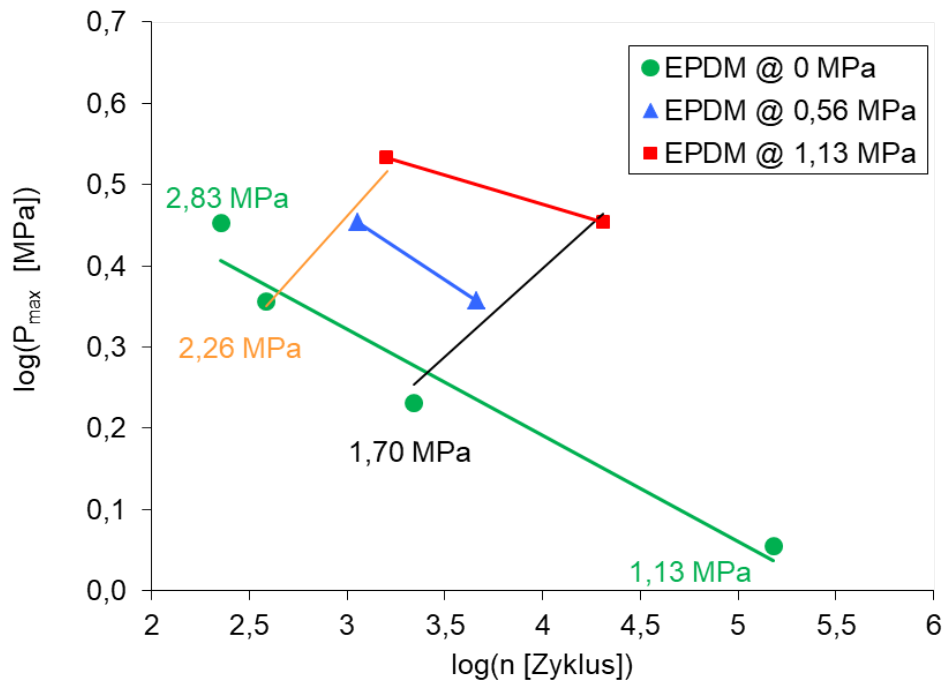


Abbildung 4.22: Zyklenanzahl in Abhängigkeit der Maximal Spannung bei drei verschiedenen Zug-Unterlasten für das EPDM Material bei 1 Hz und Raumtemperatur.

Die Wöhlerkurven für das HNBR-Material bei drei verschiedenen Unterlasten und vier verschiedenen dynamischen Amplituden sind in Abbildung 4.23 dargestellt. Die Lebensdauer nimmt mit steigender Unterlast bei den höheren dynamischen Lasten (3,96 MPa und 3,40 MPa) zu, allerdings nimmt sie bei den niedrigen dynamischen Lasten (2,83 MPa und 2,26 MPa) ab. Diese Gegenläufigkeit der Unterlastabhängigkeit der Ermüdungseigenschaften korreliert mit dem unterlastabhängigen Befund der Risswachstumsuntersuchungen (Abb. 4.8).

Abbildung 4.24 stellt die Wöhlerkurven für das NR Material bei drei verschiedenen Vorspannungsamplituden dar. Allerdings wurde hier bei 0,56 MPa statischer Vorspannung aufgrund der Dehnungskristallisation ein anderes Verhalten vorgefunden (Abb. 4.25 b). Deshalb ist es notwendig ein Ausfallkriterium zu bestimmen.

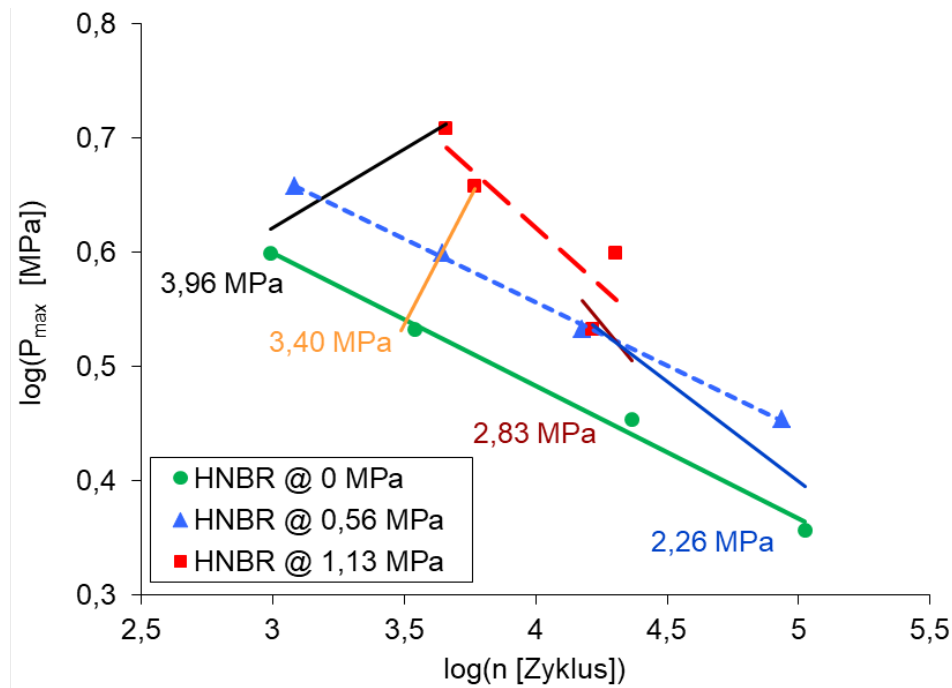


Abbildung 4.23: Zyklenzahl in Abhängigkeit der Maximal Spannung bei drei verschiedenen Zug-Unterlasten für das HNBR Material bei 1 Hz und Raumtemperatur.

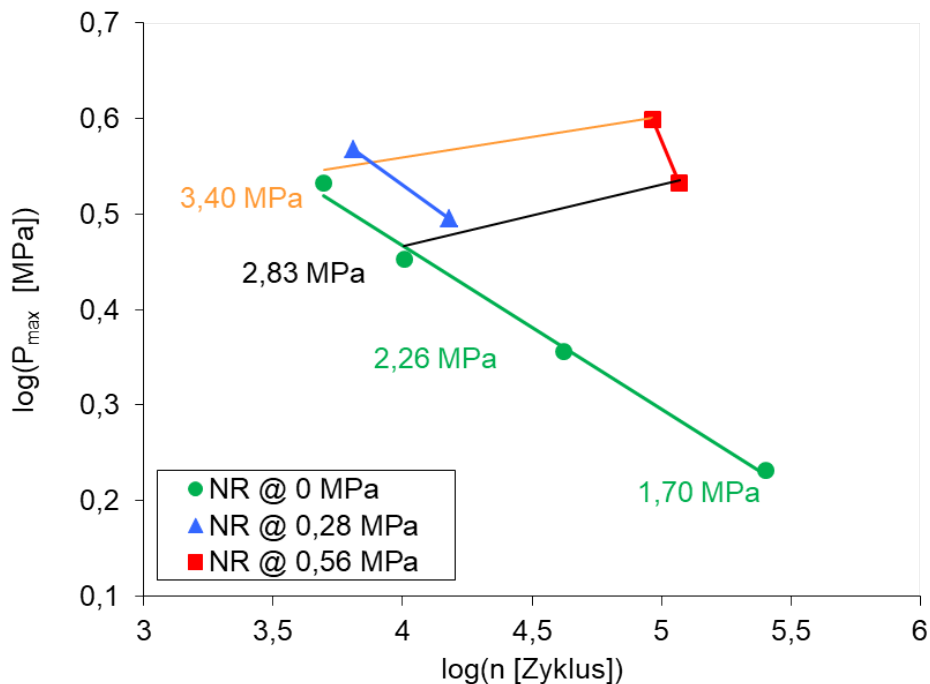


Abbildung 4.24: Zyklenzahl in Abhängigkeit der Maximal Spannung bei drei verschiedenen Zug-Unterlasten für das NR Material bei 1 Hz und Raumtemperatur.

Um die Kriechrelaxation vom risswachstumsbedingten Spannungsabfall zu separieren wurde der Steifigkeits-Verlauf nach dem tausendsten Zyklus (Abb. 4.25 a) (Errichten eines thermomechanischen Gleichgewichts, d.h. Temperatureaufbau und dissipierte Energie sind stabil) im nachfolgend gleichmäßig verlaufenden Bereich durch eine fallende Logarithmusfunktion angepasst. Als Ausfallkriterium wurde nun eine Steifigkeitsabnahme von 5% gegenüber der Logarithmusanpassung

festgelegt. Damit wird durchgehend ein Ausfallzyklus gefunden, welcher im Bereich stark abfallender Steifigkeit liegt (Abb. 4.25a).

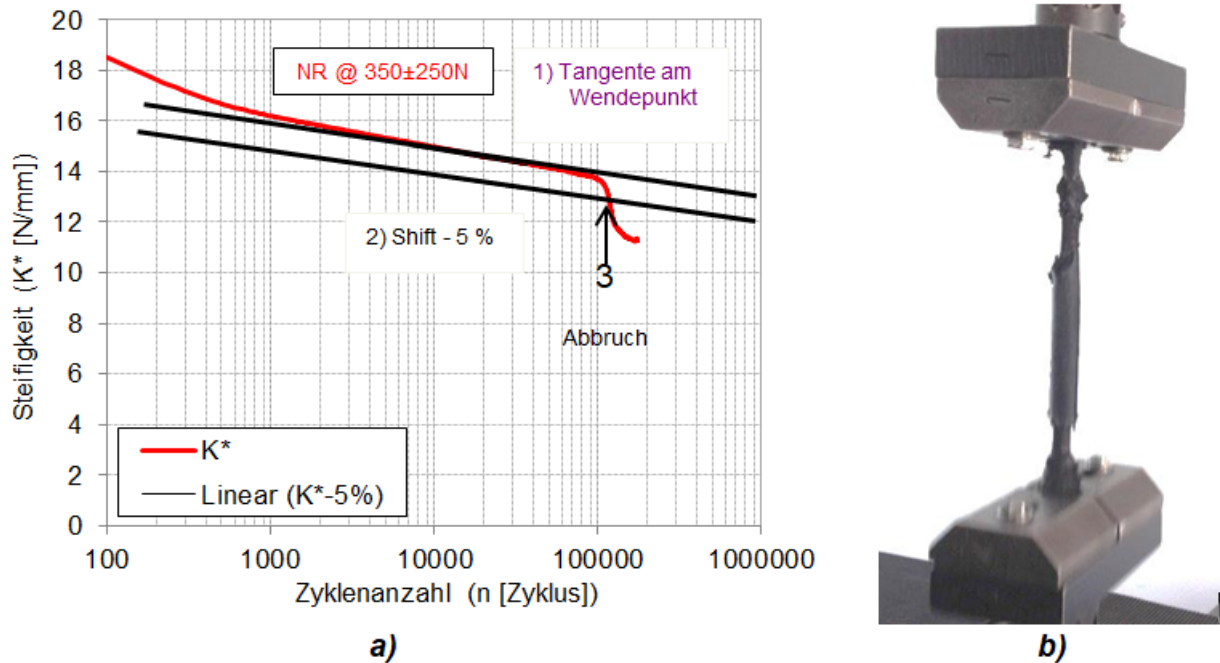


Abbildung 4.25: a) Lebensdauer in Abhängigkeit der Steifigkeit für den NR Werkstoff bei 0,56 MPa Unterlast; b) Beispiel einer Prüfung des Hantelkörpers vom NR Werkstoff.

Durch die ermüdungsbedingte Spannungserweichung ist die Hysterese in den ersten Zyklen wesentlich größer als bei der nachfolgenden stationären zyklischen Belastung. In der Tat tritt, wie in der Abbildung 4.25a gezeigt, die stärkste Abnahme der Steifigkeit durch Wärmeeintrag während der ersten Zyklen auf. Nach dieser schnellen Abnahme tendiert die mechanische Dissipation zu einem stabilisierten Zustand, für den beobachtet wird, dass die Abnahmerate mit der Vordehnung abnimmt.

Abbildung 4.26 stellt die dissipierte Energiedichte in Abhängigkeit der statischen Vorspannung des Hantelkörpers bei drei verschiedenen dynamischen Amplituden dar. Es ist zu sehen, dass die dissipierte Energiedichte mit zunehmender Vorspannung abnimmt. Diese Abnahme führt zu einer Erhöhung der Lebensdauer des Prüfkörpers.

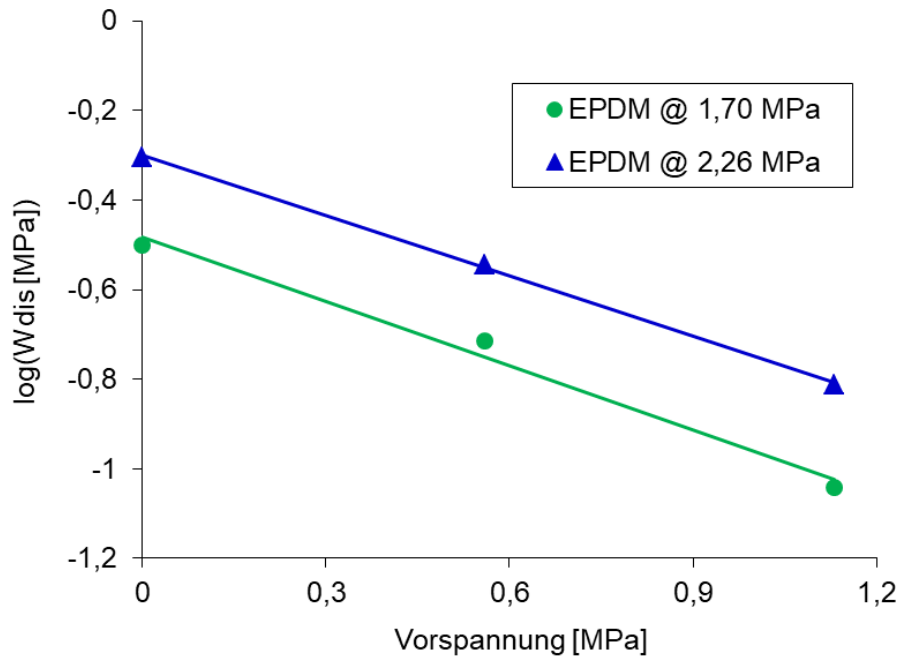


Abbildung 4.26: Dissipierte Energiedichte bei tausendsten Zyklus von der Hysterese aus Hantel-Ermüdungsprüfung in Abhängigkeit der statischen Vorspannung für den EPDM Werkstoff bei drei verschiedenen dynamischen Amplituden.

4.3.3 Einfluss der Druck-Unterlast-Variation auf die Lebensdauerprüfung

In diesem Abschnitt werden die Lebensdauerprüfungen an Standard Hantelkörper aus den hier verwendeten Materialien (EPDM, HNBR und NR) in Druck-Zug-Unterlast ($R < 0$) bei statischen Vorspannungen von -0,56 MPa und -1,13 MPa geprüft. Daraus werden die Wöhler-Kurven für alle Materialien erstellt.

Abbildung 4.27 stellt die Lebensdauer in Abhängigkeit der Maximalspannung für das EPDM Material bei 2,26 MPa und 1,70 MPa dynamischer Amplitude dar. Bei gleicher Maximalspannung nimmt die Lebensdauer mit steigender Vorspannung und abnehmender dynamischer Last zu.

Das Ergebnis des HNBR-Materials (Abb. 4.28) zeigt ähnliches Verhalten wie der EPDM-Werkstoff (Abb. 4.27). Die Lebensdauer bei höheren Lasten ist identisch zwischen Zug ($R=0$) und Zug-Druck-Unterlast ($R < 0$); in diesem Fall entscheidend nur die Maximalspannung über die erreichbare Zyklenanzahl. Bei niedrigen Laststufen nimmt die Lebensdauer unter konstanter Maximalspannung zu, wenn die dynamische Last zunimmt und die Minimalspannung abnimmt.

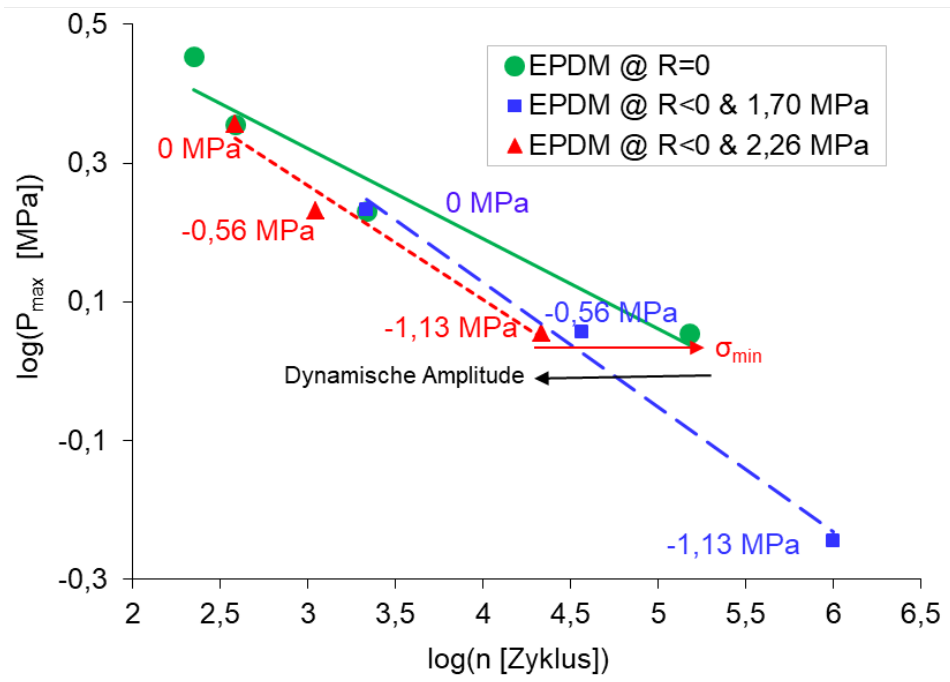


Abbildung 4.27: Zyklenzahl in Abhängigkeit der Maximal Spannung mit drei verschiedenen Druck-Unterlasten für das EPDM Material bei 1 Hz und Raumtemperatur.

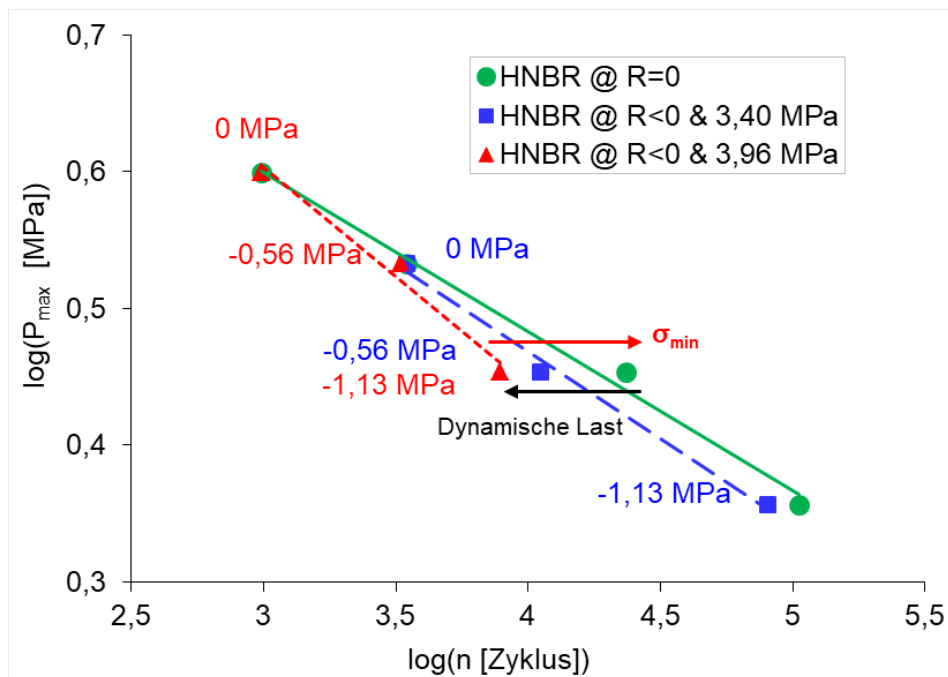


Abbildung 4.28: Zyklenzahl in Abhängigkeit der Maximal Spannung mit drei verschiedenen Druck-Unterlasten für das HNBR Material bei 1 Hz und Raumtemperatur.

Die Wöhlerlinien für das NR Material (Abb. 4.29) zeigen nur geringen Unterschied zwischen der Zug-Unterlast ($R=0$) und Zug-Druck-Unterlast ($R<0$). In diesem Fall bestimmt bei allen Laststufen allein die Maximalspannung über die Lebensdauer. Zu gleicher dynamischer Amplitude ist die Lebensdauererhöhung im Falle der Zug-Unterlast deutlich ausgeprägter als bei Druck-Unterlast.

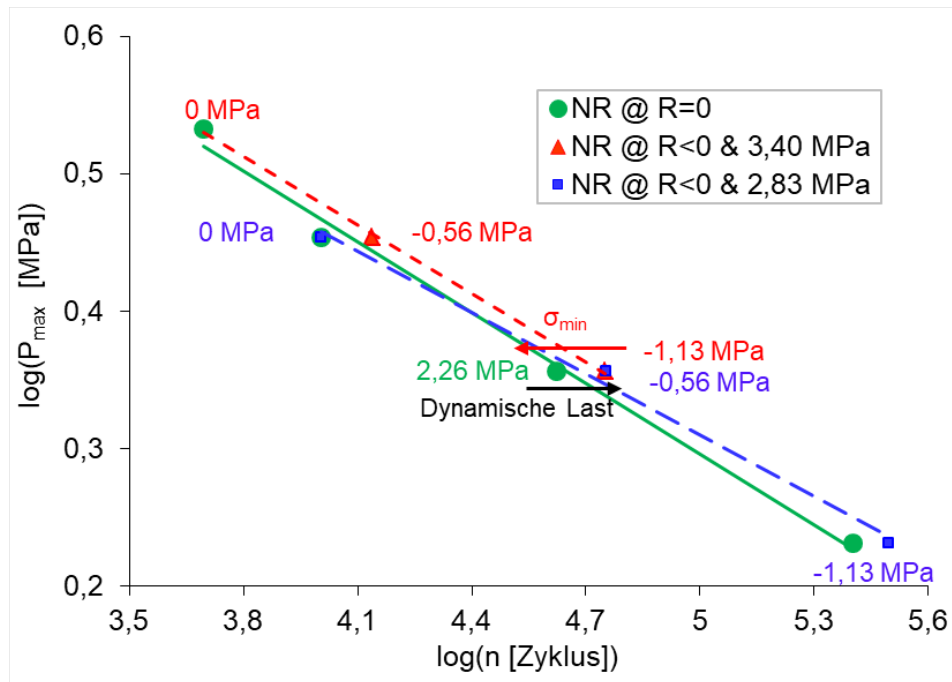


Abbildung 4.29: Zyklenzahl in Abhängigkeit der Maximal Spannung mit drei verschiedenen Druck-Unterlasten für das NR Material bei 1 Hz und Raumtemperatur

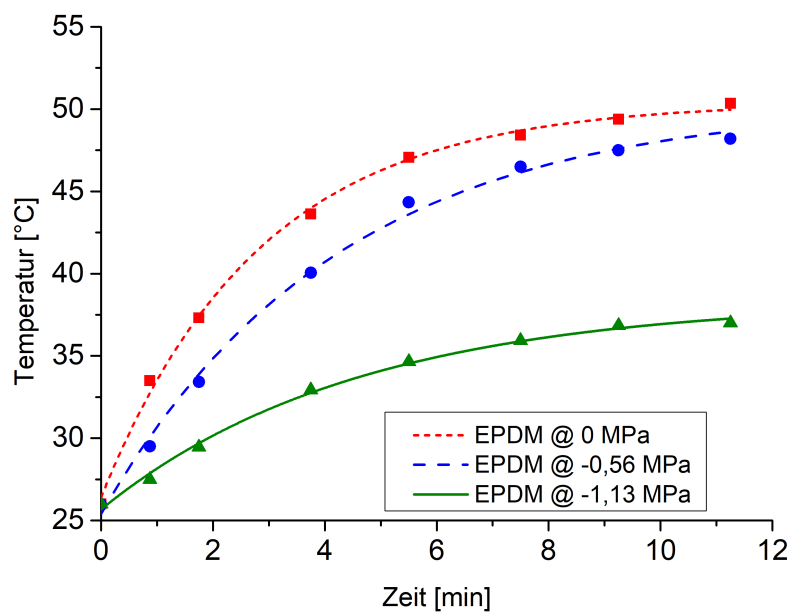


Abbildung 4.30: Oberflächentemperatur in Abhängigkeit der statischen Vorspannung bei gleicher dynamischer Amplitude von 1,70 MPa und 1 Hz für den EPDM Werkstoff

Wenn der mit Ruß gefüllte Kautschuk zyklisch belastet wird, werden Teile der aufgebrauchten mechanischen Energie in Wärmeenergie umgewandelt, die zu einer Temperaturentwicklung innerhalb des Materials führt.

Abbildung 4.30 zeigt die Entwicklung der Oberflächentemperatur des Prüfkörper in Abhängigkeit

der Vorspannung. Es ist zu erkennen, dass zu Beginn der zyklischen Belastung ein ausgeprägter Temperaturanstieg auftritt und sich die Temperatur dann aufgrund des Gleichgewichts zwischen erzeugter Wärme und der an die Umgebung abgegebenen Wärme stabilisiert. Weiterhin ist zu erwarten, dass die maximale Erwärmung innerhalb des Prüfkörpers noch ausgeprägter als an der Oberfläche ist. Auf diesen Effekt wird in Kapitel 8 näher eingegangen. Eine genauere Betrachtung dieser Ergebnisse zeigt, dass es eine signifikante Auswirkung des obigen Faktors auf die Gleichgewichtstemperatur gibt, die mit abnehmendem Vorspannungs-Verhältnis zunimmt [81].

Die Ursache für die Temperaturabnahme bei gleicher dynamischer Amplitude von 1,70 MPa (Abb. 4.30) ist der Risschließeffekt (Abschnitt 5.1.2). Die dynamische Amplitude bei Vorspannung von 0 MPa entspricht der effektiven Amplitude. Eine Verringerung der Vorspannung in den Druckbereich führt zu einer Absenkung der effektiven dynamischen Amplitude und folglich zu einer geringeren Temperatur an der Oberfläche des Hantelprüfkörpers.

Man kann diese unelastischen Ermüdungsmechanismen durch das in Abbildung 4.31 dargestellte Szenario veranschaulichen. Im Ausgangszustand (Abb. 4.31a) wird der gefüllte Kautschuk durch verschlungene Ketten zwischen zwei Füllstoffaggregaten dargestellt. Es wird angenommen, dass die Anwendung einer Vorspannung (Abb. 4.31b) die Wechselwirkung zwischen Kautschuk und Füllstoff (Abrutschen der Kette an der Füllstoffoberfläche, Bruch der Bindung an der Füllstoffoberfläche) verringert. Daher nimmt der viskose Reibungsgrad mit dem aufgebrachtene Vorspannungsniveau ab und folglich impliziert eine höhere Vorspannung eine geringere Eigensegmente.

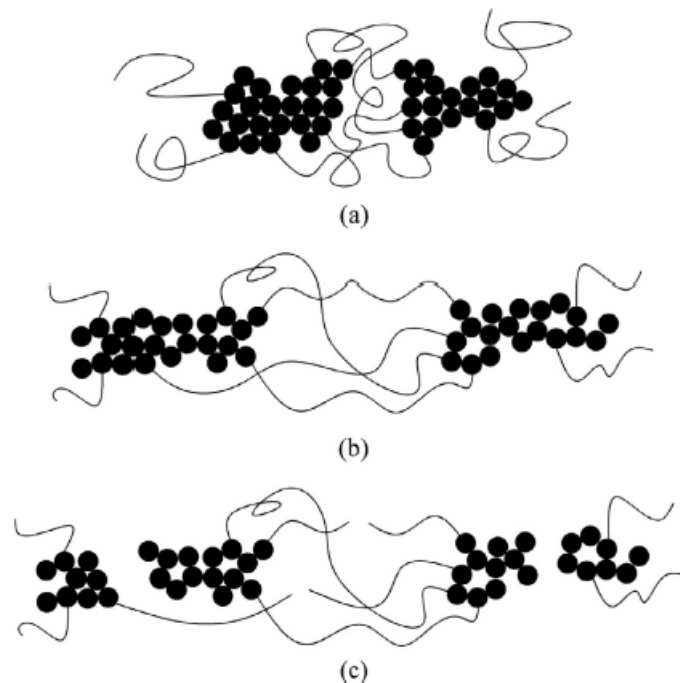


Abbildung 4.31: Physikalische Mechanismen in vorgestreckten, zyklisch belasteten, gefüllten Kautschuken: (a) Anfangsnetzwerk, (b) vorgestrecktes Netzwerk und (c) Netzwerkumlagerung nach vorgestreckter zyklischer Belastung [81].

Während der zyklischen Belastung (Abb. 4.31c) kommt es zu Beschädigungen. Es wird angenom-

men, dass die Ketten zwischen zwei Füllstoffaggregaten und auch die Aggregate selber nach und nach auseinanderbrechen und auf der Zeitskala der Messungen nicht reformiert werden können [81].

4.3.4 Einfluss der Umgebungstemperatur-Variation auf Lebensdauerprüfung

In Abbildung 4.32 und 4.33 ist die Lebensdauer in Abhängigkeit der Maximalspannung für das EPDM und NR Material bei drei verschiedenen Umgebungstemperaturen dargestellt. Es ist deutlich eine Verringerung der Lebensdauer bei gleicher dynamischer Amplitude (1,13 MPa für EPDM und 1,70 MPa für NR) zu erkennen, wenn die Umgebungstemperatur von 23 °C auf 90 °C ansteigt.

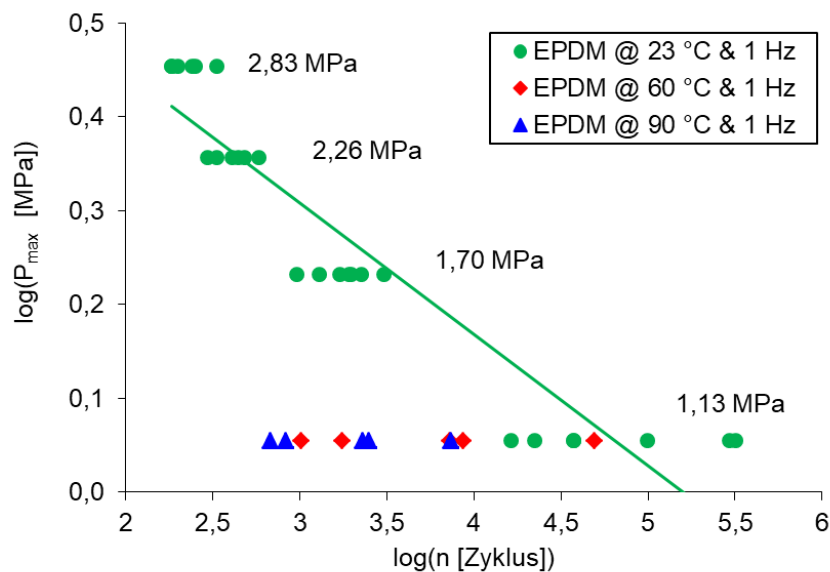


Abbildung 4.32: Experimentelle Ergebnisse zur Lebensdauerprüfungen in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur für das EPDM-Material

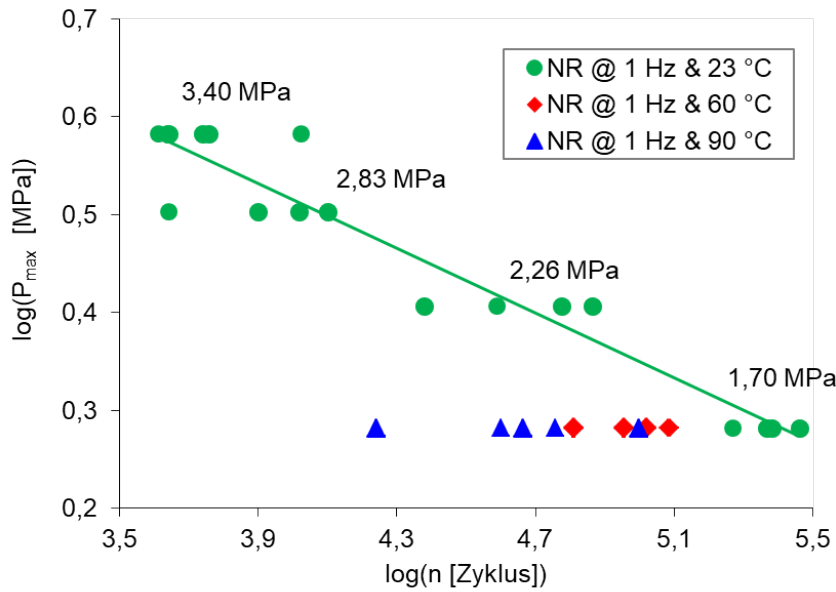


Abbildung 4.33: Experimentelle Ergebnisse zur Lebensdauerprüfungen in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur für das NR-Material

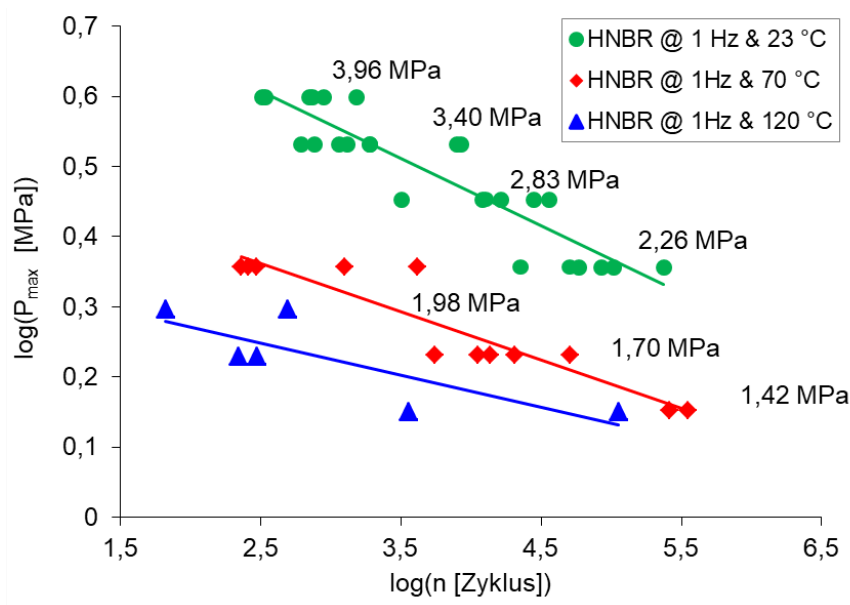


Abbildung 4.34: Experimentelle Ergebnisse zur Lebensdauerprüfungen in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur mit 1 Hz für das HNBR Material

Abbildung 4.34 stellt die Zyklenanzahl in Abhängigkeit der Maximalspannung bei drei Umgebungstemperaturen (23 °C, 70 °C und 120 °C) dar. Es ist zu erkennen, dass die Lebensdauer mit steigender Umgebungstemperatur bei gleichem dynamischen Lastniveau abnimmt. Das HNBR Material weist auch eine Erhöhung der Streubreite besonders bei höheren Umgebungstemperaturen auf.

In den meisten Fällen tritt der Bruch aufgrund der kritischen Fehlstellen auf. Das Auftreten eines großen Partikels (Abb. 4.35) in dem geprüften Probekörper ist in Abbildung 4.1 mittels CT untersucht worden. Diese Verteilung der Partikel verursacht eine erhebliche Streubreite in den

Lebensdauerprüfungen.

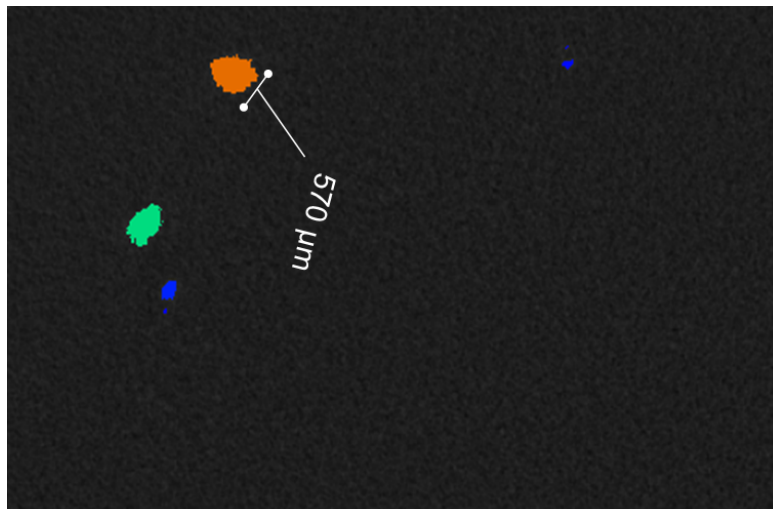


Abbildung 4.35: Beispiel des Auftretens von großen Fehlstellen in der EPDM Mischung

5 Erweiterung des Paris-Erdogan Konzepts

5.1 Erweiterung des Paris-Erdogan Gesetzes zur Unterlastabhängigkeit

Da bereits aus früheren Untersuchungen [4] bekannt ist, dass die Lebensdauer durch die statische Vorspannung erheblich beeinflusst werden kann, ist eine Erweiterung der Vorhersagekonzepte erforderlich. Hier wird die Erweiterung der Paris-Erdogan-Gleichung zur Zug-Unterlastabhängigkeit ($R > 0$) bzw. Druck-Zug-Unterlastabhängigkeit ($R < 0$) vorgestellt.

5.1.1 Ansatz zur Zug-Unterlastabhängigkeit

Bei der Charakterisierung aller drei Werkstoffe wurde gefunden, dass bei drei verschiedenen Vorspannungen die von der Reißenergie abhängige Risswachstumsgeschwindigkeit durch den gleichen Materialparameter β und unterschiedlichen Materialparameter B beschrieben werden kann. Daher wurde eine Erweiterung des Paris-Erdogan-Gesetzes erforderlich, um die Vorausberechnung zur Zug-Unterlastabhängigkeit ($R > 0$) zu ermöglichen. Als zielführender Ansatz hat sich die im folgenden dargestellte Formulierung herausgestellt.

Ausgehend vom Paris-Erdogan-Gesetz wird der Steigungsparameter β' als ausschließlich materialabhängig angesetzt, während der Niveauparameter B' („Ordinatenabschnitt“) als abhängig von der Vorspannung angesetzt wird:

$$\log\left(\frac{dc}{dn}\right) = (A_0 + A_1 S_V) + \beta' \log(T) \quad (5.1)$$

also im Vergleich zur Paris-Erdogan-Formulierung:

$$\log(B') = (A_0 + A_1 S_V) \quad (5.2)$$

wobei S_V die statische Vorspannung ist, A_0 und A_1 die Anpassungsparameter sind.

Unter Verwendung der Daten aus Abbildung 4.7 wurde $B'(S_V)$ über eine Anpassung ermittelt (Abb. 5.1). Die dynamische Reißenergie T wurde hier ohne den statischen Offset-Effekt bestimmt.

Die Reißenergie T nimmt mit steigendem Offset-Effekt und gleicher dynamischer Amplitude ab, weil die dynamische Energiedichte bei höheren statischen Vorspannungen deutlich abnimmt (Abb. 5.6) und führt zu einer Abnahme der Reißenergie.

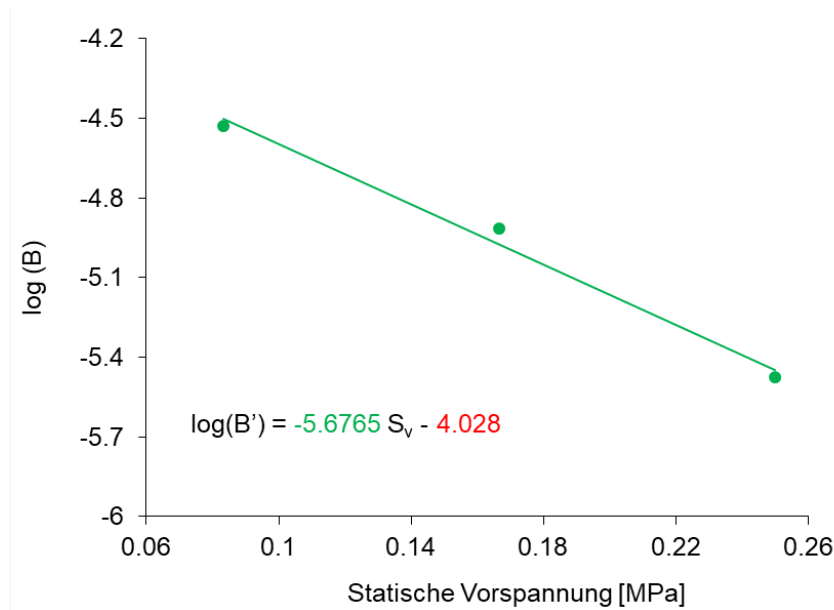


Abbildung 5.1: Materialparameter B aus Abbildung 4.7 in Abhängigkeit der statischen Vorspannung für SENT-Prüfkörper aus dem EPDM Werkstoff.

Die Vorhersage der Risswachstumsrate des EPDM Werkstoffs zeigt, dass eine Erhöhung der Vorspannung von 0 MPa auf 1,13 MPa die Risswachstumsrate um etwa eine Dekade verlangsamt (Abb. 5.2). Die Anpassung und die experimentellen Ergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung bei allen statischen Vorspannungen.

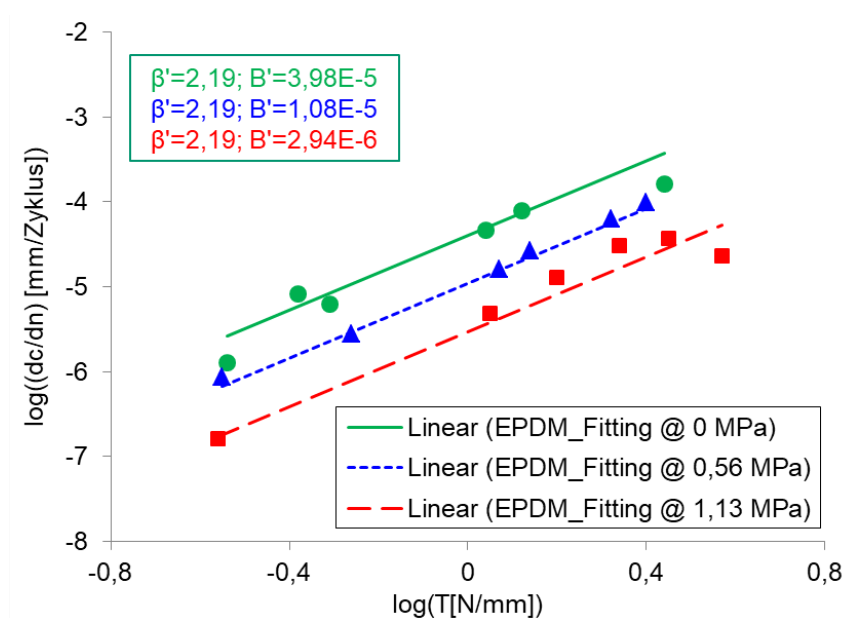


Abbildung 5.2: Simultane Anpassung (Linien) und experimentelle Ergebnisse (Symbole) des Risswachstums zur Vorhersage der Zug-Unterlastabhängigkeit von Hantelkörpern für den EPDM Werkstoff.

Für den HNBR Werkstoff verlangsamt eine Erhöhung der Vorspannung von 0 MPa auf 1,13 MPa die Risswachstumsgeschwindigkeit um ca. eine halbe Dekade (Abb. 5.3). Die drei statischen Vorspannungen weisen um eine gute Übereinstimmung zwischen Anpassung und experimentellen

Befund bei verschiedenen Deformationsamplituden auf.

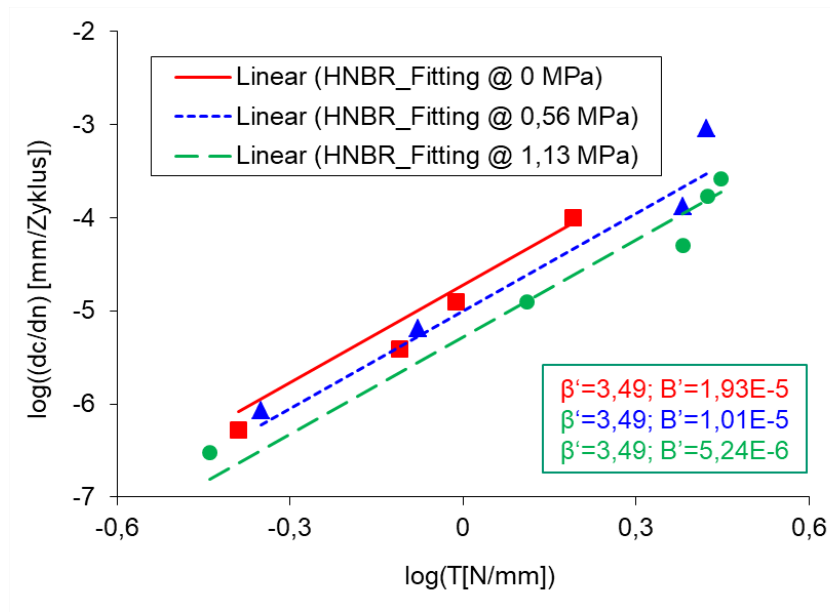


Abbildung 5.3: Simultane Anpassung (Linien) und experimentelle Ergebnisse (Symbole) des Risswachstums zur Vorhersage der Zug-Unterlastabhängigkeit von Hantelkörpern für den HNBR Werkstoff.

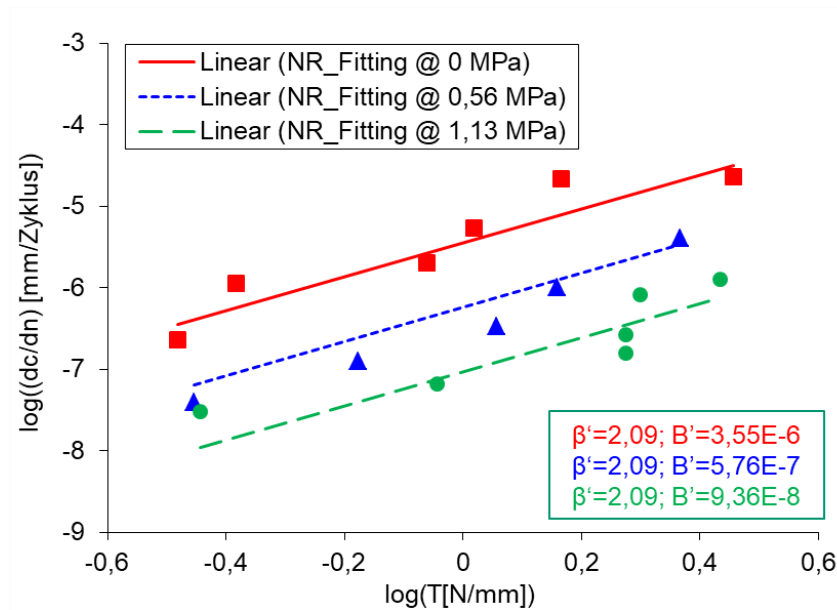


Abbildung 5.4: Simultane Anpassung (Linien) und experimentelle Ergebnisse (Symbole) des Risswachstums zur Vorhersage der Zug-Unterlastabhängigkeit von Hantelkörpern für den NR Werkstoff

Ein Anstieg der statischen Unterlast von 0 MPa auf 1,13 MPa verringert die Risswachstumsgeschwindigkeit bei Hantel-Probekörper um ca. eineinhalb Dekaden (Abb. 5.4). Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung zwischen der Anpassung und den experimentellen Befunden bei 0 MPa und 1,13 MPa. Aufgrund der Dehnungskristallisation des NR Werkstoffs bei höheren statischen Vorspannungen, weist eine langsame Risswachstumsrate bei der Vorspannung 1,13 MPa auf. EPDM

und HNBR haben zwar keine Dehnungskristallisation nachgewiesen aber 1,13 MPa liegt trotzdem ganz unten.

Die Vorausberechnung zur Zug-Unterlastabhängigkeit für die Hantelkörper wird mit den Materialparametern β' und B' aus der Erweiterung des Paris-Erdogan Gesetzes durchgeführt.

5.1.2 Ansatz zur Druck-Unterlastabhängigkeit

Bei Ermüdungsbruch entstehen infolge der plastischen Wechselverformungen unmittelbar vor der Rissspitze Druckeigenstressungen. Mit einem gewissen Abstand zur Rissspitze erfolgt im Ligament ein Wechsel von Druckeigenstressungen zu Zugeigenstressungen. Durch experimentelle und numerische Versuche wurde schon nachgewiesen [44], dass die Druckeigenstressungen nicht nur vor der Rissspitze auftreten, sondern auch entlang der Rissflanken in Rissspitzennähe.

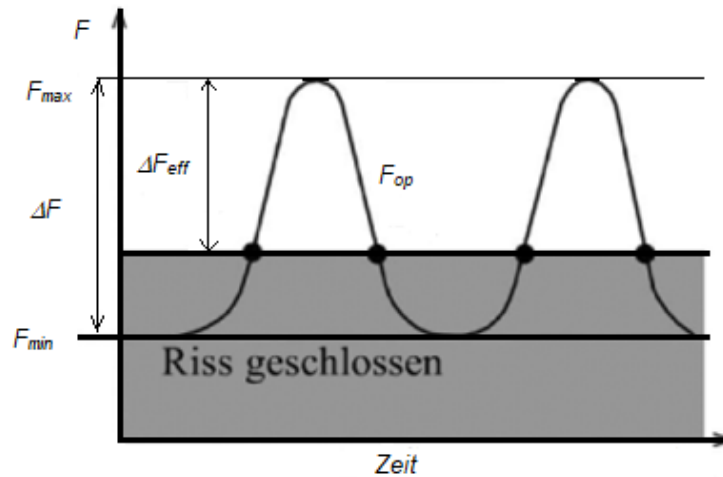


Abbildung 5.5: Schematische Darstellung des Risschließeffektes [44]

Der Risschließeffekt (engl. Crack closure effect) wurde zuerst von ELBER [49] entdeckt. Er konnte zeigen, dass sich der Ermüdungsriss bei einer zyklischen Zug-Schwell-Belastung ($R=0$) mit konstanter Amplitude beim Entlasten schon vor Erreichen der Minimallast schließt bzw. dass der Riss in der Belastungsphase noch bis zu einem gewissen Lastniveau der Rissöffnungskraft (F_{op}) geschlossen bleibt (Abb. 5.5). Dieser Mechanismus des Risschließens führt dazu, dass nicht die komplette Belastung (ΔF) zur Ausbreitung des Risses beiträgt, sondern nur die effektive zyklische Spannungskraft (ΔF_{eff}) während der tatsächlichen Rissöffnungsphase wirksam wird [44].

$$\Delta F_{eff} = F_{max} - F_{op} \leq \Delta F \quad (5.3)$$

Für Risschließen gibt es unterschiedliche Ursachen [44, 82]. Das plastizitätsinduzierte Risschließen im Bereich der Risswachstumskurve wird als der wichtigste Mechanismus angesehen. Kuna [44] hat gezeigt, dass das vorzeitige Risschließen durch plastisch deformierte Materialbereiche an den Rissflanken hervorgerufen wird. Die plastischen Zonen bilden sich an den Rissflanken aus,

so dass sie nicht mehr kompatibel zueinander sind und eine vollständige Rückverformung bei der Entlastung behindert wird. Das plastizitätsinduzierte Rissschließen durch eine Belastung mit variabler Amplitude führt zu einer größeren plastischen Zone und zu einem höheren Plastifizierungsgrad, wodurch wiederum das Rissschließen beeinflusst und letztlich ΔF_{eff} verringert wird [44].

5.1.3 Spannung-Dehnung-Verhalten zur Lebensdauerprüfung

Abbildung 5.6 stellt die Kraft-Weg Kurven zur Zug-Unterlastabhängigkeit bei 0 MPa bzw. 1,13 MPa für den HNBR Werkstoff dar. Zur Lebensdauerberechnung der Zug-Unterlastabhängigkeit ($R=0$ bzw. $R>0$) werden die gesamten Energiedichten aus den Hysteresen der dynamischen Lebensdauerprüfung benötigt und in das Lebensdauer-Vorhersage Konzept integriert.

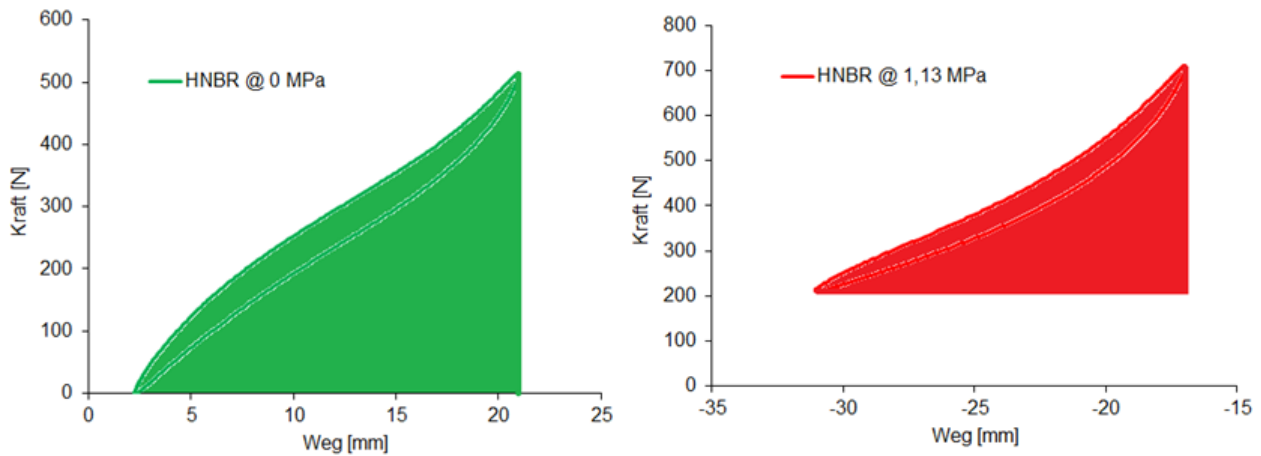


Abbildung 5.6: Kraft-Weg-Verlauf bei Zug-Unterlast aus Hantel-Ermüdungsprüfung für das HNBR-Material bei tausendstem Zyklus.

Für die Vorausberechnung zur Druck-Zug-Unterlastabhängigkeit werden die effektive Energiedichte und Dehnung aus den Ermüdungsprüfungen genommen (Abb. 5.7). In diesem Fall gilt $S_V=0$ und die Berechnung wird mit den Parametern β' und B' ausgewertet. Aus Formel 5.2 folgt $\log(B')=A_0$.

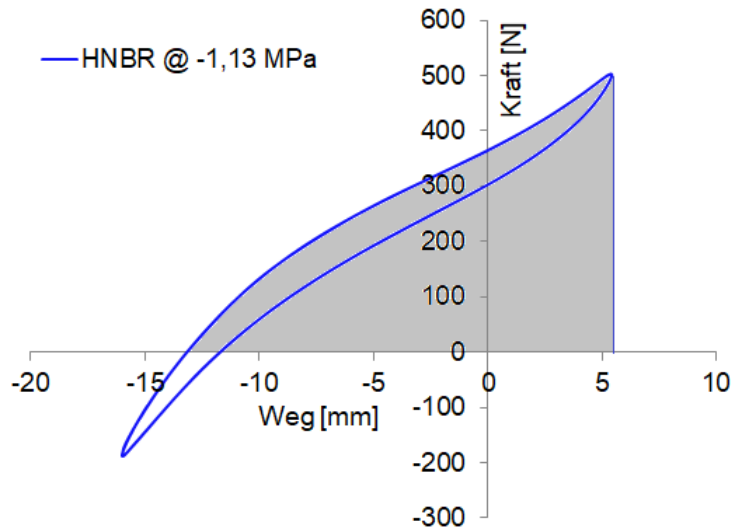


Abbildung 5.7: Kraft-Weg-Verlauf bei Druck-Unterlast aus der Hantel-Ermüdungsprüfung.

5.2 Erweiterung des Paris-Erdogan Gesetzes zur Temperaturabhängigkeit

Die experimentellen Prüfungen haben gezeigt, dass die Lebensdauer durch die Umgebungstemperatur erheblich beeinflusst werden kann. Deshalb ist eine Erweiterung des Vorhersagekonzeptes um eine Temperaturkomponente nötig.

Ausgehend vom Paris-Erdogan Gesetz wird der Steigungsparameter β' als ausschließlich materialabhängig, der Materialparameter B' als abhängig von der Umgebungstemperatur angesetzt. Als zielführender Ansatz hat sich die im folgenden dargestellte Formulierung herausgestellt.

$$\log\left(\frac{dc}{dn}\right) = (h_0 + h_1\theta) + \beta' \log(T) \quad (5.4)$$

$$\log(B') = (h_0 + h_1\theta) \quad (5.5)$$

wobei h_0 und h_1 Anpassungsparameter bezeichnen.

Abbildung 5.8 zeigt eine entsprechende Anpassung der Gleichungen (5.4) und (5.5) für die Materialparameter B aus dem Fitting (Abb. 4.11, 4.12 und 4.13). Mit h_0 , h_1 und B aus den Abbildungen (4.11, 4.12 und 4.13) wurde hier B' als Materialparameter der Temperaturabhängigkeit ermittelt.

Die Anpassungen der Risswachstumslinien für alle drei Werkstoffe wurden mit den neuen Materialparametern β' und B' dargestellt.

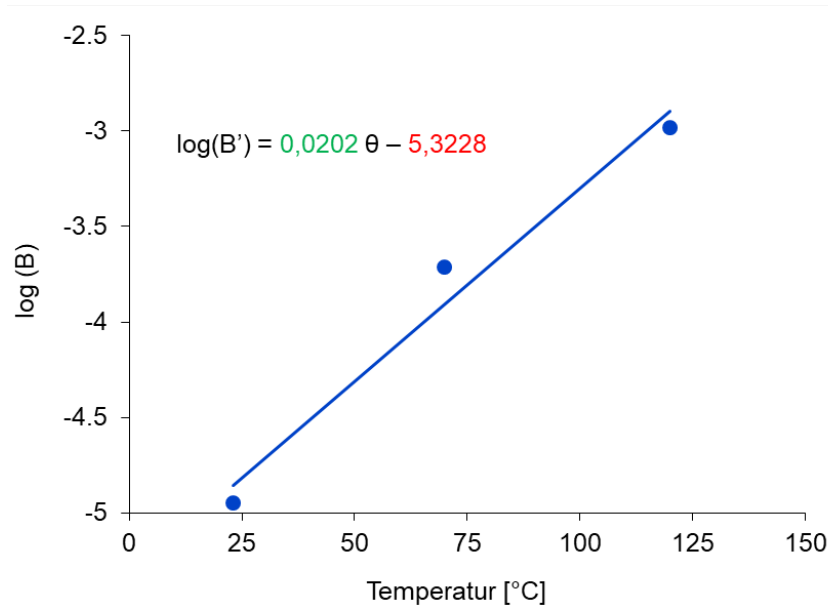


Abbildung 5.8: Materialparameter B aus den Risswachstumsuntersuchung in Abhängigkeit zur Umgebungstemperatur für den HNBR Werkstoff.

Zur Lebensdauer-Vorhersage wurden die Risswachstumsergebnisse angepasst und mit den experimentellen Befunden zusammen dargestellt. Abbildung 5.9 stellt die Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie zusammen mit den angepassten Kurven für drei verschiedenen Umgebungstemperaturen dar. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung zwischen den Messwerten und der simultanen Anpassungen für drei verschiedene Temperaturen. Eine Erhöhung der Umgebungstemperatur von 23 °C auf 90 °C beschleunigt die Risswachstumsgeschwindigkeit um ca. eine Dekade.

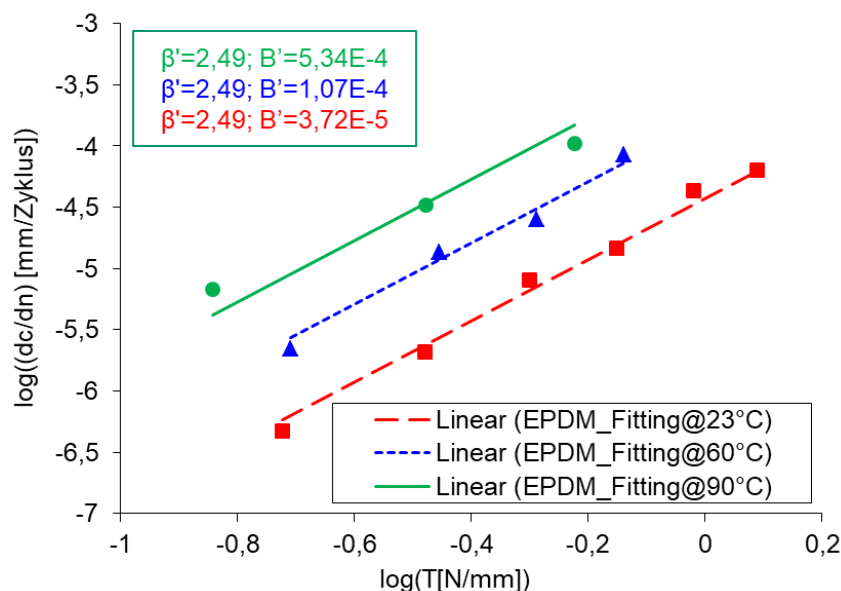


Abbildung 5.9: Simultane Anpassung (Linien) und Mittelwert der experimentellen Ergebnisse (Symbole) des Risswachstums bei 23 °C, 60 °C und 90 °C für den EPDM Werkstoff.

Die simultane Anpassung für den HNBR Werkstoff wurde in Abbildung 5.10 dargestellt und mit

dem experimentellen Befund verglichen. Ein Temperaturanstieg von 23 °C auf 120 °C beschleunigt die Risswachstumsrate um ca. zweieinhalb Dekaden. Die Anpassung und die Messwerte lassen sich gut vergleichen.

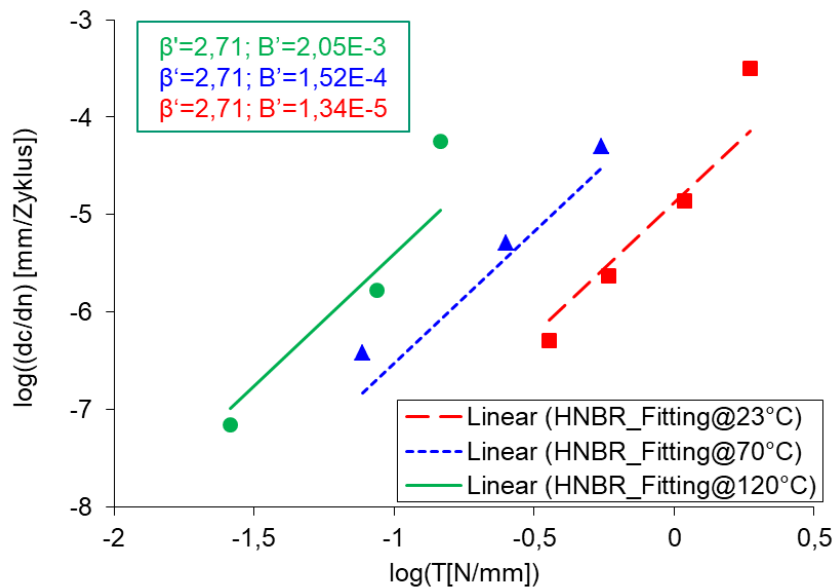


Abbildung 5.10: Simultane Anpassung (Linien) und Mittelwert der experimentellen Ergebnisse (Symbole) des Risswachstums bei 23 °C, 70 °C und 120 °C für den HNBR Werkstoff.

Auch für den NR Werkstoff wurden die Anpassungen zur Temperaturabhängigkeit durchgeführt. Die Risswachstumsrate aus dem Modell nimmt mit steigender Umgebungstemperatur ab, die Risswachstumsrate steigt um ca. eine Dekade bei einem Anstieg der Umgebungstemperatur von 23 °C auf 90 °C.

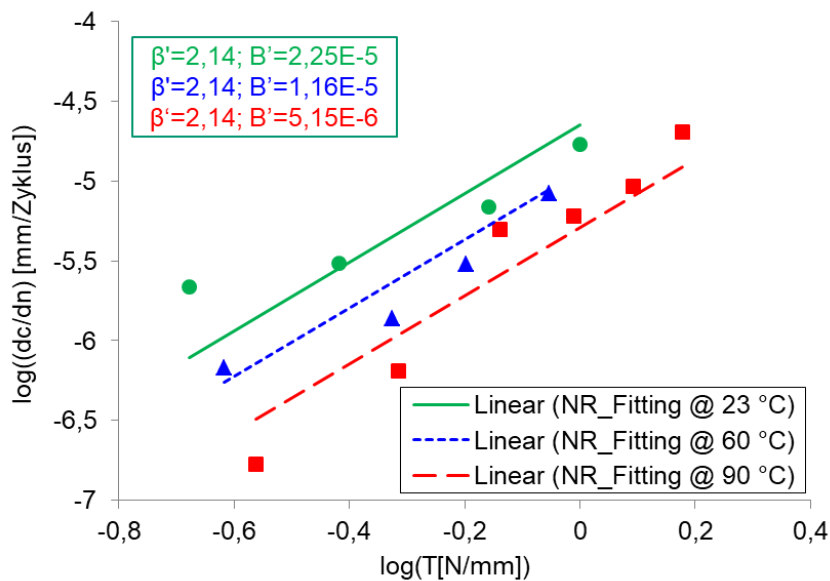


Abbildung 5.11: Simultane Anpassung (Linien) und Mittelwert der experimentellen Ergebnisse (Symbole) des Risswachstums bei 23 °C, 60 °C und 90 °C für den NR Werkstoff.

Um die Abweichung zwischen der Anpassung und den experimentellen Daten für das Risswachstum in Abbildung 5.11 insbesondere bei niedriger Reißenergie und 90 °C zu erklären, kann in Betracht gezogen werden, dass die Rissausbreitung in viskoelastischen Festkörpern stark durch dissipative Mechanismen und Dehnungskristallisation insbesondere für NR-Elastomere beeinflusst wird [83]. Eine Proportionalität der Reißenergie mit dem Verlustmodul wurde für verschiedene nicht kristallisierende Kautschuke gefunden [7, 38]. Spratte et al. untersuchten die dehnungsinduzierte Kristallisation für Ruß-gefüllten NR und fanden einen Verfestigungseffekt, der als Anstieg der Spannungs-Dehnungs-Zyklen bei großen Dehnungen sichtbar ist und bei höherer Anfangsdehnung mit steigender Temperatur beginnt [84]. Daraus lässt sich schließen, dass in Abbildung 5.11 bei 90 °C die dehnungsinduzierte Kristallisation nur bei höheren Dehnungsamplituden auftritt, so dass bei den kleineren Amplituden die Risswachstumsrate aufgrund der fehlenden Dehnungsverfestigung stärker ausgeprägt ist.

Wenn die Schwingungsfrequenz und -amplitude ausreichend groß sind, kommt es in der Nähe der Rissspitze zu einer ausgeprägten Energiedissipation, auch wenn sich der Riss sehr langsam ausbreitet. Dies kann zu einem starken Temperaturanstieg in der Nähe der Rissspitze führen, wodurch sich die viskoelastische Verlustspitze zu höheren Frequenzen verschiebt. Dadurch wird das Gummiverhalten elastischer und die Reißenergie sinkt. Es ist zu erwarten, dass dieser Effekt bei größeren Amplituden ausgeprägter ist und somit das Verhalten von NR bei 23 °C bei den beiden größten Amplituden (Abb. 5.11) erklären könnte, bei denen die experimentellen Datenpunkte als zu niedrigeren Werten der Reißenergie verschoben angesehen werden können. Für die andere Werkstoffe ist ein solches Verhalten jedoch nicht zu erkennen [85].

6 Bruchmechanische Modellentwicklung zur Lebensdauervorhersage

Um ein mikromechanisches Modell zur Lebensdauervorhersage mit Unterlast- bzw. Temperaturabhängigkeit zu entwickeln, werden die bruchmechanischen Ergebnisse zur Risswachstumscharakterisierung berücksichtigt. Füllstoffe sind ein Teilproblem und verursachen die Rissinitiierung in den Bauteilen, daher wird die Paris-Erdogan Gleichung verwendet und erweitert, um die Lebensdauer-Vorhersage zur Unterlast- und Temperaturabhängigkeit zu berechnen.

Die Lebensdauer-Vorhersage basiert auf der statistischen Partikelgrößenverteilung aus der Computertomographische Analyse und der bruchmechanischen Untersuchung. Diese Kombination führt zur Bestimmung der Ausfallwahrscheinlichkeit verschiedenen Elastomerkörpern in Abhängigkeit des Belastungszustands und der Materialeigenschaften. Um die Modellgenauigkeit zu beurteilen, wurden die Ergebnisse aus der Vorhersage gegen die aus den Lebensdauerexperimente validiert.

Als Rekapitulation aus Kapitel 5 sind in Tabelle 6.1 die Materialparameter B' und β' aus der simultanen Anpassungen zur Zug-Unterlastabhängigkeit ($R=0$ und $R>0$) für die drei Werkstoffen (EPDM, NR und HNBR) dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass mit steigender statischer Spannung der Materialparameter B' des charakteristischen Risswachstums abnimmt. Mit diesen Risswachstumsparametern wird die Vorausberechnung zur Lebensdauer-Vorhersage durchgeführt.

Tabelle 6.1: Risswachstumsparameter B' (Ordinatenabschnitt) und β' (Steigung der Ausgleichgeraden) in Abhängigkeit der Unterlast für drei Materialien zur Lebensdauerberechnung für die Hantelkörper.

Material	β'	$B'(0 \text{ MPa})$	$B'(0,56 \text{ MPa})$	$B'(1,13 \text{ MPa})$
EPDM	2,19	$3,98 \cdot 10^{-5}$	$1,08 \cdot 10^{-5}$	$2,94 \cdot 10^{-6}$
HNBR	3,49	$1,93 \cdot 10^{-5}$	$1,01 \cdot 10^{-5}$	$5,24 \cdot 10^{-6}$
NR	2,09	$3,55 \cdot 10^{-6}$	$5,76 \cdot 10^{-7}$	$9,36 \cdot 10^{-8}$

Tabelle 6.2 stellt die Materialparameter zur Lebensdauer-Vorhersage bei verschiedenen Umgebungstemperaturen für die drei Werkstoffe (EPDM, NR und HNBR) dar. Es ist deutlich zu erkennen, dass mit steigender Umgebungstemperatur der Materialparameter B' des charakteristischen Risswachstums ansteigt. Die Lebensdauer-Vorhersage des Hantelkörpers zur Temperatur-Variation erfolgt mit den charakteristischen Risswachstumsparametern B' und β' .

Tabelle 6.2: Materialparameter B' (Ordinatenabschnitt) und β' (Steigung der Ausgleichgeraden) in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur für drei Materialien zur Lebensdauerberechnung für den Hantelkörper.

Material	β'	$B'(23\text{ °C})$	$B'(60\text{ °C})$	$B'(90\text{ °C})$
EPDM	2,49	$3,72 \cdot 10^{-5}$	$1,07 \cdot 10^{-4}$	$5,34 \cdot 10^{-4}$
NR	2,14	$5,15 \cdot 10^{-6}$	$1,16 \cdot 10^{-5}$	$2,25 \cdot 10^{-5}$
Material	β'	$B'(23\text{ °C})$	$B'(70\text{ °C})$	$B'(120\text{ °C})$
HNBR	2,71	$1,34 \cdot 10^{-5}$	$1,52 \cdot 10^{-4}$	$2,05 \cdot 10^{-3}$

6.1 Berechnung der Lebensdauer-Vorhersage nach Paris-Erdogan

Die Integration der Paris-Erdogan-Gleichung (Gl. 2.8) führt zu einer Formulierung, mit der es möglich ist, die Zyklenanzahl n die nötig ist damit ein Riss bzw. eine Fehlstelle von der Anfangsrislänge c_0 bis zu einer finalen Rislänge c_n wächst, zu berechnen [86].

$$n = \frac{1}{\beta' - 1} \cdot \frac{1}{B'(2kW_{tot})^{\beta'}} \cdot \left(\frac{1}{c_0^{(\beta'-1)}} - \frac{1}{c_n^{(\beta'-1)}} \right) \quad (6.1)$$

- B' und β' : bruchmechanische Materialparameter der simultanen Anpassung
- k und W_{tot} : Spannungs-Dehnungsverhalten aus den Ermüdungsprüfungen
- c_n : finale Rislänge entspricht 15 mm (Durchmesser des Hantelkörpers)
- c_0 : initialen Rislänge bzw. Partikeldurchmesser aus der CT Analyse

Diese Formulierung erlaubt die Lebensdauerberechnung des Hantelprüfkörpers für verschiedene dynamische Amplituden in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers aus der Partikelgrößenverteilung. Die Risswachstumsparameter B' und β' zur Unterlast- und Temperaturabhängigkeit sind in den Tabellen 6.1 und 6.2 bereits bestimmt. k und W_{tot} werden während den Ermüdungsprüfungen für jede dynamische Amplitude aufgezeichnet und für die Vorausberechnung angewendet.

Der Zusammenhang zwischen Lebensdauer und totaler Energiedichte aus Gleichung 6.1 ist in doppelt logarithmischer Darstellung für drei Materialien im Fall der Zug-Unterlast ($R=0$) in Abbildung 6.1 dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Kennlinien von den drei Materialien sich überschneiden. Das EPDM-Material hat eine deutlich geringere Lebensdauer im Vergleich zu den anderen Materialien bei der gleichen totalen Energiedichte. Das NR-Material zeigt aufgrund seiner besonderen physikalischen Eigenschaften im Vergleich zum HNBR- und EPDM-Werkstoff bei gleicher totaler Energiedichte eine höhere Lebensdauer.

Das HNBR Material zeigt eine höhere Steigung sowohl bei der Risswachstumsuntersuchung als auch bei der Ermüdungsprüfung (Tabelle 6.3). Die Steigungen aus beiden Prüfungen weichen voneinander ab, was durch unterschiedlichen Verformungsamplituden und Schwingungsmoden der Risswachstums- und Ermüdungsprüfungen zu erklären ist.

Abbildung 6.2 zeigt die Berechnungsergebnisse des Hantelprobekörpers für vier dynamischen Am-

Tabelle 6.3: Steigung aus dem Paris-Erdogan-Plot und den Wöhler-Linien für drei verschiedenen Werkstoffe aus dem Experiment.

Steigung	EPDM (β)	HNBR (β)	NR(β)
Risswachstum	2,06	3,92	2,10
Ermüdung	3,62	4,20	2,46

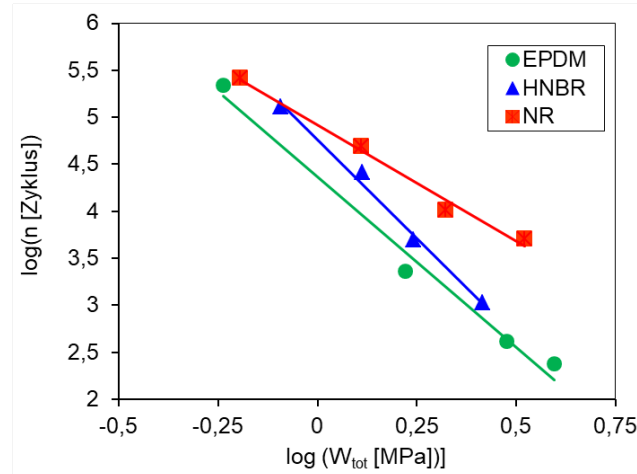


Abbildung 6.1: Darstellung der Zyklanzahl gegen die totale Energiedichte für drei verschiedenen Materialien bei vier dynamischen Amplituden und einer Vorspannung von 0 MPa.

plituden. Unverkennbar ist die starke Abhängigkeit der Lebensdauer von dem Partikeldurchmesser bzw. der initialen Risslänge c_0 . Die Lebensdauer nimmt bei einer Erhöhung des Partikeldurchmessers von 0,05 mm auf 1 mm um etwa vier Dekaden ab. Belastungserhöhung des Hantelprüfkörpers führt zur Verschiebung der Ausfallkurven zum geringeren Lebensdauern.

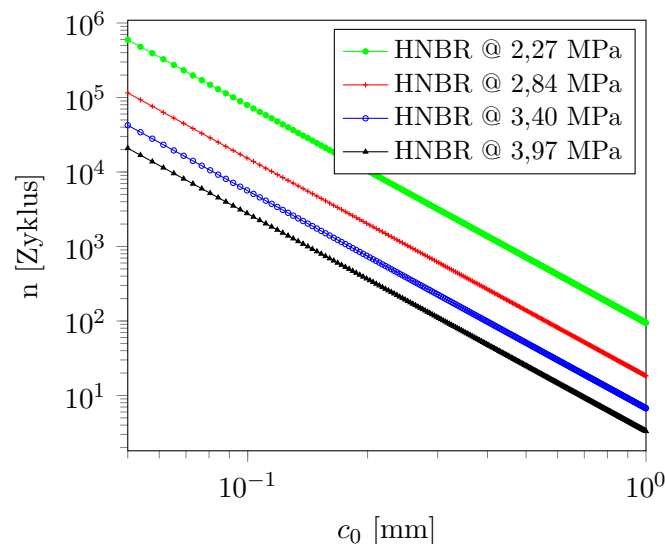


Abbildung 6.2: Berechnete Lebensdauer des Hantelkörpers gegen den Partikeldurchmesser bei vier dynamischen Amplituden des HNBR-Materials bei 0 MPa Vorspannung, 1 Hz und RT

6.2 Beschreibung der Partikelauftretswahrscheinlichkeit

6.2.1 Anpassung der Partikelgrößenverteilung

Um in Elastomerwerkstoffen vorliegende Partikeln bzw. Agglomerate zu beschreiben. Wurde als Anpassungsfunktion für die Partikelgrößenverteilung aus der Computer-tomographische Analyse (CT) (Kapitel 4.1) die logarithmische Normalverteilung gewählt. Diese lässt sich durch folgende Formulierung definieren:

$$f(x) = \frac{A}{\sigma_S \cdot x \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{[\ln(\frac{x}{\mu})]^2}{2\sigma_S^2}\right) \quad (6.2)$$

- A : Parameter der Anpassungsfunktion (Flächeninhalt)
- σ_S : Parameter der Anpassungsfunktion (Standardabweichung)
- μ : Parameter der Anpassungsfunktion (Erwartungswert)
- x : Partikeldurchmesser aus der CT-Analyse

Durch Logarithmusbildung können Flächeninhalt (A), Standardabweichung (σ_S) und Erwartungswert (μ) aus der Anpassungskurve identifiziert werden.

$$\sigma_S = \sqrt{\frac{-1}{2a}} \quad (6.3)$$

$$\mu = \exp[\sigma_S^2 \cdot (b + 1)] \quad (6.4)$$

$$A = \sqrt{2\pi} \cdot \sigma_S \cdot \exp\left[\frac{c + \log(\mu)^2}{2\sigma_S^2}\right] \quad (6.5)$$

wobei a , b und c Anpassungsparametern sind.

Über dieses Verfahren lassen sich die Partikelgrößenverteilungen für drei Elastomere mit hoher Korrelationsgüte kontinuierlich beschreiben (Tabelle 6.4).

Tabelle 6.4: Funktionsparameter der logarithmischen Normalfunktion von drei Materialien bei einer Anpassung an die jeweilige Partikelgrößenverteilung

Material	A	σ_S	μ
EPDM	0,0755	0.5832	0,0245
HNBR	$2 \cdot 10^{32}$	4,186	9,088
NR	0.3122	0,7226	0.0124

Abbildungen 6.3 bis 6.5 zeigen die Ergebnisse der Partikelgrößenverteilung zusammen mit dem angepassten Kurven aus der logarithmische Normalverteilung für drei Werkstoffe.

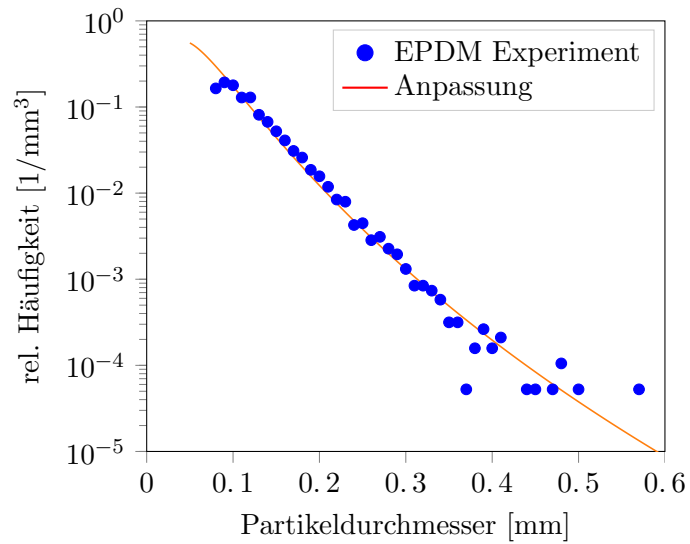


Abbildung 6.3: Relative Partikelhäufigkeit in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers für das EPDM Material.

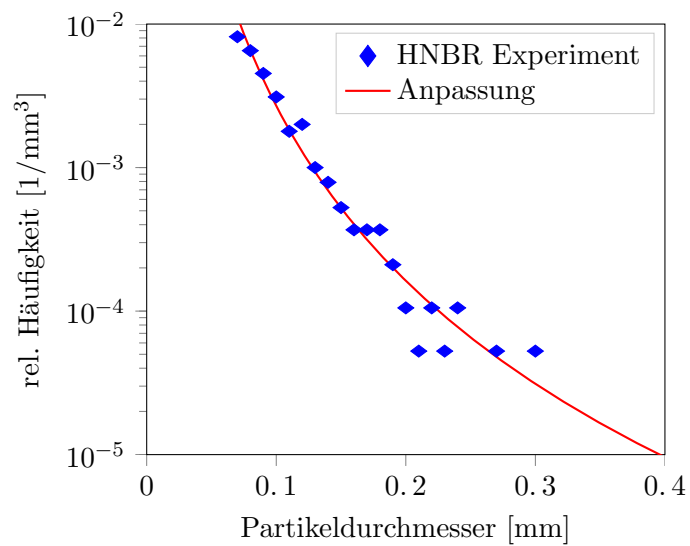


Abbildung 6.4: Relative Partikelhäufigkeit in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers für das HNBR Material.

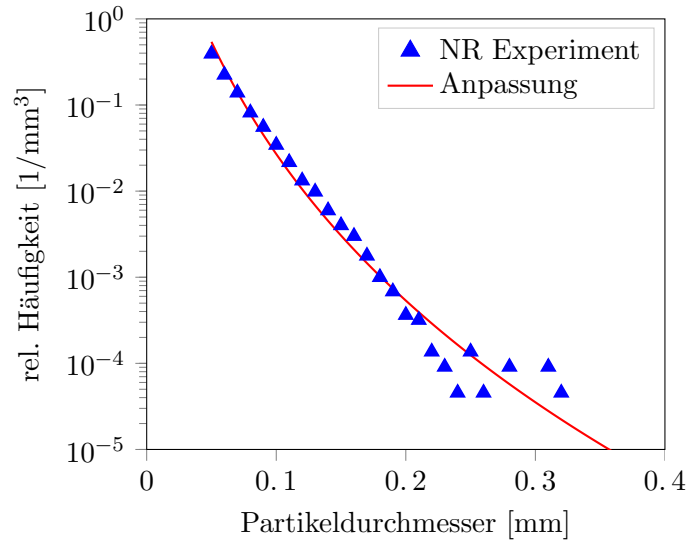


Abbildung 6.5: Relative Partikelhäufigkeit in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers für das NR Material.

6.2.2 Beschreibung der Auftretswahrscheinlichkeit

Zur Beschreibung der Auftretswahrscheinlichkeit wurde als Ansatz die Multinomialverteilung [87, 88] gewählt. Sie beschreibt die Berechnung der Wahrscheinlichkeit W (Gl. 6.7) für den Besetzungszustand eines Systems, in dem sich eine Menge von gleichartigen Elementen $N_k = \sum_k N_i$ auf mehrere unterschiedlich große Teilbereiche aufteilt. Die Wahrscheinlichkeit P_k für ein einzelnes Element in einem Bereich lässt sich durch folgende Gleichung definieren [1].

$$W(N_1, \dots, N_k) = \frac{N!}{N! \cdot \dots \cdot N_k} \cdot P_1^{N_1} \cdot \dots \cdot P_k^{N_k} \quad (6.6)$$

Ausgehend von der logarithmischen Normalverteilung der Partikelgrößenverteilung (Kapitel 6.2.1) und den Angaben des Mischvolumens bzw. Hantelvolumens, kann man die Wahrscheinlichkeit von Partikeln mit einem entsprechenden Durchmesser in den Hantelprüfkörpern berechnen. Bereiche wo die Partikeln vorhanden sein können, sind lediglich das Testvolumen V_{Test} des Hantelkörpers (ca. 4000 mm³) oder das gesamte Messvolumen V_{Misch} (ca. 19.000 mm³).

Die Wahrscheinlichkeit eines Partikels mit dem entsprechenden Durchmesser in einem Testvolumen lässt sich durch eine Vereinfachung der Formulierung aus Gleichung 6.7 berechnen:

$$W(N_{\phi x}) = \left(\frac{V_{Misch} - V_{Test}}{V_{Misch}} \right)^{(f(x) \cdot V_{Misch})} \quad (6.7)$$

Die Wahrscheinlichkeit einen Partikel mit dem entsprechenden Durchmesser (ϕx) in einem Testvolumen nicht zu finden, ist wie folgt definiert:

$$Z(N_{\phi x}) = 1 - W(N_{\phi x}) \quad (6.8)$$

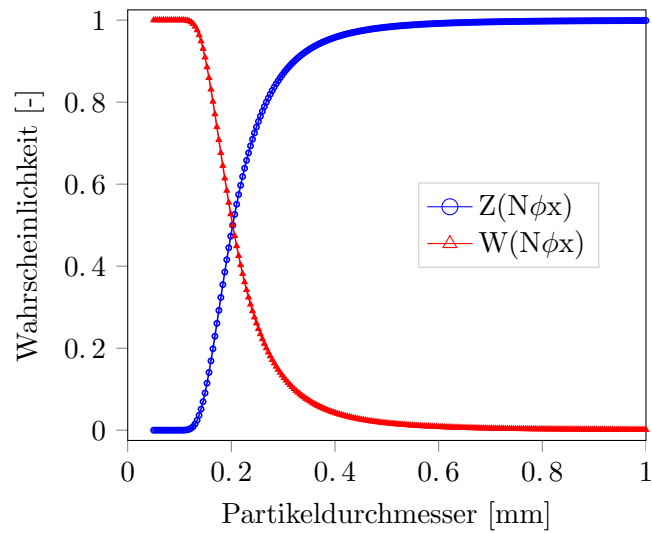


Abbildung 6.6: Berechnete Wahrscheinlichkeit in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers, mindestens einen Partikel der betrachteten Größe im Hantelvolumen des HNBR-Materials vorzufinden.

Abbildung 6.6 stellt die Auftretenswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers für das HNBR-Material dar. Die höchste Wahrscheinlichkeit einen Partikel im Testvolumen zu finden, ist gerade bei den kleinen Partikeln maximal und minimal bei großen Partikeln (>0,6 mm).

7 Vorausberechnung der Ausfallwahrscheinlichkeitsdichte

Die zur Ermittlung einer Wöhlerlinie nötige Probenanzahl steht oftmals nicht zur Verfügung. Ist nur eine geringe Anzahl Proben oder wenig Zeit vorhanden, muss ein anderer Weg gegangen werden, das Bauteil zu charakterisieren.

Eine Möglichkeit zur Auswertung mit wenigen Proben ist die Durchführung einer Ausfallwahrscheinlichkeit mit erhöhter Last oder erhöhtem Prüfumfang [89, 90]. Bei der Auswertung einer Ausfallwahrscheinlichkeit mit wenigen Proben ist eine Kennzahl nötig, die das Streuverhalten der Messung angemessen beschreibt. Dies ist für die logarithmische Normalverteilung die logarithmische Standardabweichung [89] oder für die Weibullverteilung der Formparameter [90]. Diese Werte müssen auf der Basis vorliegender Erfahrungen abgeschätzt oder der Literatur, z.B. [91, 92], entnommen werden.

Mit Hilfe der Integration der Paris-Erdogan-Formulierung wurde ein Weg gefunden, um die berechnete Zyklenanzahl n (Gl. 6.2) in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers c_0 aus der computer-tomographischen Analyse von Prüfkörpern zu berechnen. Gemeinsam mit der größenabhängigen Auftrittswahrscheinlichkeit (Gl. 6.8) kann man die Wahrscheinlichkeitsdichte $E(n)$ [1] in Abhängigkeit der Zyklenanzahl n für jede Amplitude berechnen (Gl. 7.1).

$$E(n) = \int n \cdot W(\phi x) dn \quad (7.1)$$

7.1 Lebensdauer-Vorhersage ohne Vorspannung

In diesem Abschnitt wird die Lebensdauer-Vorhersage bei Raumtemperatur ohne Vorspannung ($R=0$) für drei Werkstoffe (NR, EPDM und HNBR) für verschiedenen dynamische Amplituden vorgestellt. Die Lebensdauer aus der Vorausberechnung und dem experimentellen Befund werden verglichen. Alle Versuche in diesem Abschnitt wurden bei einer Frequenz von 1 Hz durchgeführt.

In Abbildung 7.1 sind die Wahrscheinlichkeitsdichten und maximalen Spannungsamplituden für den NR Werkstoff in Abhängigkeit der Zyklenanzahl bei vier verschiedenen dynamischer Amplituden dargestellt. Es ist zu sehen, dass die Vorausberechnung sehr gut mit den experimentellen Ergebnissen der drei höheren Laststufen übereinstimmt. Lediglich bei der geringsten dynamischen Amplitude unterschätzt die Vorausberechnung den experimentellen Befund leicht.

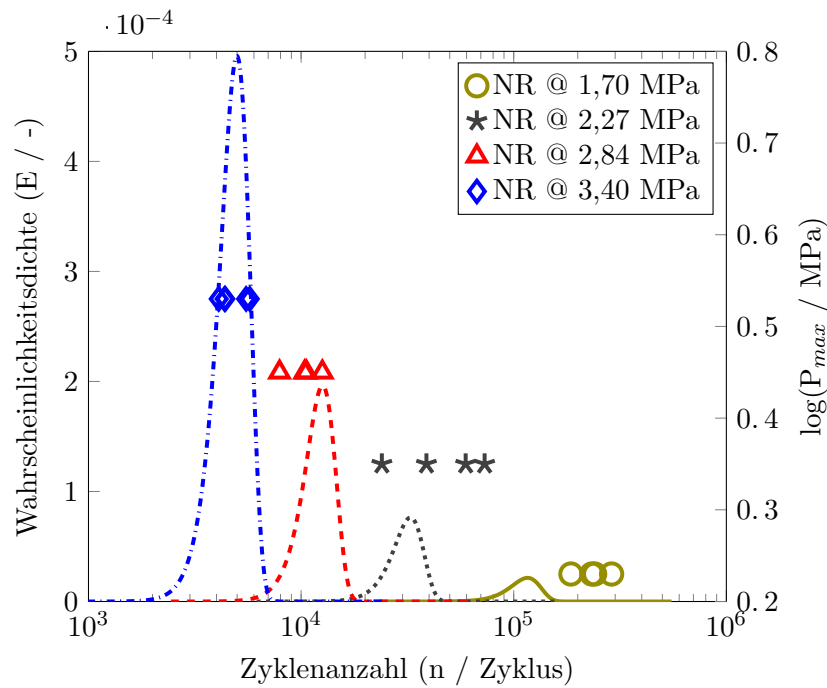


Abbildung 7.1: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das NR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und 0 MPa Vorspannung.

Für den EPDM Werkstoff sind die auf diese Weise berechneten Wahrscheinlichkeitsdichten und die Maximalspannung aller verwendeten dynamischen Amplituden dem gemessenen Ausfallverhalten der Hantel-Prüfkörper gegenübergestellt (Abb. 7.2). Es ist deutlich zu erkennen, dass bei den zwei höheren dynamischen Amplituden die Vorausberechnung den experimentelle Befund leicht überschätzt. Die Wahrscheinlichkeitsdichte bei einer dynamischen Amplitude von 1,70 MPa liegen im selben Lastzyklenbereich, in dem die Hantel-Prüfkörpern während der Experimente ausgefallen sind. Für die geringste dynamische Amplituden von 1,13 MPa unterschätzt die Vorausberechnung die experimentellen Ergebnisse aufgrund der Dauerfestigkeit. Es ist an dieser Stelle wichtig darauf hinzuweisen, dass eine Abnahme der dynamischen Amplitude zu einer Erhöhung der Streubreite der Messergebnisse führt.

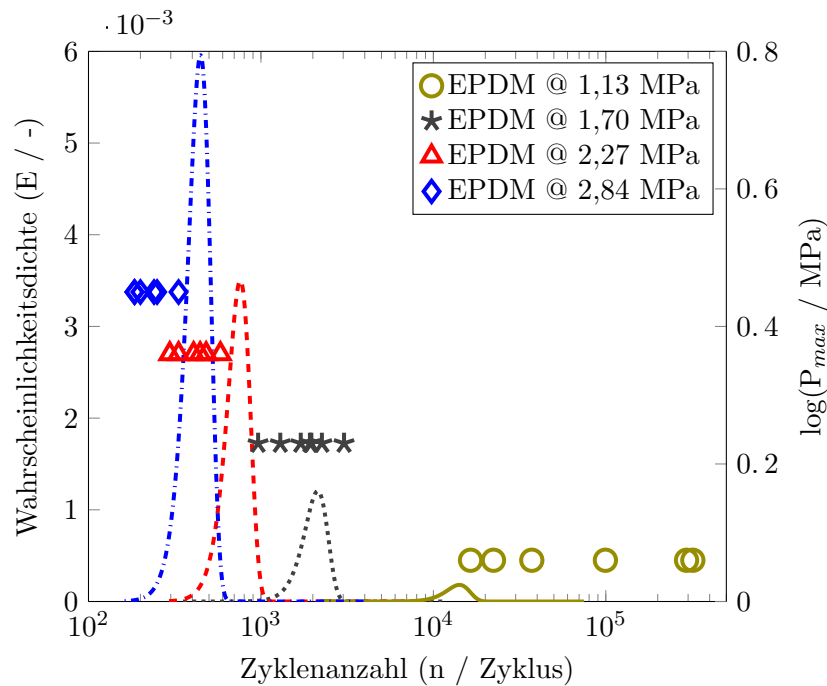


Abbildung 7.2: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das EPDM-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und 0 MPa Vorspannung.

Abbildung 7.3 stellt die Wahrscheinlichkeitsdichten und die Maximalspannung in Abhängigkeit der Zyklanzahl des Hantel-Prüfkörpers für den HNBR Werkstoff dar. Es zeigt sich, dass bei allen dynamischen Amplituden die Vorausberechnung den experimentellen Versuchen leicht unterschätzt. Allerdings weisen Streubreite und Reihenfolge auf eine gute Übereinstimmung hin. Es ist zu sehen, dass eine Erhöhung der dynamischen Amplitude zu einer besseren Übereinstimmung zwischen der Vorhersage und dem experimentellen Befund führt. Dieses Effekt kommt vermutlich durch die Material-Härte des HNBR Werkstoffes.

Die Spreizung, also der lastdifferenzabhängige Abstand der Spitzenwerte wird bei allen Materialien in angemessener Übereinstimmung mit den Messwerten wiedergegeben. Dieses ist ein sehr wesentlicher Befund, da dieser bei der Anwendung des Vorhersageverfahrens in der Bewertung unterschiedlicher Lastzustände sinnvolle Ranking-Aussagen in Aussicht stellt.

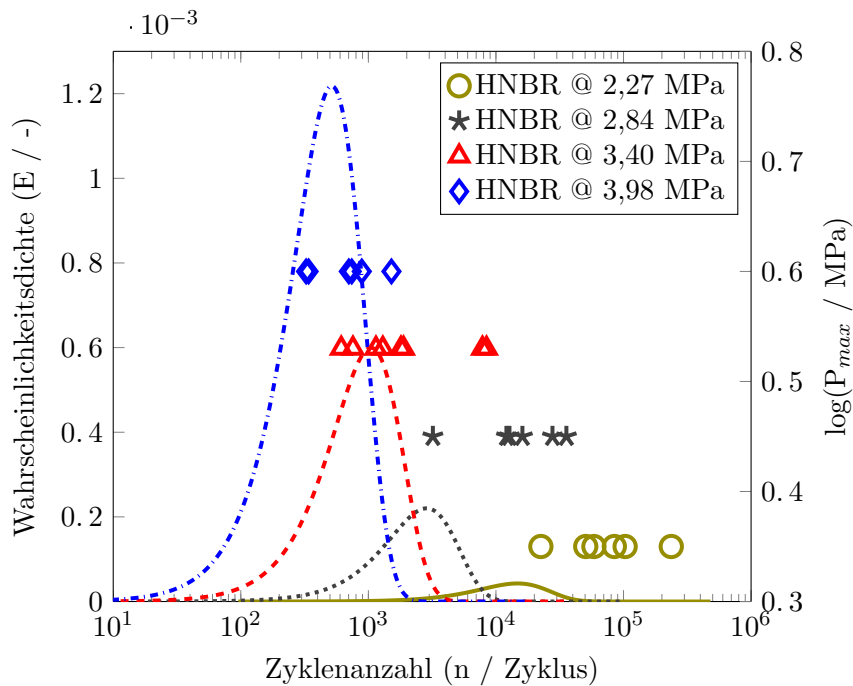


Abbildung 7.3: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das HNBR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und 0 MPa Vorspannung.

7.2 Einfluss der Unterlastabhängigkeit auf die Lebensdauer

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse zur Lebensdauer-Vorhersage in Falle der Zug- ($R > 0$) bzw. Druck-Zugunterlastabhängigkeit ($R < 0$) vorgestellt.

7.2.1 Lebensdauer-Vorhersage zur Zug-Unterlastabhängigkeit

Die Lebensdauer aus der Vorausberechnung und dem experimentellen Befund an Hantelkörpern wird für den Fall $R > 0$ bei zwei verschiedenen statischen Vorspannungen (+0,56 MPa und +1,13 MPa) präsentiert und diskutiert.

Abbildungen 7.4 und 7.5 stellen Wahrscheinlichkeitsdichte und Maximalspannung in Abhängigkeit der Zyklanzahl für den HNBR Werkstoff bei zwei unterschiedlichen statistischen Vorspannungen (+0,56 MPa und +1,13 MPa) den experimentellen Messwerten gegenüber. Abbildung 7.4 zeigt bei allen dynamischen Amplituden eine gute Übereinstimmung zwischen Vorausberechnung und experimentellen Ergebnissen dar.

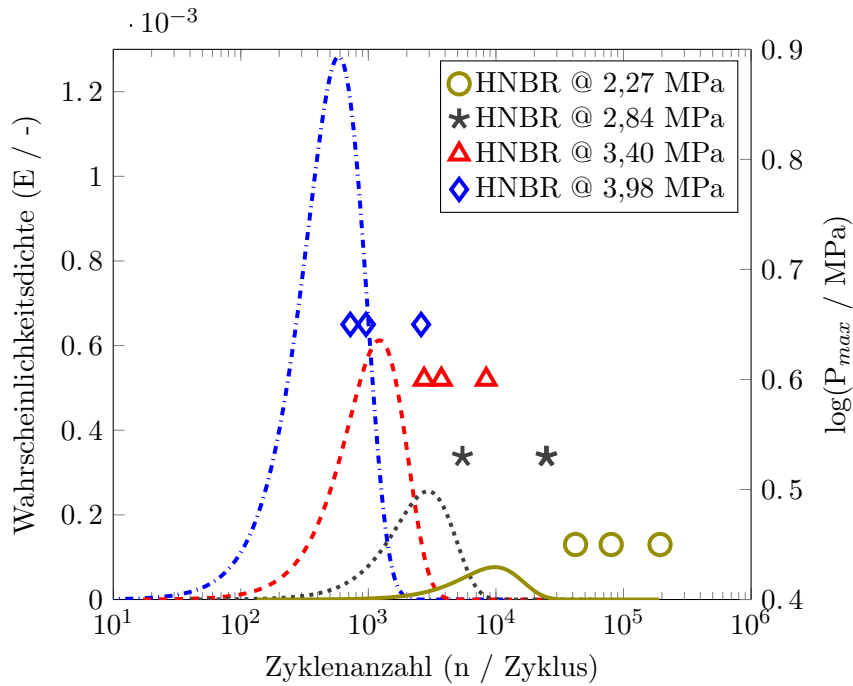


Abbildung 7.4: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das HNBR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und +0,56 MPa Vorspannung.

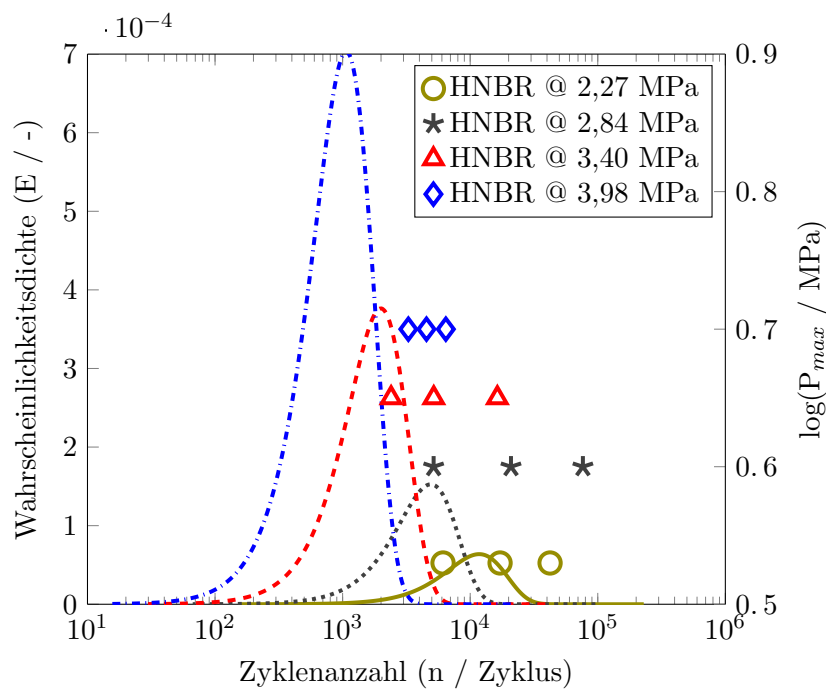


Abbildung 7.5: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das HNBR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und +1,13 MPa Vorspannung.

Für den HNBR Werkstoff bei einer statischer Vorspannung von +1,13 MPa, unterschätzt die Vorausberechnung die experimentellen Ergebnisse bei allen dynamischen Amplituden. Eine Ver-

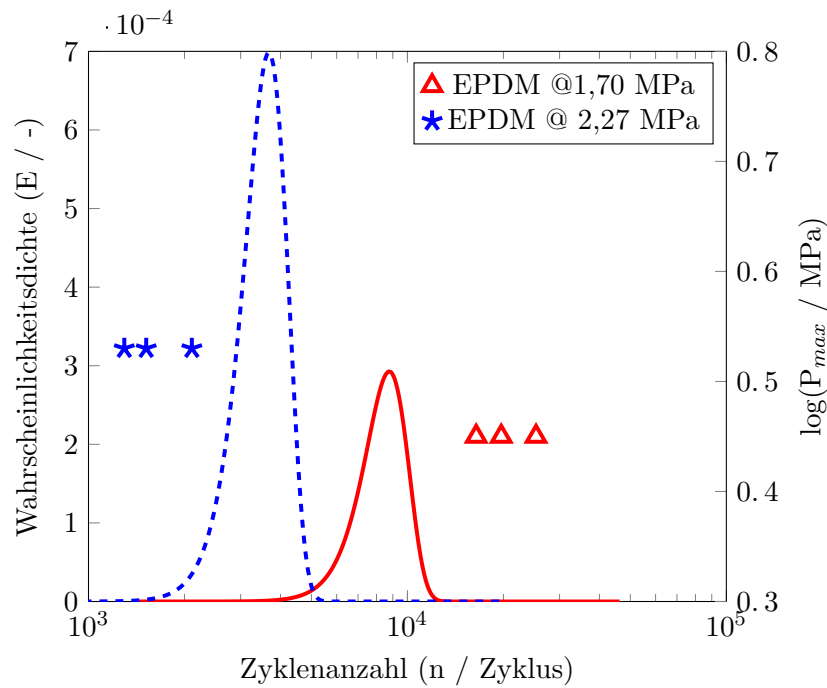


Abbildung 7.7: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das EPDM-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und +1,13 MPa Vorspannung.

Abbildung 7.8 stellt die Wahrscheinlichkeitsdichte sowie die Maximalspannung in Abhängigkeit der Zyklenzahl bei einer statischer Vorspannung von +0,56 MPa für zwei verschiedenen dynamischen Amplituden dar. Es ist zu sehen, dass die Vorhersage das experimentelle Ergebnis um ca. eine Dekade unterschätzt, die Ergebnisse der Vorausberechnung zeigen ähnliche Streubreite im Vergleich zum experimentellen Befund. Aufgrund der Dehnungskristallisation ist die Lebensdaueranstieg bei Verringerung der dynamischen Amplitude bei gleicher statischer Vorspannung gering.

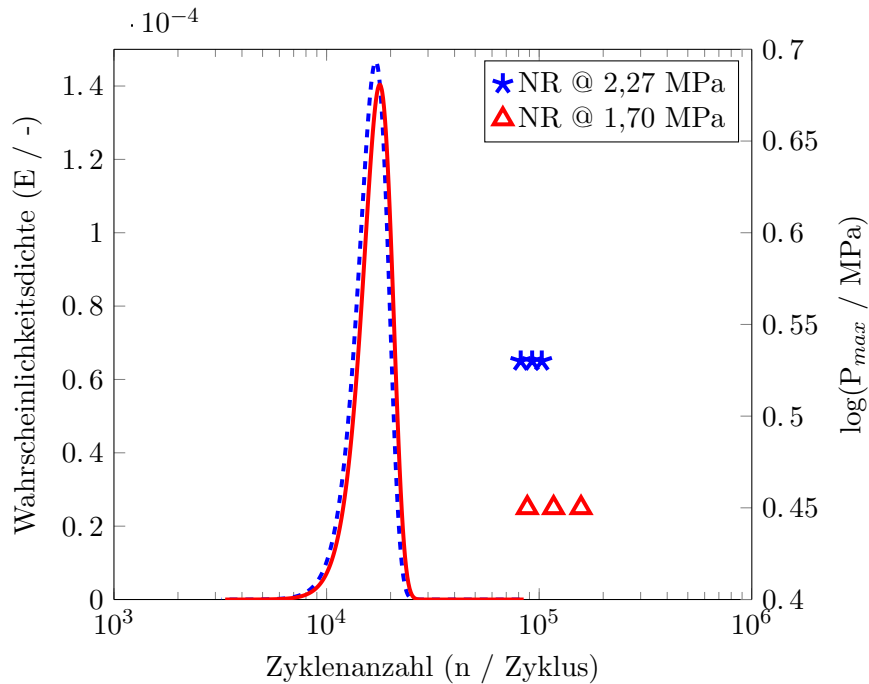


Abbildung 7.8: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das NR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und +0,56 MPa Vorspannung.

7.2.2 Lebensdauer-Vorhersage zur Druck-Unterlastabhängigkeit

In diesem Abschnitt wird die Lebensdauer-Vorhersage für den Hantel-Prüfkörper zur Druck-Zug-Unterlastabhängigkeit ($R < 0$) für drei verschiedenen Werkstoffe (EPDM, HNBR und NR) vorgestellt. Die Vorausberechnung bzw. experimentellen Versuche wurden mit zwei verschiedenen statischen Vorspannungen (-0,56 MPa und -1,13 MPa) durchgeführt.

Abbildung 7.9 und 7.10 stellen die Wahrscheinlichkeitsdichte und Maximalspannung der Hantel-Prüfkörper in Abhängigkeit der Zyklanzahl bei zwei verschiedenen statischen Vorspannungen für den EPDM Werkstoff dar. Der EPDM Werkstoff bei einer statischer Vorspannung von -0,56 MPa zeigt für beide dynamischen Amplituden eine akzeptable Übereinstimmung zwischen der Vorhersage und den experimentellen Ergebnissen (Abb. 7.9). Bei statischer Vorspannung von -1,13 MPa ist zu sehen, dass bei der höheren dynamischen Amplitude von 2,83 MPa der Vergleich zwischen Vorhersage und experimentellem Befund gut übereinstimmt. Allerdings unterschätzt die Vorausberechnung den experimentellen Ergebnissen leicht (Abb. 7.10). Bei gleicher statischer Vorspannung (-0,56 MPa bzw. -1,13 MPa) nimmt die Lebensdauer mit abnehmender dynamischer Amplitude zu. Die Übereinstimmung zwischen Vorhersage und Experiment bei höheren dynamischer Amplituden ist aufgrund der Dauerfestigkeit besser als bei niedrigen dynamischen Amplituden.

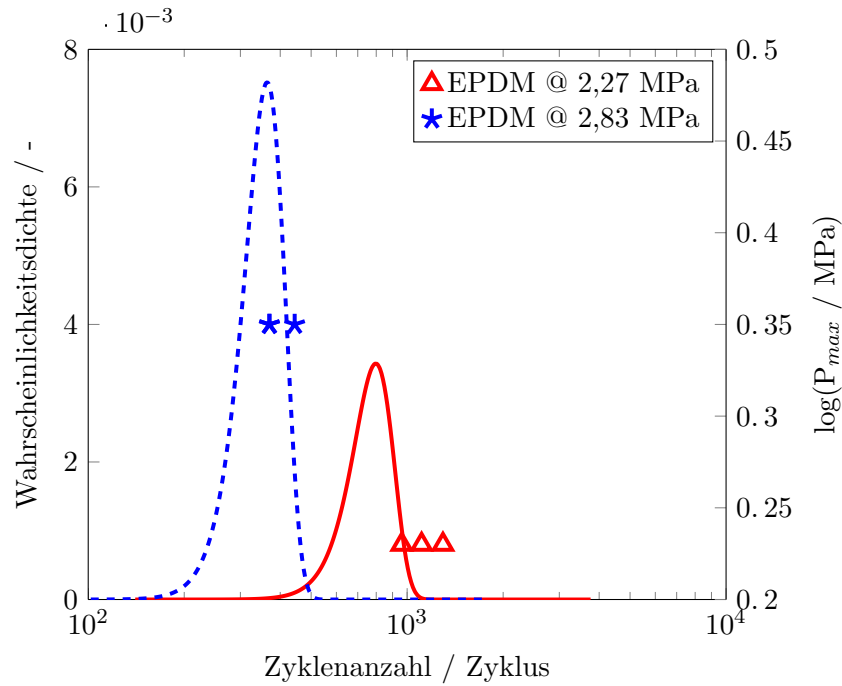


Abbildung 7.9: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das EPDM-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und -0,56 MPa Vorspannung.

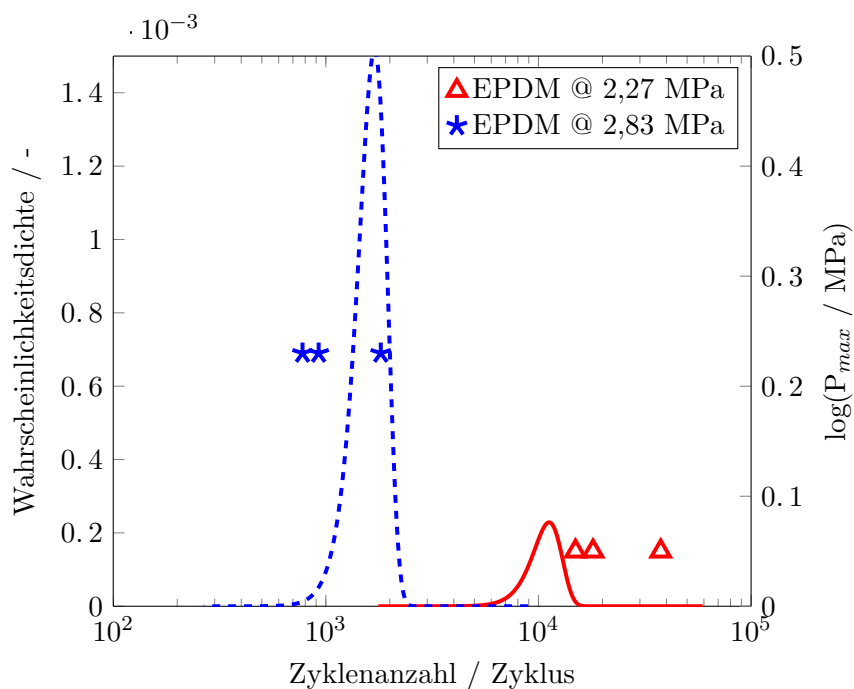


Abbildung 7.10: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das EPDM-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und -1,13 MPa Vorspannung.

Abbildung 7.11 und 7.12 zeigen den Vergleich zwischen Vorhersage und experimentelle Ergebnisse für den Hantel-Prüfkörper bei zwei verschiedenen statischen Vorspannungen für den HNBR Werk-

stoff. Für beide Fälle der statischen Vorspannung unterschätzt die Vorhersage den experimentellen Befund. Eine Erhöhung der statischen Druck-Vorspannung von -0,56 MPa auf -1,13 MPa führt zu einer steigenden Unterschätzung des Experiments. Um einen aussagekräftigen Vergleich zwischen Vorhersage und experimentellen Ergebnissen zu äußern, sind weitere experimentelle Prüfungen notwendig.

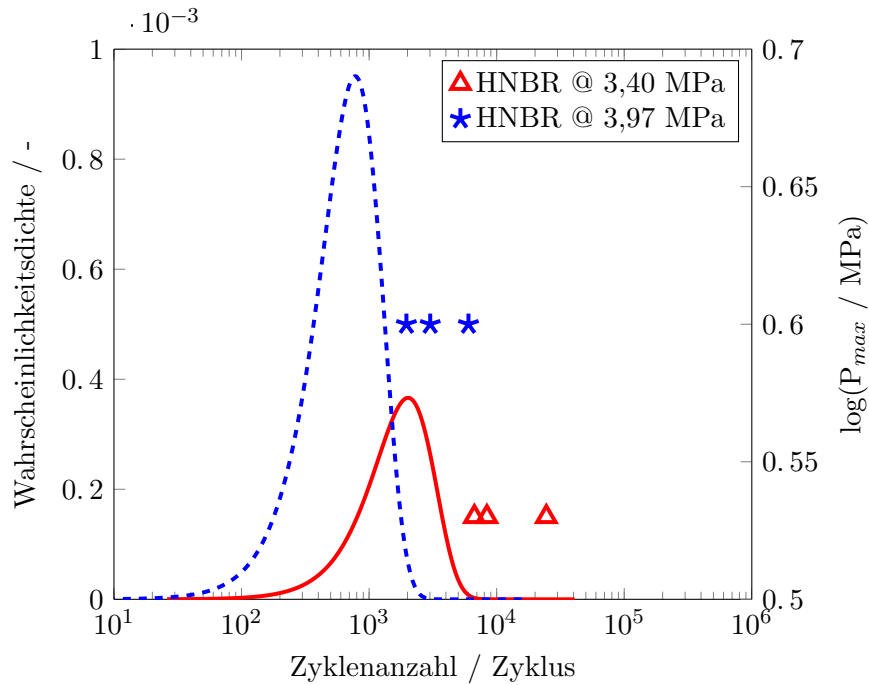


Abbildung 7.11: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das HNBR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und -0,56 MPa Vorspannung.

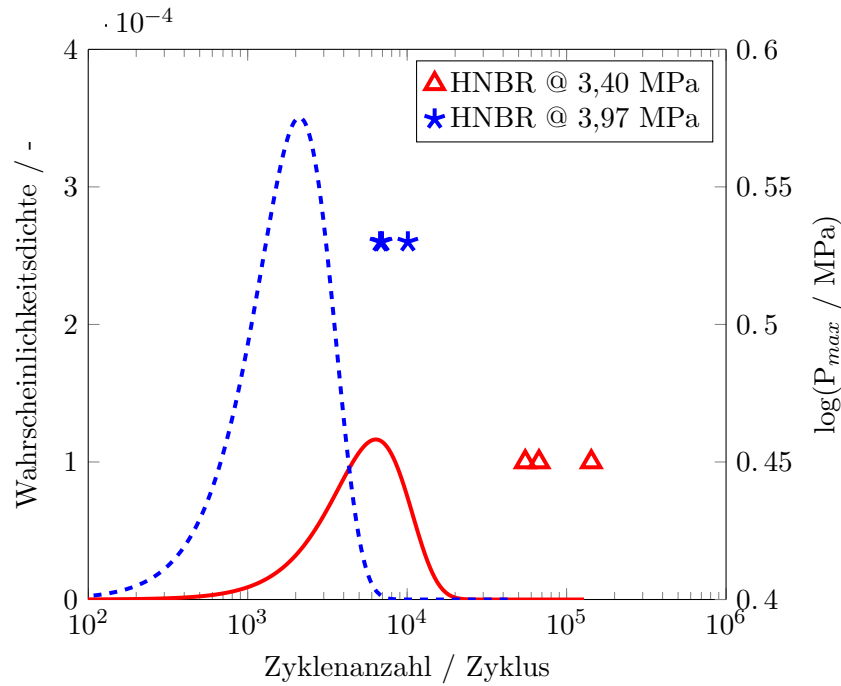


Abbildung 7.12: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das HNBR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und -1,13 MPa Vorspannung.

Für den NR Werkstoff, unterschätzt die Vorhersage die experimentellen Ergebnissen bei beiden statischen Vorspannungen und zwei verschiedenen dynamischen Amplituden (Abb. 7.13 und 7.14). Die Streubreite der experimentellen Versuche bei einer statischer Vorspannung von -0,56 MPa ist deutlich geringer als bei einer Vorspannung von -1,13 MPa. Der NR Werkstoff zeigt das gleiche Verhalten wie die anderen Werkstoffe im Bezug auf den Lebensdaueranstieg bei gleicher statischer Vorspannung und Verringerung der dynamischen Amplitude in Druck-Zug-Unterlast.

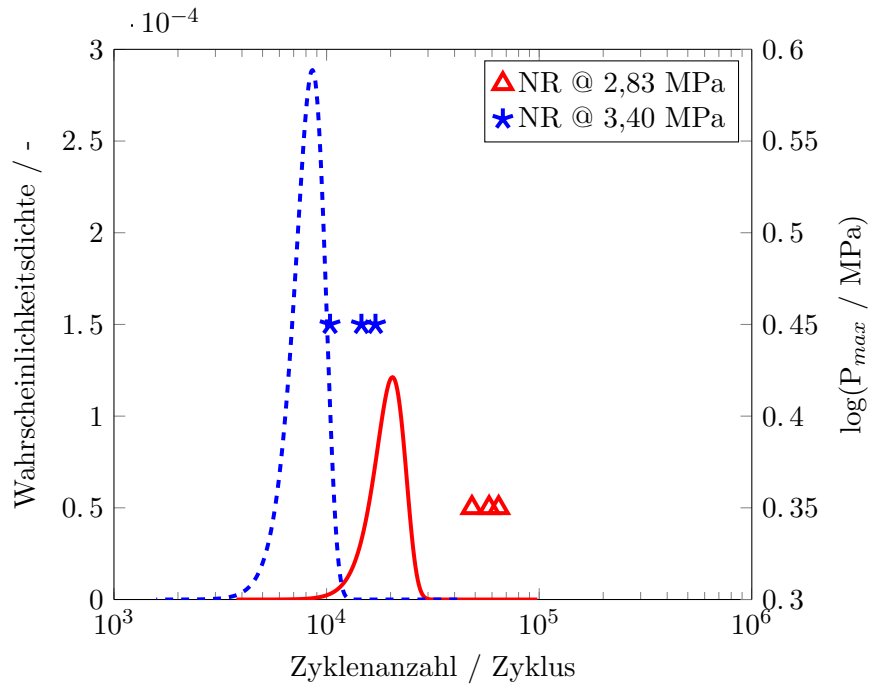


Abbildung 7.13: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das NR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und -0,56 MPa Vorspannung.

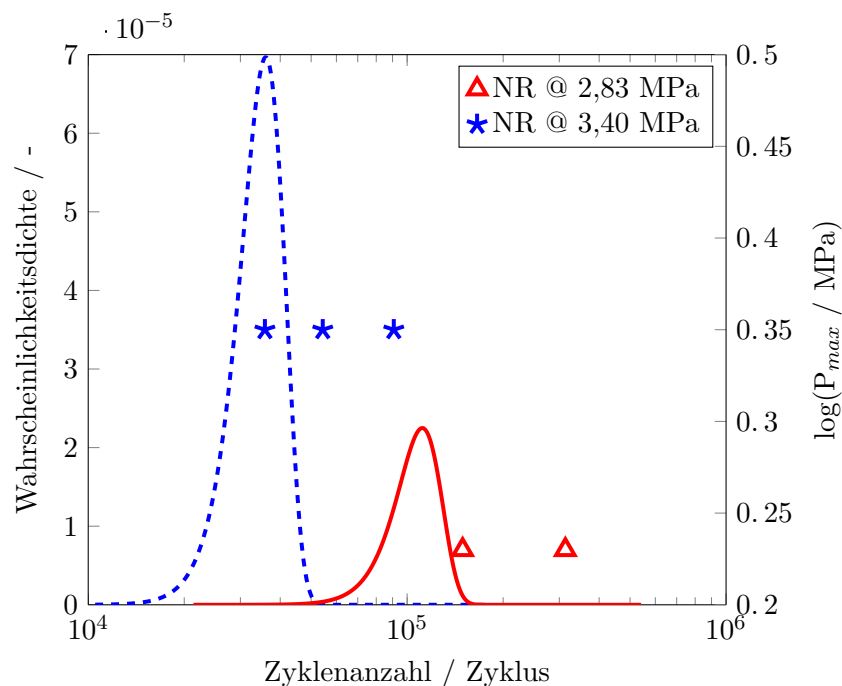


Abbildung 7.14: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das NR-Material zu vier verschiedenen dynamischen Amplituden bei 1 Hz, RT und -1,13 MPa Vorspannung.

7.3 Einfluss der Temperatur auf die Lebensdauer

Die Vorausberechnung der Lebensdauer-Vorhersage an Hantelprobekörper wurde für drei Werkstoffe (EPDM, NR und HNBR) bei drei Umgebungstemperaturen, gleicher dynamischer Amplitude und einer Frequenz von 1 Hz durchgeführt.

7.3.1 Lebensdauer-Vorhersage der Temperaturabhängigkeit

In Abbildung 7.15 sind die für das EPDM-Material berechneten Wahrscheinlichkeitsdichten aller verwendeten Umgebungstemperaturen dem Ausfallverhalten der Hantelkörper gegenübergestellt. Es ist zu sehen, dass die Vorhersage gut mit den experimentellen Ergebnissen der zwei höheren Umgebungstemperaturen übereinstimmt. Lediglich bei der geringsten Umgebungstemperatur unterschätzt die Vorhersage den experimentellen Befund. Die Lebensdauer-Experimente zeigen eine höhere Streuung im Vergleich zur Vorhersage gerade bei höheren Umgebungstemperaturen.

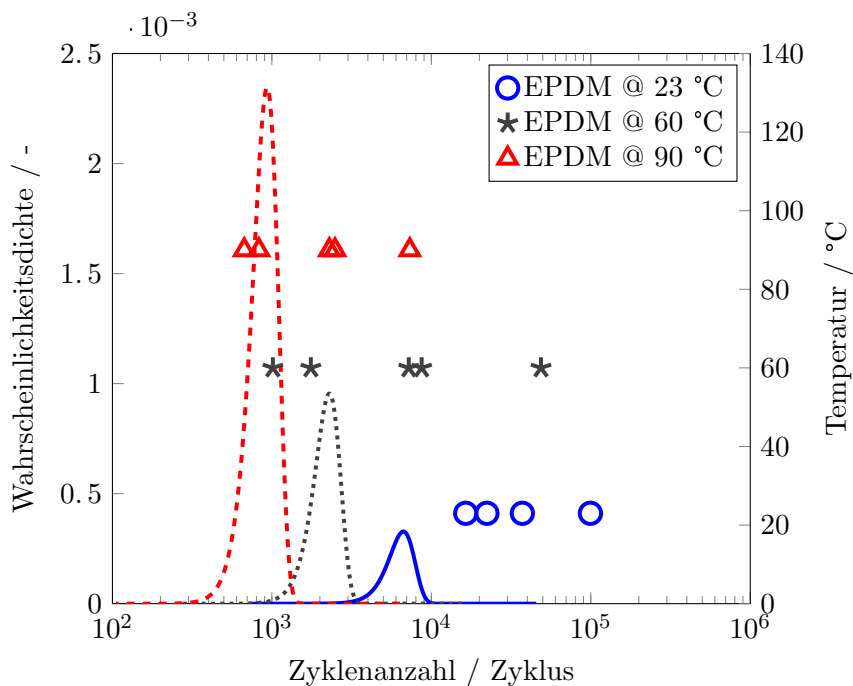


Abbildung 7.15: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das EPDM-Material bei drei verschiedenen Umgebungstemperaturen 23 °C, 60 °C und 90 °C, sowie einer dynamischen Amplitude von 1,14 MPa.

Abbildung 7.16 stellt die Wahrscheinlichkeitsdichte in Abhängigkeit der Zyklanzahl für den NR Werkstoff bei drei verschiedenen Umgebungstemperaturen und gleicher dynamischer Amplitude dar. Die Vorhersage unterschätzt die experimentellen Lebensdauerprüfungen bei allen Umgebungstemperaturen. Es ist zu sehen, dass die Übereinstimmung mit steigender Umgebungstemperatur besser wird. Allerdings nimmt die Streubreite der experimentellen Ergebnissen mit dem Temperaturanstieg zu.

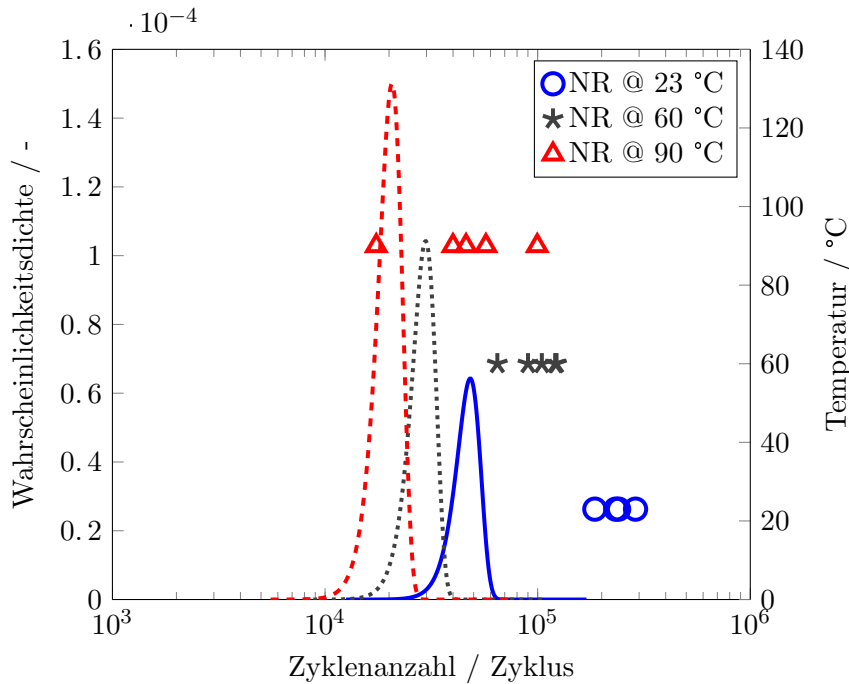


Abbildung 7.16: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das NR-Material bei drei verschiedenen Umgebungstemperaturen 23 °C, 60 °C und 90 °C, sowie einer dynamischen Amplitude von 1,70 MPa.

Für den HNBR Werkstoff wurde die Vorausberechnung bei drei verschiedenen Umgebungstemperaturen (23 , 70 und 120 °C) und drei unterschiedlichen dynamischen Amplituden durchgeführt (Abb. 7.17, 7.18 und 7.19). Abbildung 7.17 zeigt eine gute Übereinstimmung zwischen den experimentellen Ergebnissen und der Vorhersage bei gleicher dynamischer Amplitude (2,26 MPa) für 70 °C. Allerdings unterschätzt die Vorhersage die experimentelle Ergebnisse bei 23 °C.

Abbildung 7.18 zeigt eine gute Übereinstimmung zwischen den experimentellen Ergebnissen und der Vorausberechnung bei einer dynamischen Amplitude von 1,70 MPa und 120 °C. Bei 70 °C unterschätzt die Vorausberechnung die experimentelle Ergebnisse leicht. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Streubreite der experimentellen Prüfungen deutlich höher als die der Vorhersage ist. Der Umgebungstemperaturanstieg führt zu einer besseren Übereinstimmung zwischen der Vorhersage und dem Experiment.

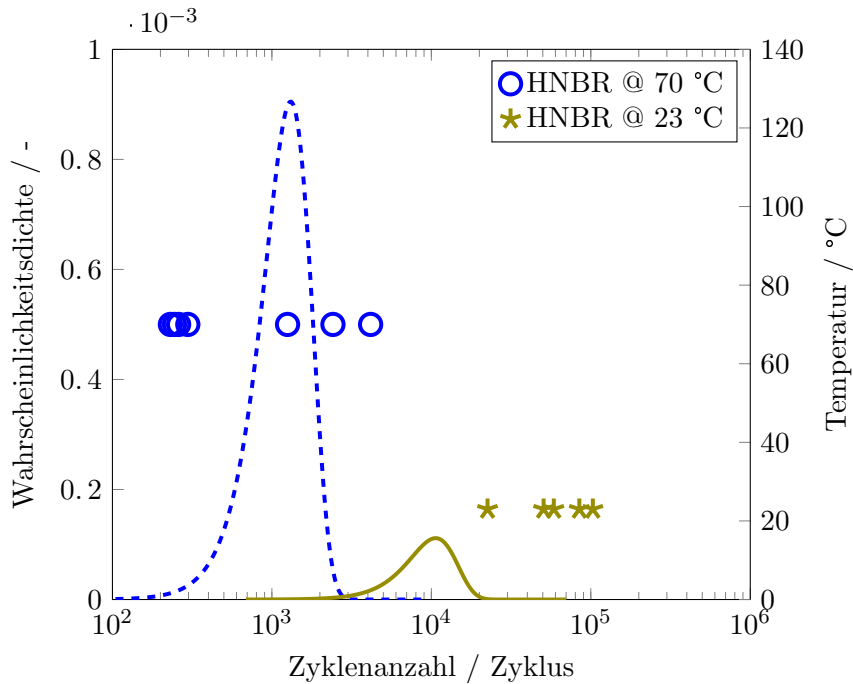


Abbildung 7.17: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das HNBR-Material bei zwei verschiedenen Umgebungstemperaturen 23 °C und 70 °C, sowie einer dynamischen Amplitude von 2,26 MPa.

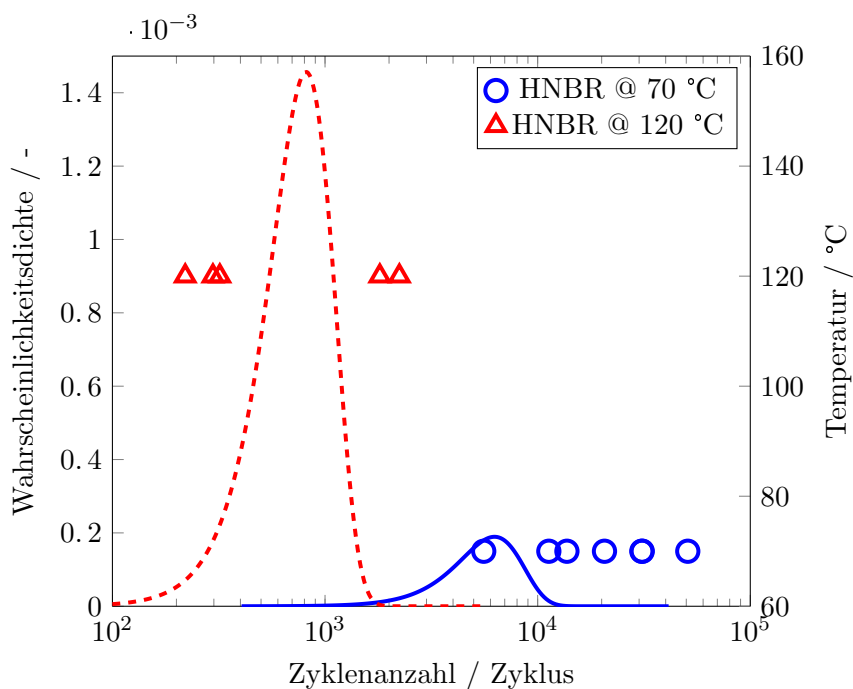


Abbildung 7.18: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das HNBR-Material bei zwei verschiedenen Umgebungstemperaturen 70 °C und 120 °C, sowie einer dynamischen Amplitude von 1,70 MPa.

Die Vorausberechnung der Lebensdauer-Vorhersage unterschätzt die Ergebnisse des experimentellen Befunds der zwei Umgebungstemperaturen (70 und 120 °C) für den HNBR Werkstoff bei

einer dynamische Amplitude von 1,42 MPa (Abb. 7.19). Bei höhere Umgebungstemperatur ist die Streubreite des Experiments deutlich höher als die Vorhersage. Es ist auch für den HNBR Werkstoff zu erkennen, dass bei niedriger dynamischer Amplitude die Übereinstimmung zwischen die Vorhersage und dem experimentellen Befund, vor allem bei höheren Umgebungstemperaturen, besser ist.

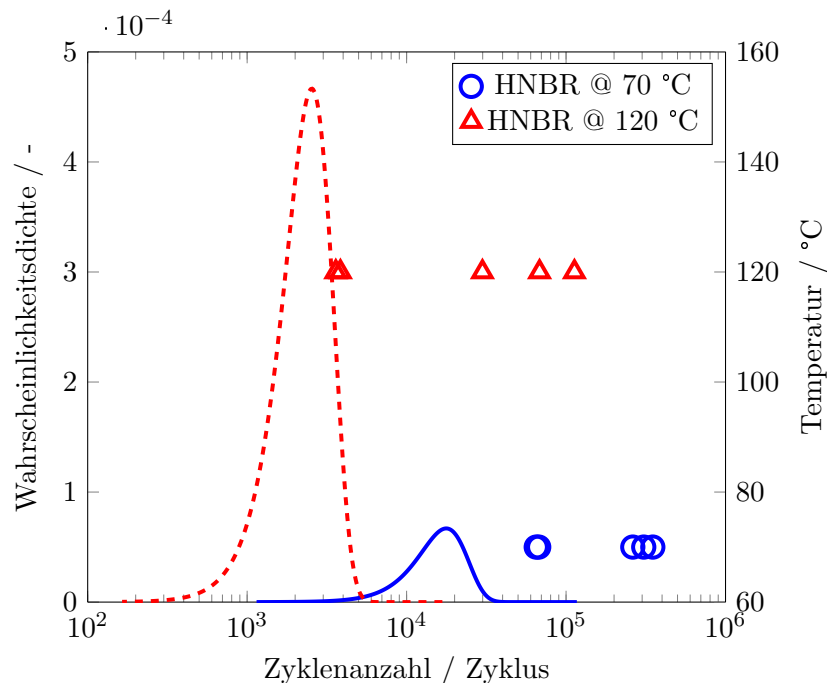


Abbildung 7.19: Vergleich von Vorausberechnung (Kurven) und experimentellem Befund (Symbole) für das HNBR-Material bei zwei verschiedenen Umgebungstemperaturen 70 °C und 120 °C, sowie einer dynamischen Amplitude von 1,42 MPa.

7.4 Diskussion

Die Normalverteilung (Gl. 7.2) lässt sich für die Beschreibung verschiedener Arten von Daten heranziehen. Sie eignet sich beispielsweise zur Beschreibung von Fehlertoleranzen bei der Herstellung von Bauteilen, von Verteilungen verschiedenen physikalischer oder chemischer Phänomene. Sie findet immer dann Anwendung, wenn jeder Datenpunkt das Ergebnis einer großen Anzahl von Zufallsvariablen ist. Da ihre Ausfallrate streng monoton steigend ist, kann die Normalverteilung für die Lebensdauer von Produkten mit verschleißbedingten Ausfallarten geeignet sein [93], findet jedoch nur gelegentlich Anwendung.

Weibull-Verteilung [94] und Log-Normalverteilung (Gl. 7.3), repräsentieren Lebensdauerverteilungen besser und werden üblicherweise zur Beschreibung verwendet [93]. Ein Grund für die Anwendungsrelevanz ist, dass sie eine große Vielfalt an Formen annehmen können und somit für die Anpassungen verschiedener Daten geeignet sind. Die Weibull-Verteilung (Gl. 7.4) lässt sich über den Skalenparameter λ und den Formparameter k_w anpassen.

$$f(x) = \frac{A}{\sigma_S \cdot x \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{(x - \mu)^2}{2\sigma_S^2}\right) \quad (7.2)$$

$$f(x) = \frac{A}{\sigma_S \cdot x \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{[\ln(\frac{x}{\mu})]^2}{2\sigma_S^2}\right) \quad (7.3)$$

$$f(x) = \lambda \cdot k_w (\lambda \cdot x)^{k_w - 1} \exp(-(\lambda \cdot x)^{k_w}) \quad (7.4)$$

Ludwig [1] zeigte bereits, dass die Anpassung der Partikelverteilung über eine Log-Normalverteilung bessere Resultate im Vergleich zu Weibull- und Normalverteilung erzielt. Besonders bei Verteilungen von Daten, die sich über mehrere Dekaden erstrecken, findet die Log-Normalverteilung Anwendung. Sie wird häufig für Wirtschaftsdaten, Daten zur Reaktion von biologischem Material auf Reize und bestimmte Analysen zu Versagensphänomenen, z.B. bei Metallermüdung und Lebensdauer von elektrischen Isolierungen verwendet. Daher wird die statistische Auswertung der Lebensdauerdaten in dieser Arbeit anhand der Log-Normalverteilung [95] vorgenommen.

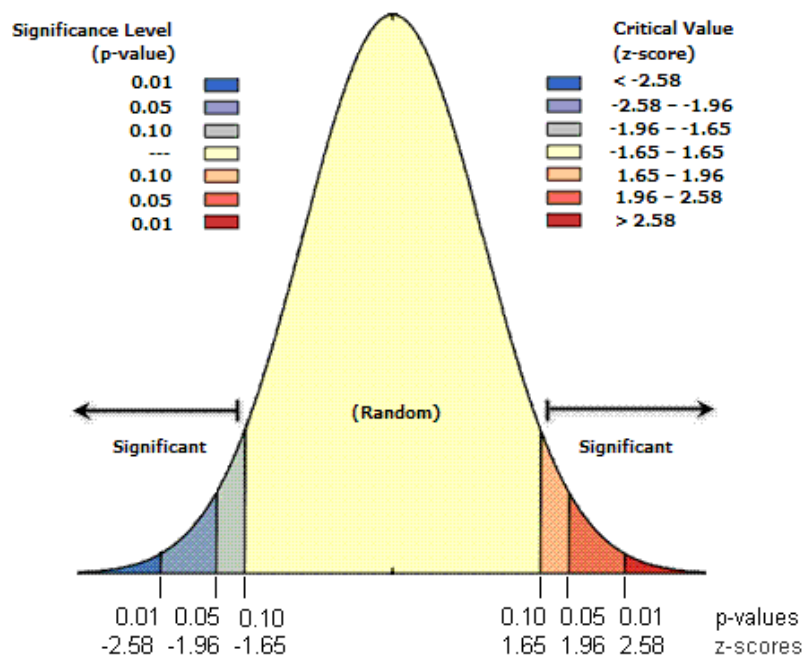


Abbildung 7.20: Schematische Darstellung der logarithmischen Normalverteilung mit verschiedenen Konfidenzintervallen [97, 96]

Die kritischen Z-Werte bei Verwendung eines Konfidenzniveaus von 95% sind die Standardabweichungen -1,96 und +1,96. Der nicht korrigierte, mit einem Konfidenzniveau von 95 Prozent verknüpfte p-Wert ist 0,05. Hier wurden die experimentellen Ergebnisse mit einer logarithmischen Normalverteilung (Abb. 7.20) für mit einem Konfidenzintervall von 95% statistisch ausgewertet.

Die Wöhlerlinien der Vorhersage und des Experiments sind aus den Mittelwerten gebildet und sie repräsentieren die Ausfallwahrscheinlichkeit bzw. die Ermüdungsprüfung (Kapitel 4.3).

7.4.1 Statistische Auswertung zur Unterlastabhängigkeit

Abbildungen 7.21, 7.22 und 7.23 stellen die Wöhler-Linien der Lebensdauer-Daten aus der Vorhersage und dem Experiment zur Zug-Unterlastabhängigkeit bei drei verschiedenen statischen Vorspannungen (0 MPa, 0,56 MPa und 1,13 MPa) für das HNBR-Material dar. In den meisten Fällen befinden sich die Mittelwerte aus der Vorhersage und dem Experiment innerhalb der Vertrauensgrenzen. Eine höhere dynamische Amplituden führt zu einer guten Übereinstimmung zwischen der Vorhersage und dem Experiment. Im Allgemeinen die Wöhler-Linien aus der Vorhersage unterschätzen die experimentellen Ergebnissen mit bis zu ca. einer Dekade.

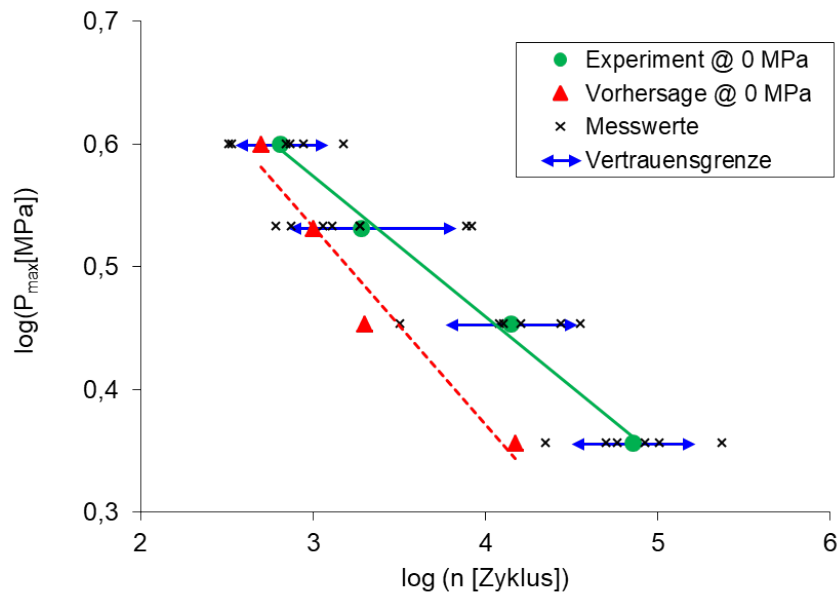


Abbildung 7.21: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei 0 MPa statischer Vorspannung mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das HNBR-Material.

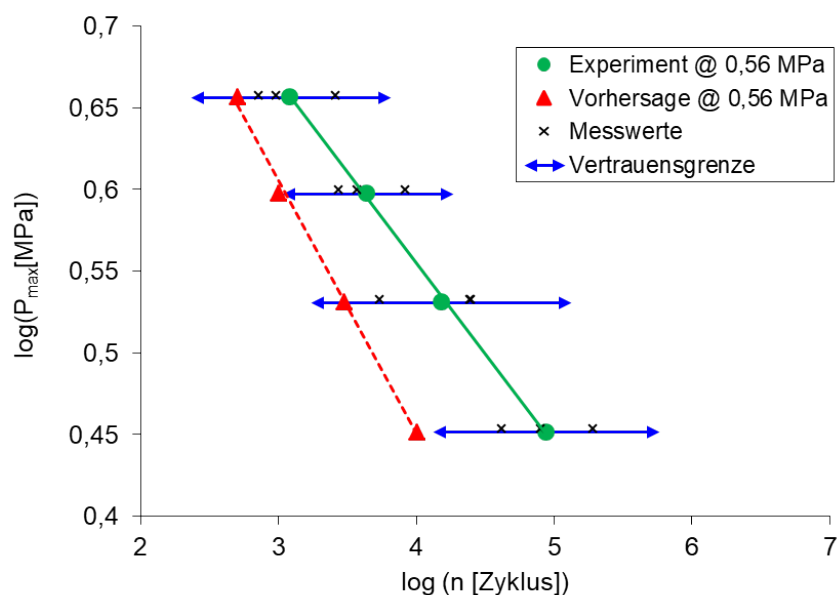


Abbildung 7.22: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei 0,56 MPa statischer Vorspannung mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das HNBR-Material.

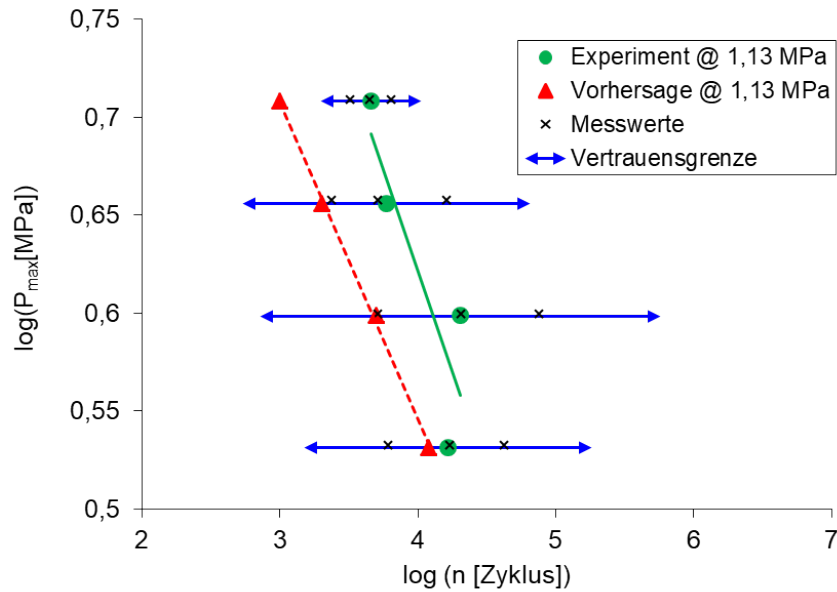


Abbildung 7.23: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei 1,13 MPa statischer Vorspannung mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das HNBR-Material.

Die Lebensdauervorhersagen für die HNBR Hantel-Proben in dynamischen Ermüdungsversuchen zeigen prinzipiell eine akzeptable Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen, jedoch werden die Zyklenanzahlen systematisch unterschätzt. Ein Grund dafür könnte die unterschiedliche Frequenz und der Antriebsmodus des Risswachstums- (Wegsteuerung) und der Ermüdungsversuche (Kraftsteuerung) sein.

Die Ermüdungsrissausbreitung hängt auch von der Temperaturentwicklung von Gummimaterialien ab. Eine Erhöhung der dynamischen Amplitude führt bei den Elastomerbauteilen zu einer Erhöhung der Temperatur während der dynamischen Belastung. Abbildung 4.18 zeigt die Temperaturentwicklung an der Oberfläche der SENT-Proben, die mit einem Infrarot-Kamerasystem ausgewertet wurde. Daher können sich die experimentellen Lebensdauerergebnisse bei höheren dynamischen Amplituden auf höhere Temperaturwerte in Bezug auf die Umgebungsbedingungen beziehen. Die Oberflächentemperatur zum Zeitpunkt des Versagens zwischen 32 °C und 44 °C von der kleinsten bis zur größten Amplitude [85].

Während der Rissausbreitung wird Energie in der Nähe der Rissspitze dissipiert. Bei geringeren Dehnungsamplituden ist der Temperaturanstieg an der Rissspitze geringer, da genügend Zeit zur Verfügung steht, damit die Wärme aus dem Rissspitzenbereich wegdiffundieren kann. Je höher die dynamische Dehnungsamplitude ist, desto mehr Energie wird in der Nähe der Rissspitze dissipieren. Dies führt zu einem Anstieg der Temperatur in der Nähe der Rissspitze, wodurch sich die viskoelastische Verlustspitze zu höheren Frequenzen verschiebt [38, 85].

Barenblatt [98] hat bereits ein Standardmodell zur Beschreibung der Prozesszone an der Rissspitze verwendet. Er nahm an, dass der Bindungsbruch an der Rissspitze durch Dehnung der Bindung orthogonal zu den Rissflächen erfolgt, bis sie bei einem bestimmten charakteristischen Spannungsniveau σ_c bricht. Persson et al. [38] schlugen vor, dass die Prozesszone an der Rissspitze in seitlichen Bereich um einen Abstand a vor der Rissspitze definiert ist (Abb. 7.24) angedeutet

ist. Die Rissspitzenprozesszone ist der räumliche Bereich in der Nähe einer Rissspitze, in dem die Beziehung eines singulären Spannungsbereichs $\sigma \sim a^{-1/2}$ nicht mehr gültig ist [38]. Dieses Modell fand erstmals bei Schapery [99] für die Riss Rissausbreitung in viskoelastischen Festkörpern und später bei anderen Forschern Anwendung bei der Rissausbreitung in viskoelastischen Festkörpern [100, 101, 102].

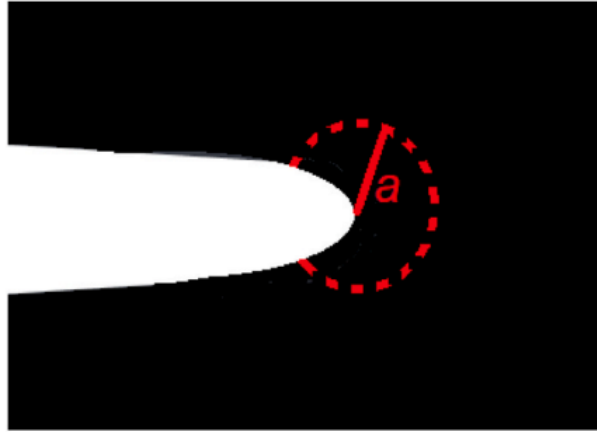


Abbildung 7.24: Schematische Darstellung eines singulären Spannungsbereichs an einer Rissspitze durch Einführung eines seitlichen Bereichs (lineare Größe a) [38, 85].

Es ist wichtig zu betonen, dass die experimentellen Messungen bis zum vollständigen Versagen der Hantelproben durchgeführt wurden, für die Lebensdauervorhersage jedoch Materialparameter bei kritischem Verhalten in den physikalischen Eigenschaften (z.B. Steifigkeit, Energiedichte) verwendet wurden. Ein weiterer möglicher Grund für die Abweichung zwischen Vorhersage und Experiment ist, dass die Vorhersage alle Partikelgrößen basierend auf der CT-Analyse in der Mischung berücksichtigt. Außerdem wurden die Materialparameter für das Risswachstum und den Ermüdungstest beim stabilen Risswachstumsbereich und beim tausendsten Zyklus im Falle der Ermüdungsversuche entnommen.

Eine weitere Abweichung der Vorhersage könnte durch die Probengeometrie verursacht werden. Die Risswachstumscharakterisierung wurde mit einer SENT-Probe durchgeführt, die als planarer zweidimensionaler Körper mit einem Anfangsschnitt auf der Oberfläche betrachtet werden kann, während bei der Ermüdungsprüfung an einer Hantel die Rissinitiierung von einer beliebigen Stelle innerhalb der Probe ausgehen kann, so dass die rissfördernde Spannung und die lastreduzierende Relaxation unterschiedlich sein können. Schließlich kann, da es sich um einen statistischen Ansatz handelt, die Anzahl der kritischen Partikel in den Hantelprüfkörpern von der Partikelgrößenverteilung abweichen und zu einer unterschätzten Lebensdauer führen [85].

Für den EPDM Werkstoff wurden die Ergebnisse im Falle der Druck-Zug-Unterlast bei zwei statischen Vorspannungen ebenfalls statistisch ausgewertet (Abb. 7.25 und 7.26). Bei der statischen Vorspannung von -1,13 MPa überschneiden sich die Wöhler-Linien der Vorhersage und des Experiments bei der Maximalspannung von ca. 1,44 MPa (Abb. 7.26).

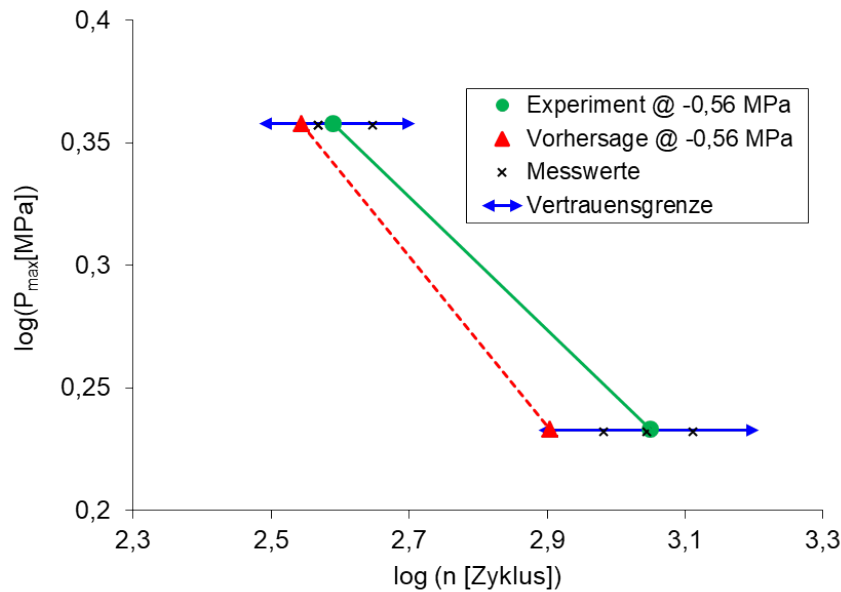


Abbildung 7.25: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei -0,56 MPa statischer Vorspannung mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das EPDM-Material.

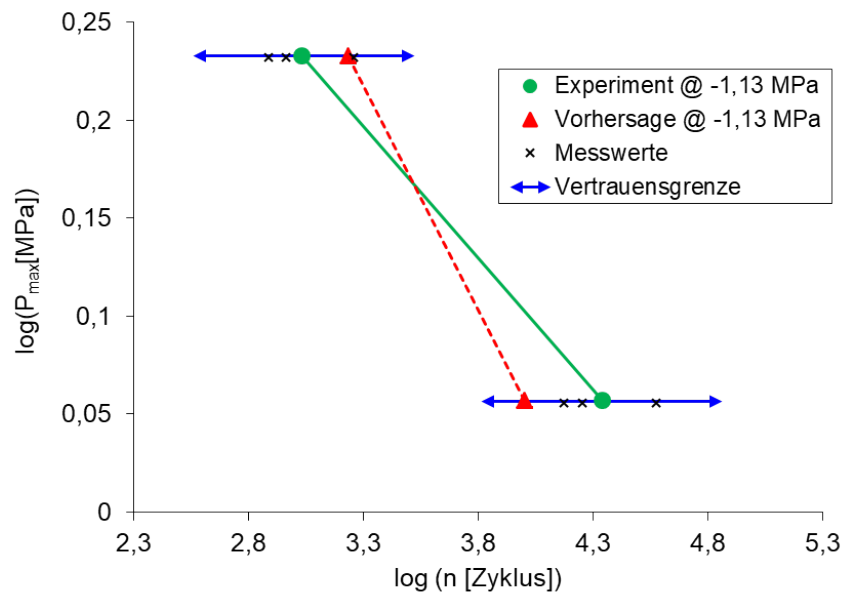


Abbildung 7.26: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei -1,13 MPa statischer Vorspannung mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das EPDM-Material.

7.4.2 Statistische Auswertung zur Temperaturabhängigkeit

Abbildung 7.27 stellt die statistische Auswertung der Lebensdauer aus Vorhersage bzw. Experimente in Abhängigkeit der Umgebungstemperatur für den EPDM Werkstoff dar. Es ist deutlich zu sehen, dass die Vorhersage die experimentellen Prüfungen bei allen Temperaturen unterschätzt. Für zwei höhere Umgebungstemperaturen befinden sich die Vorhersage als auch der experimentellen Befund in den Vertrauensgrenzen, allerdings unterschätzt die Vorhersage den experimentellen Befund bei einer Raumtemperatur von 23 °C mit ca. einer Dekade und liegt außerhalb der Ver-

trauensgrenze.

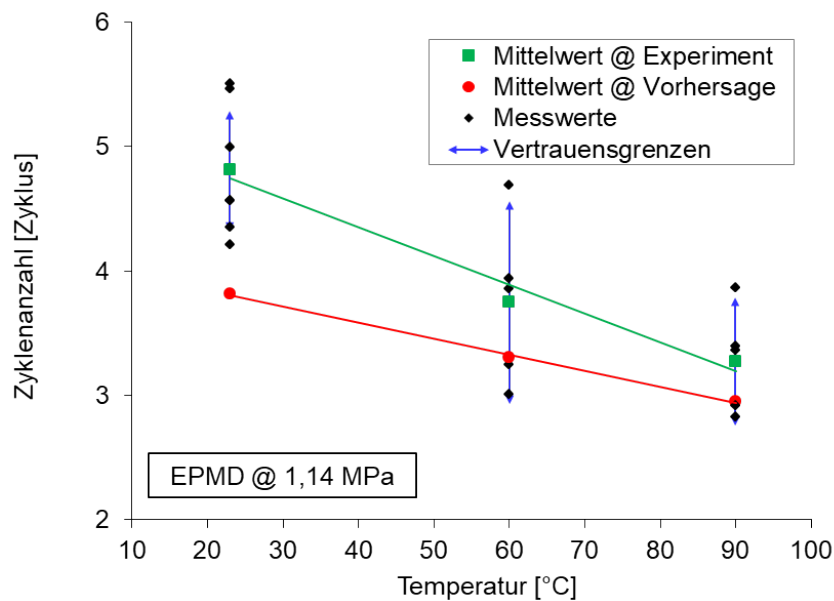


Abbildung 7.27: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei der Temperaturabhängigkeit mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das EPDM-Material.

Für den NR Werkstoff unterschätzt die Vorhersage die experimentellen Prüfungen mit ca. einer halben Dekade bei höheren Temperatur (90 °C) und mit ca. einer dreiviertel Dekade bei Raumtemperatur. Es ist zu sehen, dass die Vorhersage außerhalb der Vertrauensgrenze liegt und die Streubreite der Vertrauensgrenze bei höheren Temperaturen (90 °C) größer als bei Raumtemperatur ist (Abb. 7.28). Das liegt vermutlich an der Dehnungskristallisation.

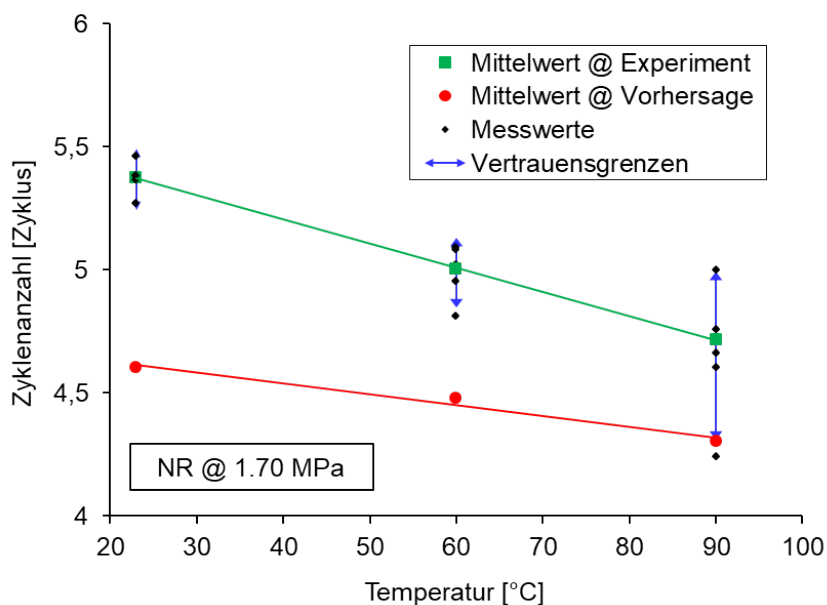


Abbildung 7.28: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei der Temperaturabhängigkeit mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das NR-Material.

Für den HNBR Werkstoff wurden die Ergebnisse zur statistischen Auswertung der Umgebung-

stemperaturabhängigkeit in den Abbildungen 7.29, 7.30 und 7.31 dargestellt.

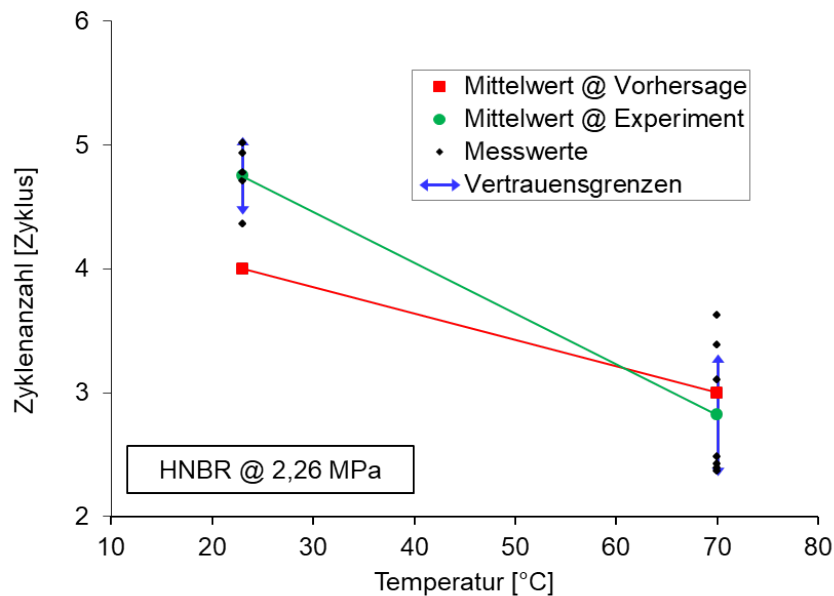


Abbildung 7.29: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei der Temperaturabhängigkeit mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das HNBR-Material.

Abbildung 7.29 stellt die Zyklanzahl in Abhängigkeit der Temperatur bei zwei Umgebungstemperaturen (23 °C und 70 °C) und bei einer Amplitude von 2,26 MPa dar. Es ist zu sehen, dass die Mittelwerte der Zyklanzahl aus der Vorhersage und dem Experiment bei der Umgebungstemperatur (70 °C) in den Vertrauensgrenzen liegen. Allerdings unterschätzt die Vorhersage das Experiment bei einer Umgebungstemperatur von 23 °C um ca. eine dreiviertel Dekade und die Vorhersage liegt außerhalb der Vertrauensgrenzen des Experiments.

In der Abbildung 7.30 ist die Zyklanzahl in Abhängigkeit der Temperatur bei der Amplitude 1,70 MPa und zwei Umgebungstemperaturen (70 °C und 120 °C) für den HNBR Werkstoff dargestellt. Hier wurde ein ähnliches Bild wie in der Abbildung 7.28 gefunden, so dass sich die Kennlinien aus der Vorhersage und dem Experiment überschneiden. Die Vorhersage bei der Umgebungstemperatur 70 °C unterschätzt den Mittelwert des Experiments mit ca. einer halben Dekade und liegt außerhalb der Vertrauensgrenzen. Bei einer höheren Umgebungstemperatur von 120 °C liegen beide Mittelwerte aus der Vorhersage und dem Experiment in den Vertrauensgrenzen.

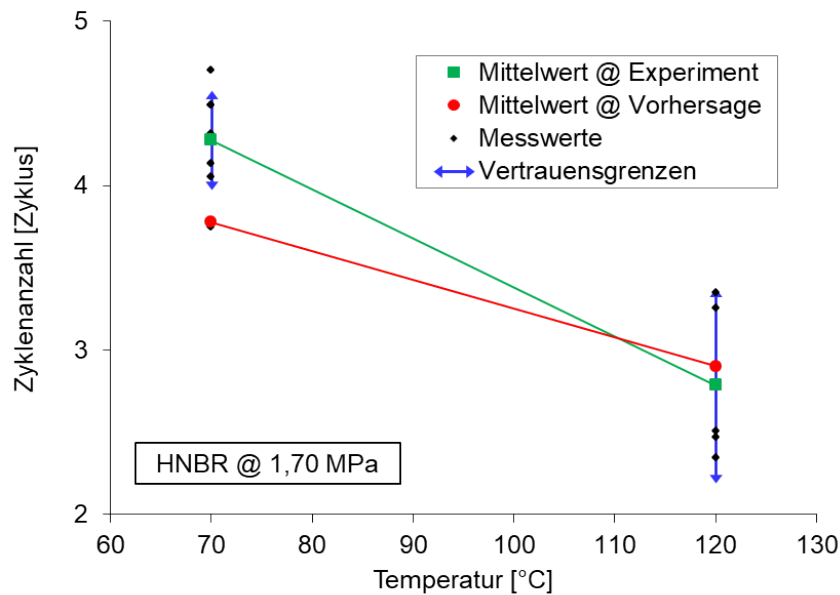


Abbildung 7.30: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei der Temperaturabhängigkeit mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das HNBR-Material.

Abbildung 7.31 zeigt die Lebensdauer-Ergebnisse der Vorhersage und des Experiments in der Abhängigkeit von der Temperatur bei der Amplitude 1,42 MPa und zwei Umgebungstemperaturen (70 °C und 120 °C) für den HNBR Werkstoff. Es ist deutlich zu sehen, dass die Kennlinien aus der Vorhersage und dem Experiment annähernd parallel verlaufen.

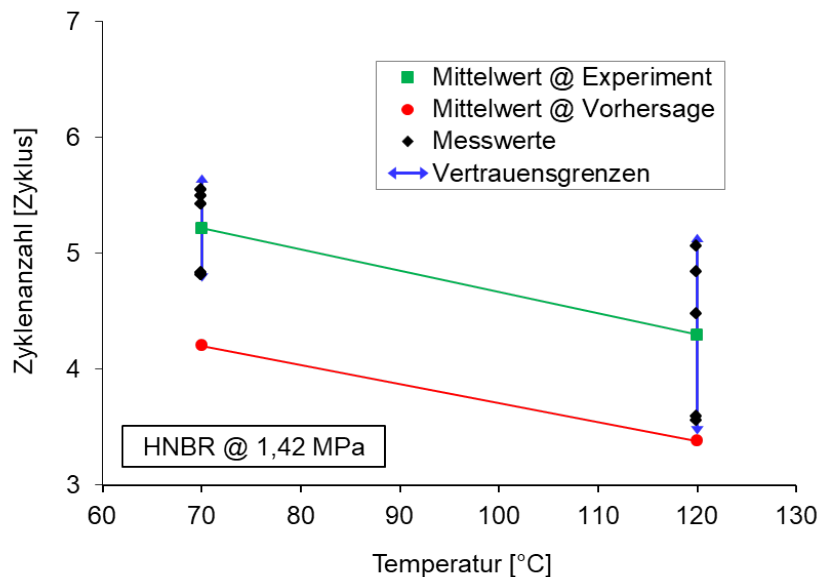


Abbildung 7.31: Statistische Auswertung der Lebensdauerergebnisse bei der Temperaturabhängigkeit mit 95% Konfidenzintervall der Lognormal-Funktion für das HNBR-Material.

Die Lebensdauervorhersagen für Hantel-Proben in nicht-relaxierenden Ermüdungsprüfungen zeigen prinzipielle Abweichungen von den experimentellen Daten. Die Zyklenzahlen werden bei den meisten Prüftemperaturen systematisch unterschätzt. Die Unterschätzung der experimentellen Daten wurde auch von El Maanaoui et al. für die Lebensdauervorhersage mit Unterlast-

bzw. Temperaturabhängigkeit festgestellt [85, 103]. Als Grund für diesen Befund kann man die Modellannahme anführen, dass große inkorporierte Partikel als Initialrisse identifiziert werden können. Erstens ist die Auswertung der Partikelgröße mittels CT mit einigen Unsicherheiten behaftet, wenn man die Wahl des Grauwert-Cut-Offs berücksichtigt, der die Partikelgrößenverteilung effektiv verschiebt [104]. Zweitens hat Ruß N347 eine aktive Oberfläche, die eine Anhaftung von Molekülgruppen des Polymers ermöglicht, so dass eine mechanische Polymer-Füllstoff-Wechselwirkung besteht [105, 106]. Diese Kopplung muss zerstört werden, bevor sich ein wirksamer Initialriss bildet. Beide Effekte, insbesondere der Zweite, können die Materiallebensdauer in einem dynamischen Ermüdungsversuch verlängern. Schließlich wurden die Gesamtenergiedichte und die Dehnungsamplitude aus dem tausendsten Zyklus entnommen, was die Historie dieser Größen nicht widerspiegelt und daher zu Schätzungsabweichungen führen kann.

8 Dissipationsgleiche Laststeuerung bei Lebensdaueruntersuchungen

Die Konstruktion von Elastomerkomponenten für den dynamischen Einsatz erfordert im Allgemeinen die Berücksichtigung der zu erwartenden Lebensdauer unter realistischen Betriebsbedingungen. Die Kenntnis der materialspezifischen Wöhler-Kurve, die die Anzahl der Zyklen bis zum Bruch unter einer bestimmten dynamischen Spannung beschreibt, ist von grundlegender Bedeutung. Die dafür erforderlichen dynamischen Tests, sind immer mit der für füllstoffverstärkte Elastomere typischen Eigenerwärmung, aufgrund der zyklisch dissipierten Energie verbunden [107]. In dynamischen Lastfällen ist diese Eigenerwärmung für viele Materialien erheblich und beeinflusst folglich das Testergebnis, da eine Erhöhung der Testtemperatur im Allgemeinen die Lebensdauer verkürzt [108].

Die Unterscheidung solcher Effekte und allgemein die Minimierung thermischer Ungleichheiten innerhalb einer Versuchsreihe ist entscheidend für die geeignete Datenerfassung bei der Wöhler-Lebensdauercharakterisierung bei einer bestimmten Temperatur. Da solche Messungen im Allgemeinen bei gegebener Umgebungstemperatur durchgeführt werden, jedoch ohne Berücksichtigung der dissipativen Eigenerwärmung, spiegeln die resultierenden Lebensdauerdaten nicht die Wärmeleistung bei einer konstanten Temperatur wider. Um dieses Problem zu überwinden, kann in Betracht gezogen werden, die Temperaturverteilung innerhalb der Probe bei allen Amplituden zu vereinheitlichen, indem die Lastfrequenz abhängig eingestellt wird, d.h. in Bezug auf die zyklisch dissipierte Energie.

Die Charakterisierung des Temperatureintrags in der Ermüdungsprüfung erfolgte durch Untersuchung von Hantelprobekörpern für ein Material mit hoher Dissipation und für zwei Lastfälle bei dissipationsgleicher Laststeuerung. Im Folgenden wird gezeigt, dass die zyklische Energie, die während der dynamischen Belastung dissipiert wird, sowohl material- als auch amplitudenabhängig ist. Um die Temperaturerhöhung zu vereinheitlichen, werden zunächst Prüfkörper auf den verschiedenen Laststufen mit gleicher Frequenz belastet.

8.1 Theoretische Grundlagen der Simulationsversuche

Um die Eigenerwärmung [109] während der dynamischen Anregung von Hantelproben zu simulieren, wurde die Finite Elemente Methode mit der FEM-Software Simulia ABAQUS durchgeführt. Es wurden zwei Methoden angewendet. In der ersten wurde eine thermische Analyse durchgeführt. Hierzu wurde die berechnete dissipierte Energiedichte aus den experimentellen Messergebnissen

entnommen und als homogener Wärmeeintrag für das Modell verwendet. Bei der zweiten Methode wurden sowohl eine mechanische als auch eine thermische Analyse durchgeführt. Die berechnete Verlustleistung aus der mechanischen Analyse wurde als inhomogener Wärmequelleneintrag für die thermische Analyse angesehen. Da im experimentellen Teil dieses Kapitels unterschiedliche Amplituden und Frequenzen angewendet wurden, um die Eigenerwärmung zu identifizieren, die im Wesentlichen vom Luftstrom sowie von der Probenquerschnittsfläche beeinflusst wird, wurde in den Simulationen der konvektive Wärmeübergangskoeffizient α angepasst, so dass die Oberflächentemperatur im Gleichgewicht (stabile dissipierte Energie und konstanter Wärmearaufbau) mit dem experimentellen Befund übereinstimmt. Die Umgebungstemperaturen der Experimente wurden als Randbedingungen für die Simulation herangezogen.

Der erste Hauptsatz der Thermodynamik besagt, dass die Energie in einem abgeschlossenen System erhalten bleibt. Durch den Transport von Energie über die Systemgrenze hinaus ändert sich die innere Energie mit der Zeit. Hier werden folgende Annahmen getroffen:

- Isotropes mechanisches Verhalten
- Isotrope Randbedingungen in Breitenrichtung
- Isotrope thermische Eigenschaften
- Keine Reibungswärme im Körper

Die Differentialgleichung (8.1) leitet sich aus dem Grundaussgleich der Energieaustauschprozesse ab [77].

$$\rho \cdot c_p \cdot \frac{\partial \theta}{\partial t} = \lambda \cdot \frac{\partial^2 \theta}{\partial X^2} + \frac{\partial \lambda}{\partial \theta} \cdot \left(\frac{\partial \theta}{\partial X} \right)^2 + \Phi \quad (8.1)$$

Mit ρ , c_p , λ , θ und Φ sind jeweils die Dichte, die spezifische Wärmekapazität, die Wärmeleitfähigkeit, die Temperatur und die Heizleistungsdichte gekennzeichnet.

Bei Prozessen ohne chemische Reaktionen im Körper und temperaturunabhängigen Materialparametern hat die Gleichung 8.1 die Form der zweiten Fourier Differentialgleichung [77]:

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \frac{\partial^2 \theta}{\partial X^2} \quad (8.2)$$

$$c_p = \left(\frac{\Delta Q}{m \cdot \Delta \theta} \right)_p \quad (8.3)$$

Die Wärmeleitfähigkeit λ beschreibt den Transport von Wärmeenergie durch einen Festkörper aufgrund eines Temperaturgradienten:

$$\lambda = \frac{Q \cdot \Delta X}{A \cdot \Delta \theta} \quad (8.4)$$

wobei Q und A jeweils die Energiemenge und der Querschnitt der Probe sind.

Grundsätzlich gibt es in diesem Fall zwei Hauptwege, auf denen Wärme transportiert werden

kann [110]:

- Wärmeleitung
- Wärmekonvektion

Die Wärmeleitung ist ein materialgebundener Transportprozess und findet auf atomarer oder molekularer Ebene statt [110, 68].

Die zweite Möglichkeit der Wärmeübertragung ist die Konvektion in der umgebenden Atmosphäre mit einer Unterscheidung zwischen freier Konvektion und erzwungener Konvektion. Bei freier Konvektion ist die Strömung ausschließlich auf die thermisch induzierten Dichteunterschiede zurückzuführen. Eine erzwungene Konvektion tritt auf, wenn der Fluss eines Mediums durch äußere Kräfte beeinflusst wird. Dies ist hier aufgrund der zyklischen Verformung der Probe relevant. Der Newtonsche Ansatz (Gl. 8.5) formuliert die Konvektion mathematisch [110, 68].

$$\dot{Q} = \alpha \cdot A \cdot |\theta_F - \theta_W| \quad (8.5)$$

\dot{Q} : Wärmefluss

α : Wärmeübergangskoeffizient

A : Wandoberfläche

θ_F : Flüssigkeitstemperatur

θ_W : Flüssigkeitstemperatur an der Wand

Wärmestrahlung sind thermisch angeregte elektromagnetische Wellen, die von einem Körper emittiert und von einem anderen absorbiert werden können [110].

$$\dot{Q} = \varepsilon \cdot \sigma_B \cdot A(\theta_W^4 - \theta^4) \quad (8.6)$$

ε : Emissionsgrad

σ_B : Stefan-Boltzmann-Konstante

θ : Umgebungstemperatur

Unter der Annahme eines selbsterhitzenden Ursprungs nur aus der verbrauchten Energie W_D während eines Zyklus bei der Frequenz f entspricht dies einer Heizleistungsdichte Φ , die gegeben ist als:

$$\Phi = W_D \cdot f \quad (8.7)$$

8.2 Ermüdungstest zur dissipationsgleichen Laststeuerung

Dynamische Ermüdungstests wurden im uniaxialen Modus bei 1 Hz und RT für zwei Materialien (EPDM und NR) durchgeführt. Für jede Messung wurden mindestens drei Hantelproben bis zum vollständigen Versagen geprüft. Hierbei ist ersichtlich, dass die Streuung der erzielten Zyklen sehr

stark ist. Dieser Effekt wurde von Robin und Alshuth [111] dadurch erklärt, dass die einzelnen Hantelproben in der Morphologie voneinander abweichen können, was vermutlich die Qualität der Probe beeinflusst. Hierbei sind die Defekte und ihre Größe von besonderer Bedeutung.

Abbildung 8.1 zeigt die resultierenden Wöhler-Kurven für die zwei geprüften EPDM und NR Elastomere. Die Lebensdauer bei gleicher dynamischer Amplitude ist für den NR Werkstoff erheblich höher (ca. zwei Dekaden) als die des EPDM Werkstoffs.

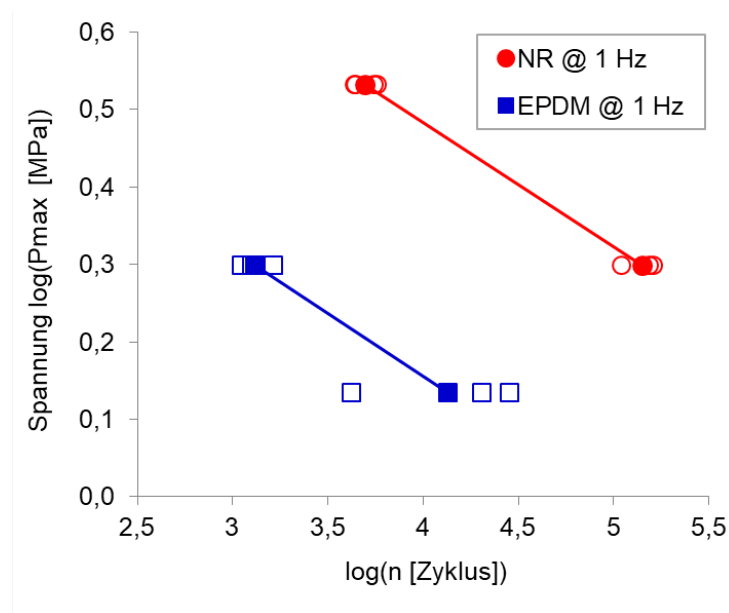


Abbildung 8.1: Lebensdauer in Abhängigkeit der Maximalspannung für zwei Materialien bei einer Vorspannung von 0 MPa.

Anhand der sich dabei jeweils einstellenden Hystereseschleifen wird die frequenzabhängige dissipierte Energiedichte bestimmt. Für alle Versuche wird die dissipierte Energiedichte durch die Hysteresefläche etwa im tausendsten Zyklus ermittelt – maßgeblich ist das thermische Gleichgewicht (Abb. 8.2).

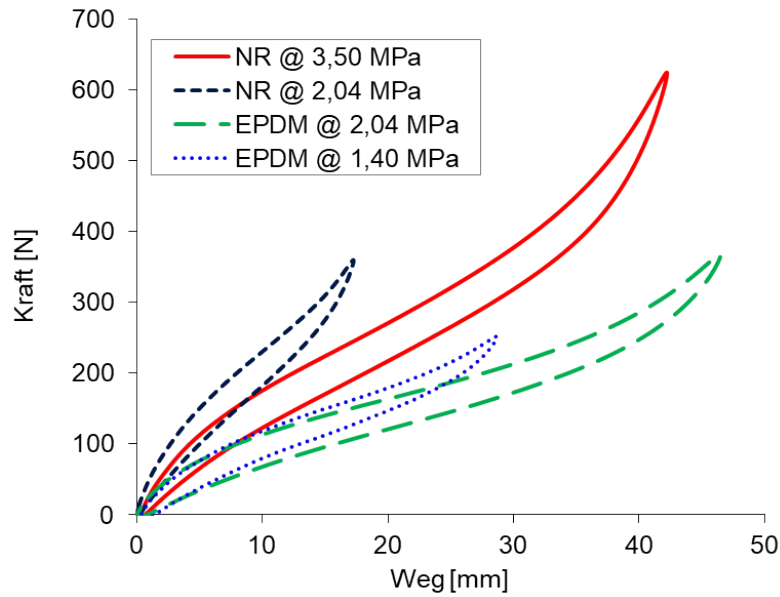


Abbildung 8.2: Hysteresen der Lebensdauerprüfung vom HantelprobeKörper für NR und EPDM Materialien bei RT und 1 Hz.

Durch numerische Integration der gemessenen Hystereseschleife (Abb. 8.2) werden die dissipierten Energiefraktionen $E(\sigma, f_{ref})$ erhalten, die in Tabelle 8.1 als dissipierte Energiedichten $W(\sigma, f_{ref})$ aufgeführt sind.

Tabelle 8.1: Dissipierte Energiedichte der Hystereseschleifen im 1000. Zyklus für die EDPM und NR Werkstoffen bei 1 Hz.

Material	dynamische Spannungsamplitude [MPa]	dissipierte Energiedichte [MPa]
EPDM	1,40	0,207
EPDM	2,04	0,432
NR	2,04	0,164
NR	3,50	0,483

$$E(\sigma, f_{ref}) = \oint F \cdot dx \quad (8.8)$$

$$W(\sigma, f_{ref}) = \frac{E(\sigma, f_{ref})}{V} \quad (8.9)$$

wobei V das Hantelprobekörper Volumen ist, F und x sind die Kraft und Weg aus der Hysterese.

8.3 Dissipative Eigenerwärmung mit Frequenzreduzierung

Für die geprüften Materialien wurde gefunden, dass die bei der dynamischen Belastung zyklisch abgeführte Energie amplitudenabhängig, jedoch nicht linear-viskoelastisch ist. Um die Amplitude

vom thermischen Einfluss zu trennen, wird hier angestrebt, den Temperaturanstieg zu verringern, indem die Frequenz anhand der abgeführten Energiedichte (Tabelle 8.1) so angepasst wird, dass ein vergleichbarer Wärmestau zu erwarten ist, so dass ähnliche Temperaturverteilungen bei allen Amplituden auftreten. Hier muss ein Referenzlastfall mit Frequenz f_{ref} und Nennspannungsamplitude σ_{ref} gewählt werden, um die Referenzverlust-Energiedichte W_{ref} aus der Hystereseschleife zu quantifizieren:

$$f_{adj}(\sigma) = \frac{W_{ref}}{W(\sigma, f_{ref})} \cdot f_{ref} \quad (8.10)$$

$W(\sigma, f_{ref})$ ist die Verlustenergiedichte, die aus der Hysterese des mit σ und f_{ref} angetriebenen Lastfalls berechnet wird (Abb. 8.2). Gleichung 8.10 basiert auf der Annahme, dass die dissipierte Energiedichte bei gleicher Last frequenzunabhängig ist. Für die zwei Materialien wurde eine Referenz der Frequenz f_{ref} von 1 Hz gewählt.

Die Bezugsspannungsamplitude wurde als 1,40 MPa für EPDM und als 2,04 MPa für NR gewählt. Die Frequenzanpassung nach Gleichung 8.10 wurde für die Materialien für höhere Amplituden realisiert. Die neu eingestellte Frequenz beträgt für EPDM etwa 0,5 Hz und für NR etwa 0,34 Hz. Die angepassten Frequenzen für die Werkstoffe beziehen sich auf die Fläche in der Hysterese-Kurven aus der Ermüdungsprüfung (Abb. 8.2).

In Abbildungen 8.3 und 8.4 ist der Mittelwert der Zyklenzahl für die Werkstoffe logarithmisch sowohl bei 1 Hz als auch bei der angepasste Frequenz in Abhängigkeit der maximalen technischen Beanspruchung dargestellt. Beim Vergleich der Ergebnisse zeigt sich, dass die Frequenz und die damit verbundene Temperaturentwicklung einen Einfluss auf die Lebensdauer haben.

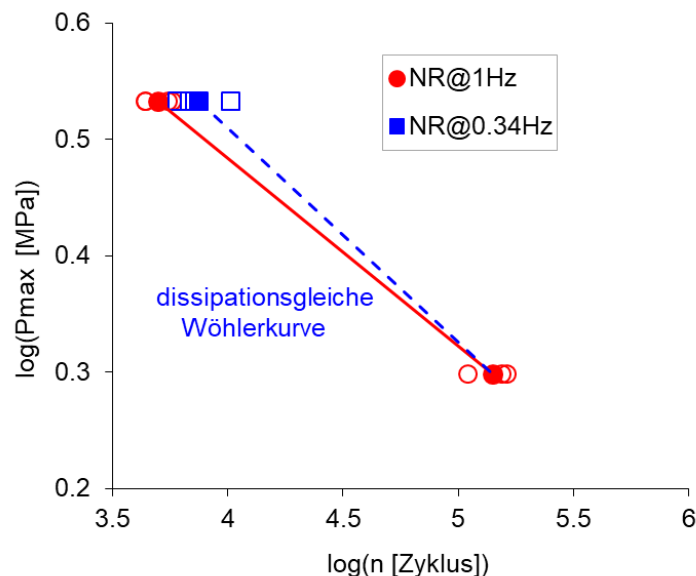


Abbildung 8.3: Lebenszykluszahl als Funktion der maximalen technischen Beanspruchung der Hantelprobe aus dem NR-Material für zwei unterschiedlichen Frequenzen bei RT.

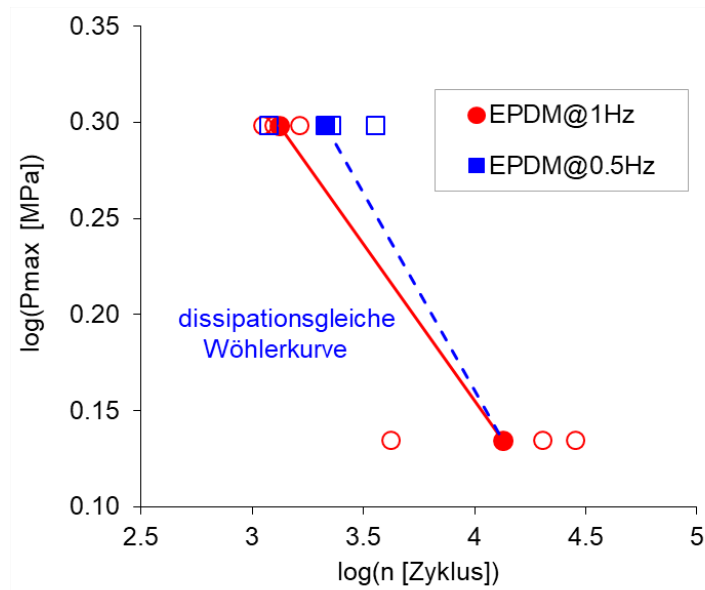


Abbildung 8.4: Lebenszykluszahl als Funktion der maximalen technischen Beanspruchung der Hantelprobe aus dem EPDM-Material für zwei unterschiedlichen Frequenzen bei RT.

Beim Verringern der Frequenz für die höchste Amplitude zeigt EPDM um den Faktor 1,7 eine verlängerte Lebensdauer. Im Vergleich zur Anzahl der bei 1 Hz erreichten Zyklen zeigt NR aufgrund der Frequenzreduzierung eine Erhöhung der Lebensdauer um den Faktor 1,4. Dies kann durch die ausgeprägte Dehnungskristallisation und die damit verbundene hohe Zugfestigkeit erklärt werden [72].

Die Hystereseschleifen für die zwei Materialien, die sowohl bei 1 Hz als auch bei der neu eingestellten Frequenz $f_{adj}(\sigma)$ gemessen wurden, sind in Abbildungen 8.5 und 8.6 gezeigt. Für beide Materialien ist die dissipierte Energiedichte aus der Hysterese mit zwei verschiedenen Frequenzen ähnlich.

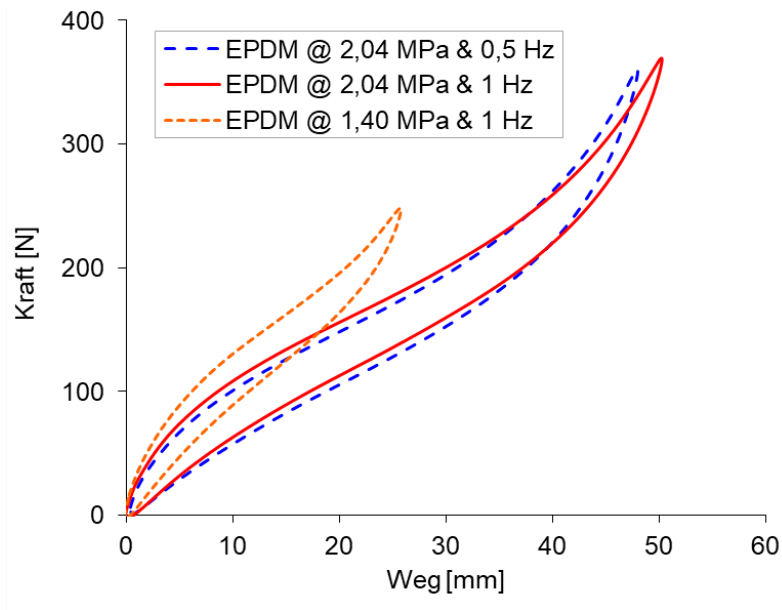


Abbildung 8.5: Hysteresen der Lebensdauerprüfung des HantelprobeKörpers für das EPDM-Material bei RT.

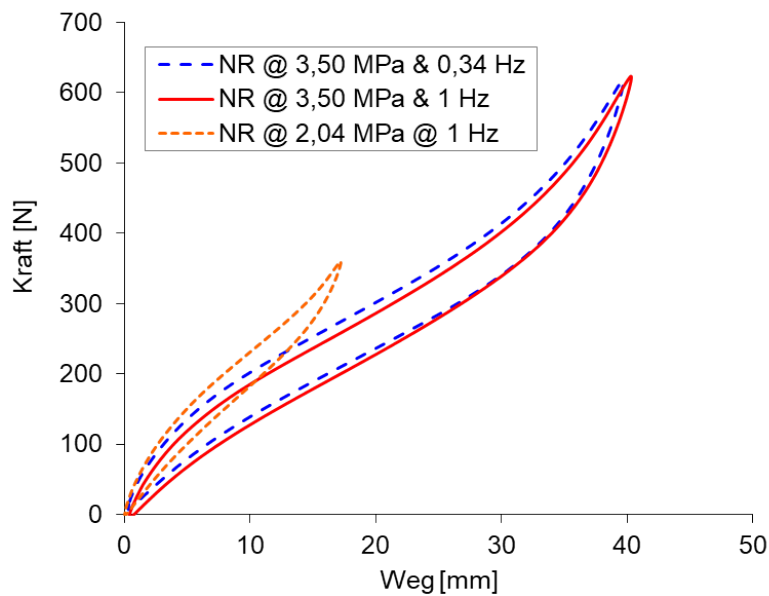


Abbildung 8.6: Hysteresen der Lebensdauerprüfung des HantelprobeKörpers für das NR-Material bei RT.

In Abbildungen 8.7 und 8.8 sind für das EPDM- und NR-Material die an der Oberfläche gemessene Temperaturentwicklungskurven sowohl bei Frequenz- als auch Amplitudenvariation dargestellt. Beim Vergleich der Ergebnisse lässt sich erkennen, dass die Frequenz einen Einfluss auf die Temperaturentwicklung aufweist. Dabei wird mit kleinen Frequenzen das Gleichgewicht bei niedrigerer Temperatur erreicht.

Hierbei hat sich die Oberflächentemperatur im Gleichgewicht für beide Materialien um ca. 20 °C reduziert. Der Grund dafür ist die reduzierte Frequenz, mit der die zyklisch dissipierte Energiedichte eingetragen wird, sodass sich ein vergleichbarer stationärer Zustand erreicht wird. Offen-

sichtlich wird mit diesem Verfahren das gesetzte Ziel einer einheitlicher Temperaturentwicklung mit einer geringeren Abweichung erreicht.

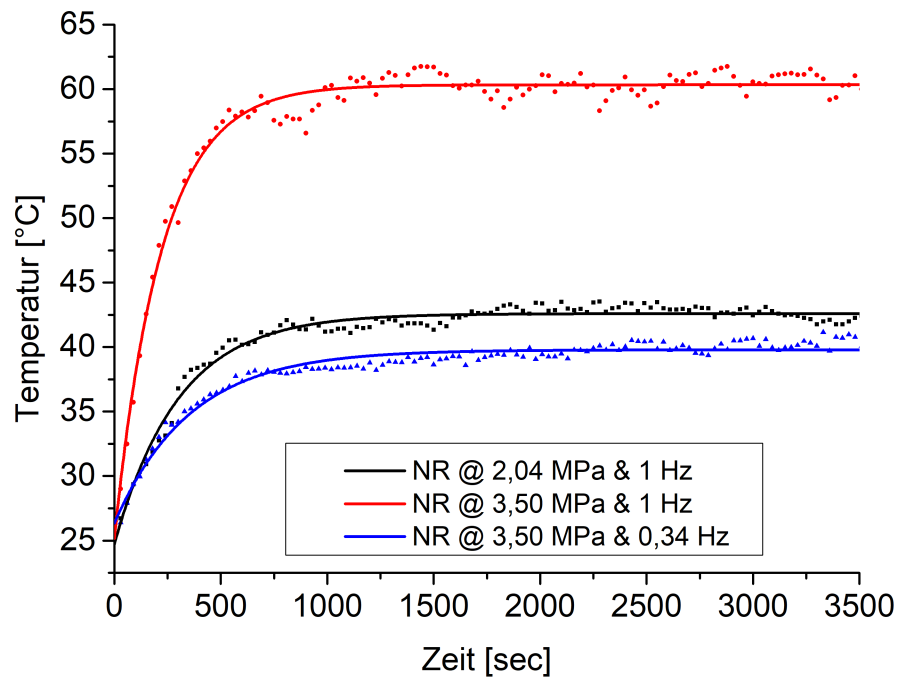


Abbildung 8.7: Temperaturentwicklung an der Oberfläche des Hantelkörpers in Abhängigkeit der Zeit für das NR Material bei RT; Symbole sind Messwerte und Kurven sind Trendlinien.

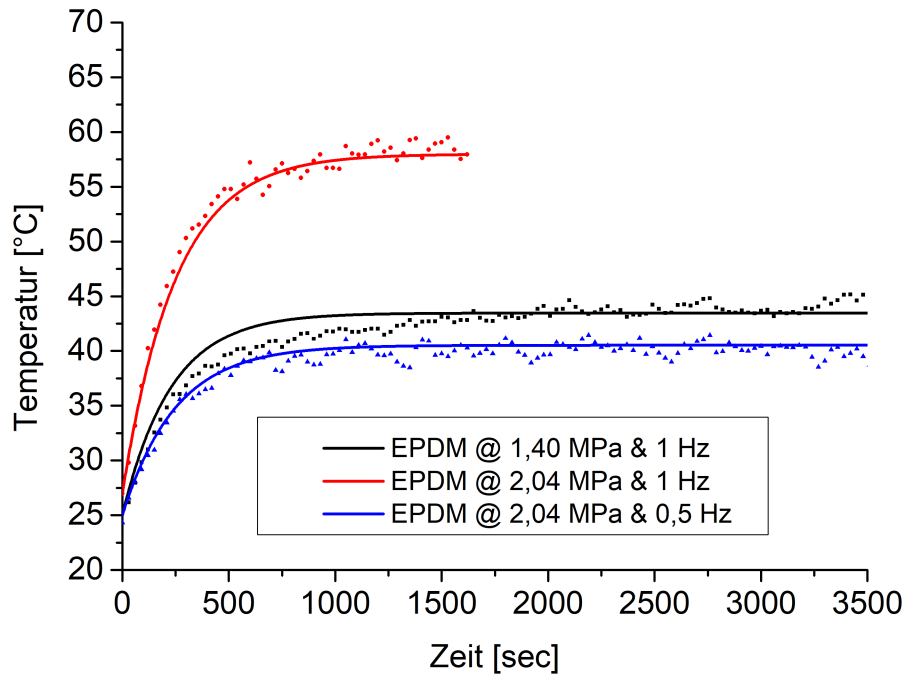


Abbildung 8.8: Temperaturentwicklung an der Oberfläche des Hantelkörpers in Abhängigkeit der Zeit für das EPDM Material bei RT; Symbole sind Messwerte und Kurven sind Trendlinien.

Die Wöhler-Linie für das HNBR Material bei verschiedenen Spannungsamplituden und mit einer Frequenz von 1 Hz zur Temperaturabhängigkeit wurde bereits im Kapitel 4.3.4 gezeigt. Basierend auf den Ergebnissen aus Kapitel 4.3.4 wird hier auch die dissipationsgleiche Laststeuerung zur Temperaturabhängigkeit verwendet.

Zuerst wurde die Lebensdauer bei zwei verschiedenen Temperaturen und einer Frequenz von 1 Hz geprüft. Nach der Ermüdungsprüfung wurden die Energiedichten W_{ref} und $W(\theta, f_{ref})$ aus der Fläche der Hysterese-Kurven (Abb. 9.8) bestimmt. Anschließend wurden die Frequenz angepasst und damit weitere Untersuchung mit dem Ziel dissipationsgleiche Laststeuerung geprüft.

$$f_{adj}(\theta) = \frac{W_{ref}}{W(\theta, f_{ref})} \cdot f_{ref} \quad (8.11)$$

Mit:

$f_{adj}(\theta)$: angepasste Frequenz bei 70 und 120 °C.

W_{ref} : dissipierte Energiedichte bei 1 Hz und 23 °C.

$W(\theta, f_{ref})$: dissipierte Energiedichte bei 70 und 120 °C für 1 Hz.

f_{ref} : Referenzfrequenz 1 Hz.

Abbildung 8.9 stellt die Hysterese-Kurven bei zwei dynamischen Amplituden und zwei Temperaturen dar. Die dissipierten Energiedichten bei Referenzfrequenz und angepasster Frequenz bei der dynamische Amplitude von 1,41 MPa und 120 °C sind vergleichbar, somit ist die Erwartung

der dissipationsgleiche Laststeuerung erfüllt.

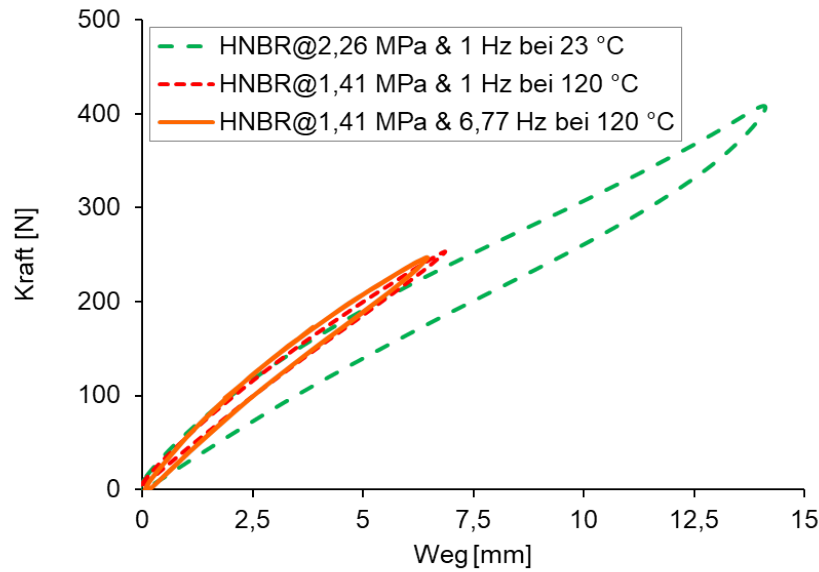


Abbildung 8.9: Hysteresen der Lebensdauerprüfung des Hantelprobekörpers für das HNBR Material bei zwei verschiedenen Temperaturen und Frequenzen.

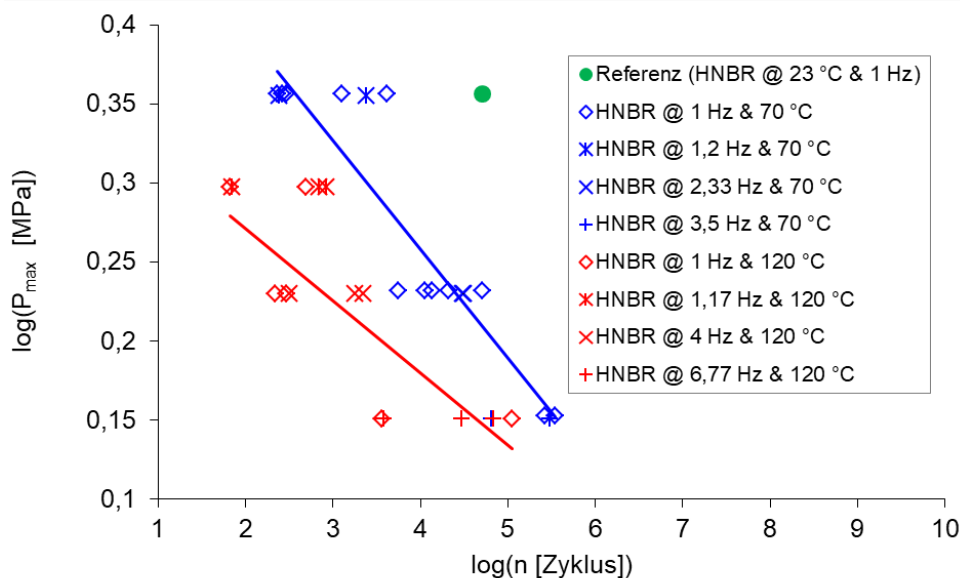


Abbildung 8.10: Experimentelle Ergebnisse zur Lebensdauerprüfung in Abhängigkeit der Temperatur mit Berücksichtigung der dissipationsgleichen Laststeuerung für das HNBR Material.

Abbildung 8.10 stellt die Lebensdauer des Hantelkörpers bei zwei erhöhten Umgebungstemperaturen für verschiedenen Frequenzen dar. Die Wöhler-Kurven zeigen bei einem Temperaturanstieg von 70 °C auf 120 °C eine Verringerung der Lebensdauer um ca. zwei Dekaden. Frequenzanpassung durch dissipationsgleiche Laststeuerung zur Temperaturabhängigkeit (Gleichung 8.11) bei höheren Umgebungstemperaturen hat keinen Einfluss auf die Lebensdauer bei gleichem Lastniveau.

8.4 FEM-Simulation an Hantelprüfkörpern zur Temperaturentwicklung

Um die Stabilität und Homogenität der Temperaturverteilung in der Hantelprobekörper abzuschätzen, wurde die Theorie aus dem Abschnitt 8.1 implementiert. Die Berechnung unter Verwendung der Finite-Elemente-Methode (FEM) für lokal variierende Erwärmung in den Wöhler-Experimenten konnte den theoretischen Ansatz verifizieren. Zu diesem Zweck wurden sowohl ein hyperelastisches als auch ein inelastisches Materialgesetz verwendet.

8.4.1 Thermische Analyse

In dieser ersten Simulationsvariante wurde nur eine thermische Analyse durchgeführt. In dem zu diesem Zweck entwickelten Modell wurden zwei Bereiche definiert (Abb. 8.11). Der erste Bereich (area 1) entspricht dem Bereich, der in den experimentellen Tests durch die Verformung stark beansprucht wird. Die aus den experimentellen Ergebnissen berechnete dissipierte Energiedichte wurde mit der entsprechenden Frequenz multipliziert, um einen Durchschnittswert für die äquivalente Heizquelle zu erhalten (Tabelle 8.2). Der Wärmeverlust erfolgt über die Wärmeleitfähigkeit in den unbelasteten Materialteil (area 2) sowie über die Konvektion und Strahlung an die Umgebung. Hierbei wird angenommen, dass Konvektion und Strahlung durch einen Wärmeübergangskoeffizienten α berücksichtigt werden können, der durch Vergleich mit experimentellen Ergebnissen skaliert werden kann. Die thermische Analyse wurde für eine Zeit von 3600 Sekunden durchgeführt.

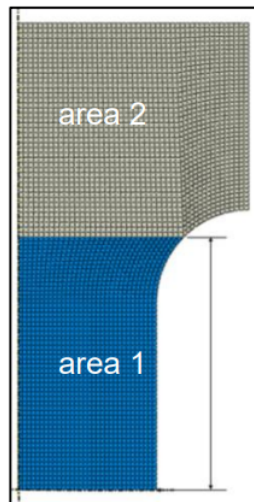


Abbildung 8.11: Vernetztes Modell eines Hantelprüfkörpers.

Abbildung 8.12 zeigt die Ergebnisse der thermischen Analyse der ersten Simulation nach 50, 150 und 1100 Sekunden am Beispiel des EPDM-Materials mit der Heizleistungsdichte W_D ($2,04 \text{ MPa}$ und 1 Hz) = $0,432 \text{ MPa/s}$ und dem Wärmeübergangskoeffizienten $\alpha = 47 \text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$.

Tabelle 8.2: Heizleistungsdichte für die gemessenen Amplituden der EPDM und NR Werkstoffe.

Material	Amplitude [MPa]	dissipierte Energiedichte [MPa]	Heizleistungsdichte [MPa/s]	α [W/m ² K]
EPDM @ 1 Hz	1,40	0,207	0,207	37
EPDM @ 1 Hz	2,04	0,432	0,432	47
EPDM @ 0,5 Hz	2,04	0,428	0,214	47
NR @ 1 Hz	2,04	0,164	0,164	31
NR @ 1 Hz	3,50	0,483	0,483	51
NR @ 0,34 Hz	3,50	0,481	0,163	51

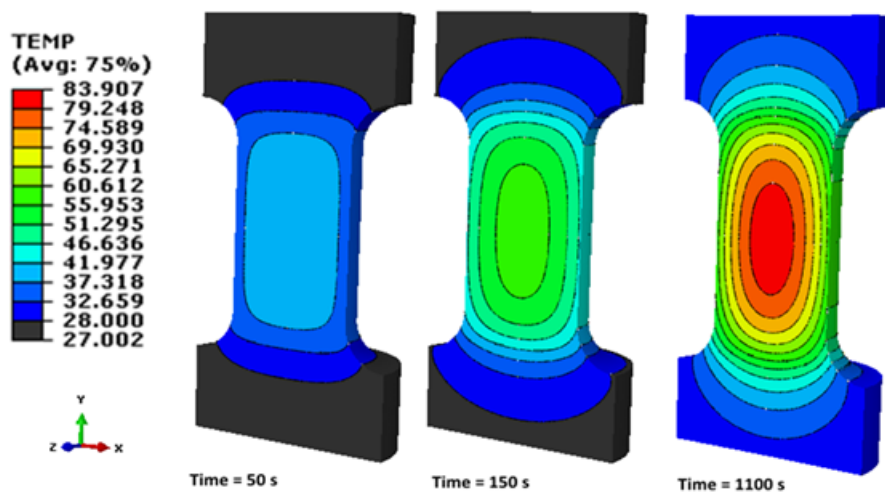
**Abbildung 8.12:** Thermische Analyse des Hantelprüfkörpers des EPDM- Materials - Homogenes Verformungsfeld.

Abbildung 8.13 zeigt die simulierten Temperaturkurven auf der Oberfläche des Hantelprüfkörpers für beide Materialien (NR, EPDM) bei den verschiedenen Wärmeeinträgen W_D . Dabei ist α der Wärmeübergangskoeffizient in W/(m²K). Hier ist zu sehen, dass beide Materialien nach ca. 15 Minuten das Gleichgewicht erreichen.

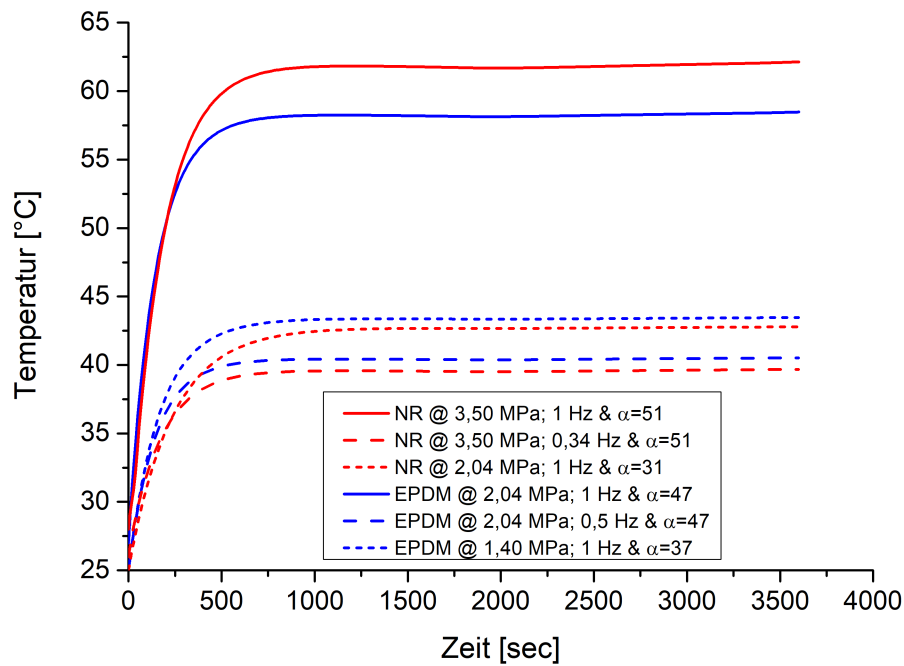


Abbildung 8.13: Simulierte Temperaturentwicklung an der Oberfläche der Hantelprobe für die NR- und EPDM-Materialien bei unterschiedlichen Wärmeeinträgen und bei Raumtemperatur als Umgebung.

Die Erhöhung von α mit zunehmender Belastung ist erforderlich, um geometrische Effekte zu kompensieren, die aus einer rein thermischen Simulation resultieren, bei der die Geometrie unverformt bleibt. In den Experimenten ändert sich die Oberfläche periodisch, wobei der Maximalwert von der tatsächlichen Belastung abhängt. Diese Zunahme der Oberfläche führt zu einem erhöhten Gesamtwärmeaustausch, der in der Simulation durch Anpassung der Wärmeübergangskoeffizient berücksichtigt wird.

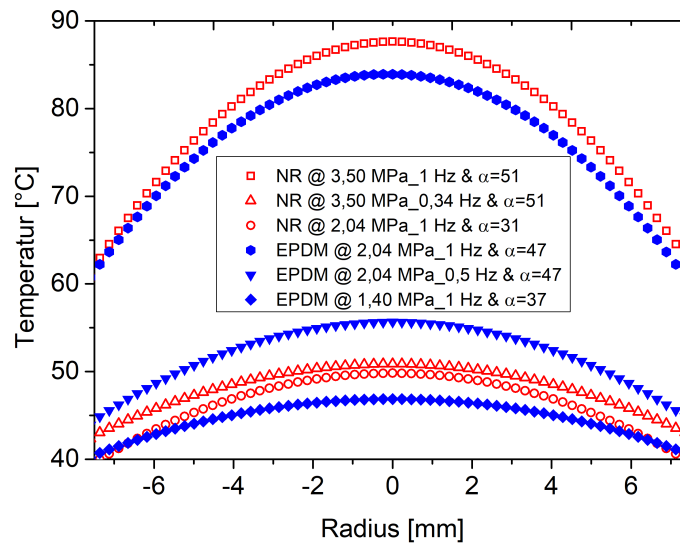


Abbildung 8.14: Simuliertes Temperaturprofil entlang des Radius für das NR- und EPDM-Material mit unterschiedlichen Wärmeeinträgen im Gleichgewicht (nach 3600 Sekunden.)

Abbildung 8.14 zeigt die Temperaturkurven im Gleichgewichtszustand entlang des Radius des Hantelprüfkörpers. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich mit zunehmender Heizleistung beide Maximaltemperaturen stabilen Werten nähern und auch die Differenz zwischen Oberflächen- und Kerntemperaturen zunimmt. Das NR-Material wurde gemäß den Ergebnissen der Messung bei 3,50 MPa und Referenzfrequenz (1 Hz) mit dem maximalen Wärmeeintrag von 0,483 MPa/s belastet. Die erreichte maximale Temperatur für die Amplitude bei der Referenzfrequenz beträgt etwa 87 °C und der Temperaturunterschied zwischen Oberflächen- und Kerntemperatur wurde mit $\Delta T = 25$ °C ermittelt. Der Grund für diesen zunehmenden Temperaturunterschied ist der starke Temperaturanstieg im Probenzentrum aufgrund der niedrigen Wärmeleitung vom Probeninneren zur Oberfläche.

Die maximale Temperatur entlang des Radius der Hantelprobe bei derselben Belastungsamplitude nimmt sehr stark ab, indem die Frequenz unter Berücksichtigung des Verlustäquivalents sowohl für NR- als auch für EPDM-Materialien angepasst wird.

8.4.2 Mechanische und thermische Analyse

Die zweite Simulationsvariante (Inhomogenes Verformungsfeld) argumentiert mit einer Mehrbereichsdehnungsbetrachtung und besteht aus zwei Schritten. Im ersten Schritt wurde das dafür entwickelte Modell mit einer Kraftamplitude belastet, um die unterschiedlichen mechanischen Spannungsbereiche sowie deren dissipierte Energiedichten zu identifizieren. Zu diesem Zweck wurde das MORPH-Materialgesetz (Model of Rubber Phenomenology) verwendet, da es eine gute Methode zur Berechnung der Materialsteifigkeit darstellt [112, 113].

Im zweiten Schritt wurde ein neues Modell mit sieben verschiedenen Zonen eingerichtet (Abb. 8.15). Diese Zonen definieren die verschiedenen Spannungsbereiche aus der mechanischen Be-

rechnung. Unter Verwendung eines Algorithmus wurde die berechnete Verlustleistung aus den mechanischen Bereichen (Tabelle 8.3) als Heizleistungsdichte in den entsprechenden Zonen eingegeben.

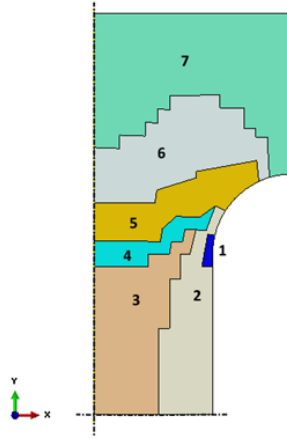


Abbildung 8.15: Mehrflächenmodell des Hantelprüfkörpers, X-Achse: Spiegelsymmetrisch und Y-Achse: rotationssymmetrisch.

Der Wärmeverlust erfolgte durch Konvektion an die Umgebung. Die Simulation wurde mit einer Anfangstemperatur von 27 °C und einer Dauer von 3600 Sekunden durchgeführt.

Tabelle 8.3: Berechnete Heizleistungsdichte vom EPDM Werkstoff.

Zone	Heizleistungsdichte [MPa · s ⁻¹]
1	0,280
2	0,247
3	0,238
4	0,205
5	0,156
6	0,071
7	0,015

Abbildung 8.16 zeigt repräsentativ die Ergebnisse der thermischen Analyse des zweiten Simulationsverfahrens nach 50, 150 und 1100 Sekunden für EPDM-Material bei einer Amplitude von 2,04 MPa mit einem Wärmeübertragungskoeffizient von 26 W/m²K.

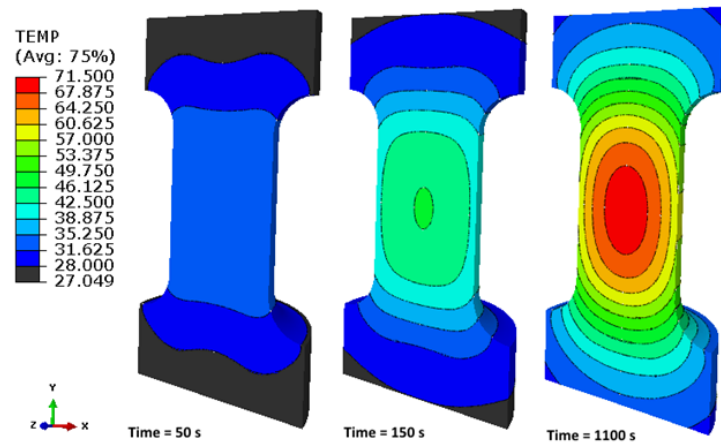


Abbildung 8.16: Thermische Analyse der Hantelprobe von EPDM (Multi-Area-Modell)

Abbildung 8.17 zeigt die Temperaturentwicklungskurven eines Hantelprüfkörpers an der Oberfläche bzw. entlang des Radius des Hantelprüfkörper für beide Simulationsvarianten. Aus der Abbildung (8.17 a) ist ersichtlich, dass die Steigung der Temperatur bis zum Gleichgewicht in der zweiten Simulationsvariante langsamer ist. Abbildung (8.17 b) zeigt deutlich, dass das Temperaturprofil entlang des Radius bei der zweiten Simulationsvariante deutlich niedriger ist als bei der ersten Variante. Dies stellt eine maximale Differenz von 12,5 °C im Nullradius (Mitte des Hantelprüfkörpers) zwischen der ersten und zweiten Simulationsvariante dar.

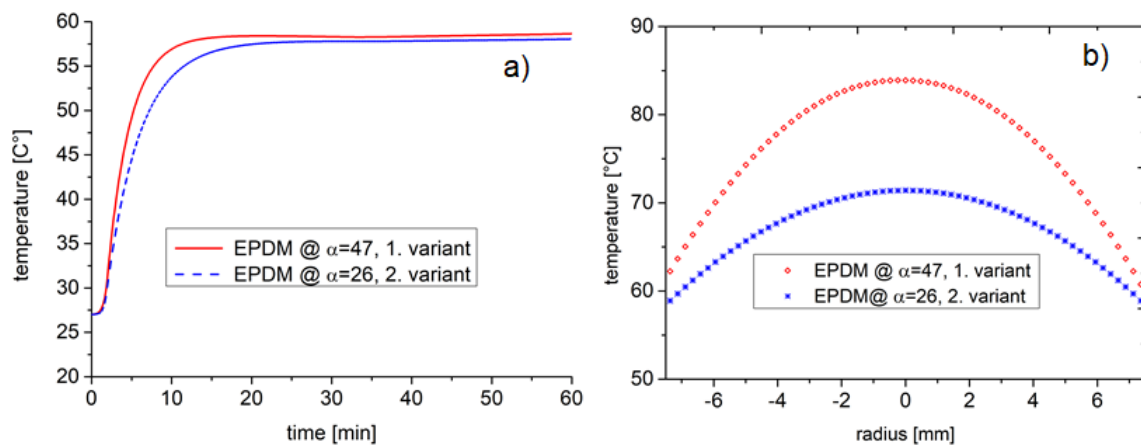


Abbildung 8.17: Temperaturentwicklung auf halber Höhe der Hantelprobe nach 3600 s für die Laststufe 2,04 MPa und 1 Hz im Vergleich der 1. und 2. Simulationsvariante (homogene und inhomogene Verformungsfelder), a) auf der Oberfläche, b) entlang des Radius.

8.5 Diskussion

Die experimentellen Ergebnisse der thermischen Untersuchungen für NR (Abb. 8.18 a) und EPDM (Abb. 8.18 b) zeigen, dass der Anstieg der Temperatur auf das Gleichgewicht geringfügig von der Simulation abweicht. Ein möglicher Grund wäre die Temperaturabhängigkeit der Materialparameter, zum Beispiel des Wärmeleitfähigkeitskoeffizientes, der in der Simulation nicht berücksichtigt wurde.

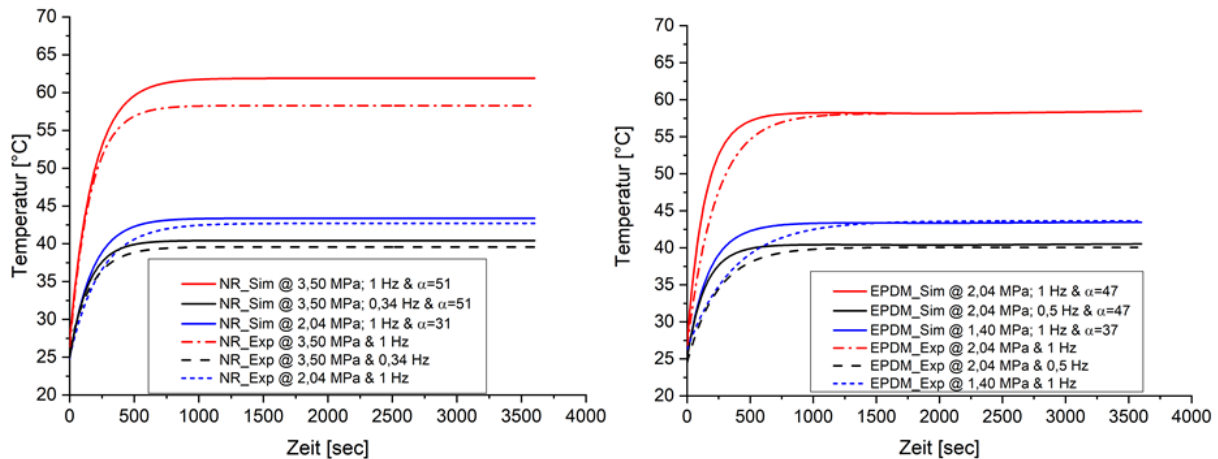


Abbildung 8.18: Experimentelle und simulierte Temperaturentwicklung von NR (a) und EPDM (b) auf der Oberfläche von Hantelproben bei unterschiedlichem Belastungsniveau und unterschiedlichen Frequenzen.

Entscheidend für die Größe des Wärmeübergangskoeffizientes α ist die Strömungsgeschwindigkeit. Da dieser geringer als bei der Referenz ist, ist zwangsläufig auch die Oberflächentemperatur niedriger (Abb. 8.7 und 8.8). Mit Verringerung der Temperaturdifferenz zwischen Probeoberfläche und Raumluft sinkt der Wärmeübergangskoeffizient [114], damit hat die Frequenz und Spannungsamplitude indirekt einen Einfluss auf den Wärmeübergangskoeffizienten.

Abbildung 8.19 zeigt die simulierte und experimentellen Temperaturkurven der thermischen Untersuchung von NR und EPDM entlang des Radius in der Gleichgewichtsphase. Hier ist der Unterschied im Temperaturprofil zwischen der Simulation und dem Experiment zu sehen. Für NR ist die maximal berechnete Temperatur etwa 4 °C höher als das Maximum aus der Messung. Die Simulation für EPDM zeigt eine Abweichung der berechneten Temperaturprofile im Vergleich zum Experiment mit maximal etwa 15 °C für die erste Simulationsvariante (homogen) mit 47 W/m²K und etwa 2 °C für die zweite Simulationsvariante (inhomogen) mit 26 W/m²K. Die Wahl eines Materialmodells, das eine Materialerweichung wie im inhomogenen Fall angemessen anzeigen kann, erweist sich als entscheidend für die Zuverlässigkeit der berechneten Temperaturverteilung.

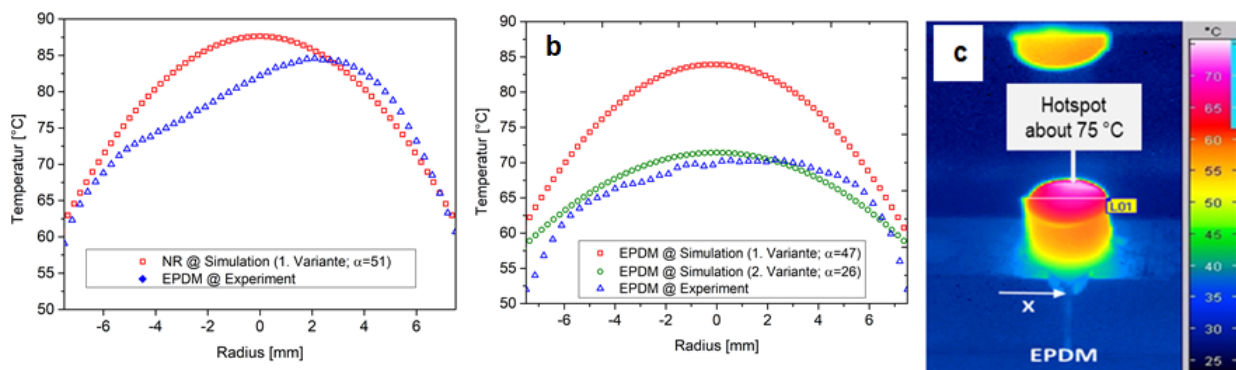


Abbildung 8.19: Experimentelles und simuliertes Temperaturprofil entlang des Radius der Hantelprobe für NR bei der Amplitude 3,50 MPa und 1 Hz (a) und EPDM bei 2,04 MPa und 1 Hz (b), (c) Infrarotbild entlang des Radius.

Die dynamischen Lebensdauerprüfungen von technischen Elastomerkomponenten sind immer mit einer dissipativen Eigenerwärmung verbunden. Die Verringerung der Frequenz neben der Erhöhung der Amplitude und der Steuerung der Verlustleistung ermöglicht eine Vorhersage der Lebensdauer bei gleichmäßigen Temperaturverteilungen. Die Lebensdauer bei höherer Belastung wird für NR um den Faktor 1,4 und für EPDM um den Faktor 1,7 korrigiert.

Obwohl die Wahl kleinerer Proben alternativ in Betracht gezogen werden könnte, um das Problem der Erwärmung zu vermeiden, verringert dies auch die statistische Signifikanz für die Verteilung der Lebensdauer aufgrund einer weniger repräsentativen Füllstoffdispersion der Mischung [115]. Darüber hinaus ist davon auszugehen, dass das Problem der ausgeprägten Temperaturgradienten durch erhitzte Probekörper bei stark taillierten Geometrien noch deutlicher wird.

9 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Forschungsarbeit wurde ein Modell zur Vorhersage der Ausfallwahrscheinlichkeit von in Zuglast ($R=0$), reiner Zuglast ($R>0$) und Druck-Zug Wechsellast ($R<0$) belasteten Elastomerprüfkörpern entwickelt. Die Grundlage dafür bildete eine Vielzahl bruchmechanischer Experimente an drei technischen Materialien, rußgefüllten Mischungen basierend auf den Kautschuken NR, EPDM und HNBR.

Die Werkstoffe zeigen unter variabler Vorspannung systematische Effekte in der Risswachstumsgeschwindigkeit. Dieser Befund korreliert mit dem Unterlasteinfluss auf das Lebensdauerbild aus Ermüdungsprüfungen. Durch eine passende Erweiterung der Paris-Erdogan-Gleichung unter Berücksichtigung der Unterlastvariation in Zug und Druck-Zug wurde das im DIK-Projekt erarbeitete Lebensdauervorhersagekonzept erfolgreich auf Zustände $R\neq 0$ erweitert. Dabei konnte auch für Zustände mit Druck-Zug-Unterlast ($R<0$) eine schlüssige Formulierung gefunden werden, welche stimmige Vorhersagen des Ermüdungsverhaltens leistet.

Die vorgestellten Werkstoffe zeigen auch unter Umgebungstemperatur-Variation systematische Effekte in der Risswachstumsrate. Dieser Befund korreliert mit dem Temperatureinfluss auf das Lebensdauerbild. Die Quantifizierung des tatsächlichen Wärmehaufbaus wurde mit Hilfe einer Thermo-Kamera an SEN-Prüfkörpern an einem Servohydraulik-Prüfstand für das HNBR Material bei drei Verformungsamplituden durchgeführt und zeigt eine deutliche Temperaturerhöhung bei höherer Verformungsamplitude. Die Lebensdauer wurde bei zwei erhöhten Temperaturen auf dissipationsequaler Weise geprüft, welches zur Frequenzanpassung führt und es wurde dabei kein deutlicher Einfluss durch dissipationsequaler Laststeuerung auf die Lebensdauer gefunden.

Eine Erhöhung der Vorspannung führt zu einer höheren Lebensdauer bzw. geringeren Risswachstumsrate bei allen Werkstoffen ein. Temperaturanstieg führt zu kürzeren Lebensdauern bei der Ermüdungsprüfung und einer höheren Risswachstumsrate bei der Risswachstumscharakterisierung. Partikelgrößenverteilung aus computertomographischer Analyse und Materialparametern aus der bruchmechanischen Charakterisierung führen zur Entwicklung des Lebensdauervorhersage-Konzepts, welches eine gute Korrelation zwischen dem experimentellen Befund und der Vorhersage zeigt.

Die dissipationsequaler Laststeuerung in der Ermüdungsprüfung zeigt, dass die Lebensdauer der höheren geprüften Laststufen bei dissipationsequaler und mithin reduzierter Frequenz um einen Faktor 1,2 bis 1,6 zunimmt. Es wurde auf zwei verschiedenen Laststufen ein Unterschied von ca. 5 °C im Temperatureaufbau an der Oberfläche des Hantelprüfkörpers gefunden, wenn durch Frequenzanpassung eine vergleichbare Energiedissipation dargestellt wird. Die resultierende dissipationsequaler Wöhlerkurve ist steiler als die klassisch mit einheitlicher Frequenz ermittelte

Kurve. Temperaturentwicklung an der Oberfläche bzw. entlang des Radius des Hantelkörpers wurde für homogene bzw. inhomogene Betrachtung simuliert und auch während der Lebensdauerprüfung gemessen. Der Vergleich zwischen FEM Simulation und experimentellem Befund weist gute Übereinstimmung für den Fall der Temperaturentwicklung an der Oberfläche bzw. entlang des Radius des Hantelkörpers auf.

Die hier entwickelten Modelle sind aussichtsreich für die zielgenauere Vorhersage von Bauteillebensdauern. Diese sorgen letztendlich für eine optimale Designlösung durch Simulation. Für zukünftige Untersuchungen erscheint es vielversprechend, die bruchmechanische Charakterisierung mit Materialeffekten der Viskoelastizität zusammenzuführen. Dazu ist hinsichtlich der apparativen Charakterisierung, z.B. mit Tear Analyser, die Entwicklung eines Kamerasystems für eine orts aufgelöste Erfassung des Deformationsfeldes erforderlich, deren Messdaten Eingang in ein ebenfalls zu entwickelndes Auswertesystem finden, welches lokale viskoelastische Prozesse zur Bruchmechanik während den dynamischen Risswachstumsprüfungen an der Risspitze bei Elastomerstreifenprobekörper quantifiziert.

10 Anhang

Paris-Erdogan-Plot bei 2 N Unterlast

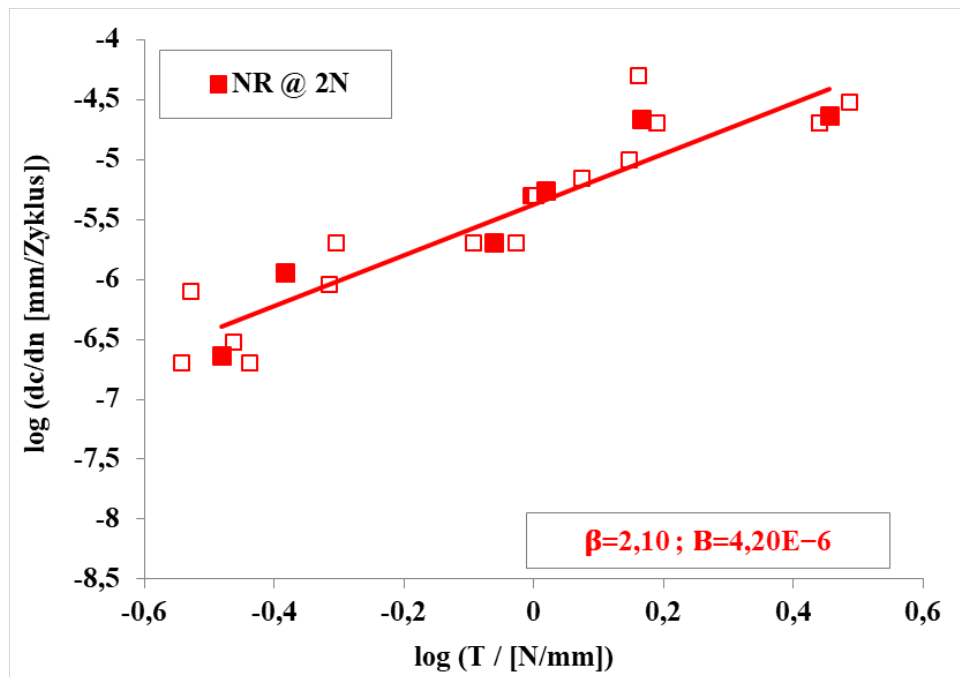


Abbildung 10.1: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das NR Material bei RT und 2 N Vorlast; offene Symbole sind Messwerte und geschlossene Symbole sind Mittelwerte.

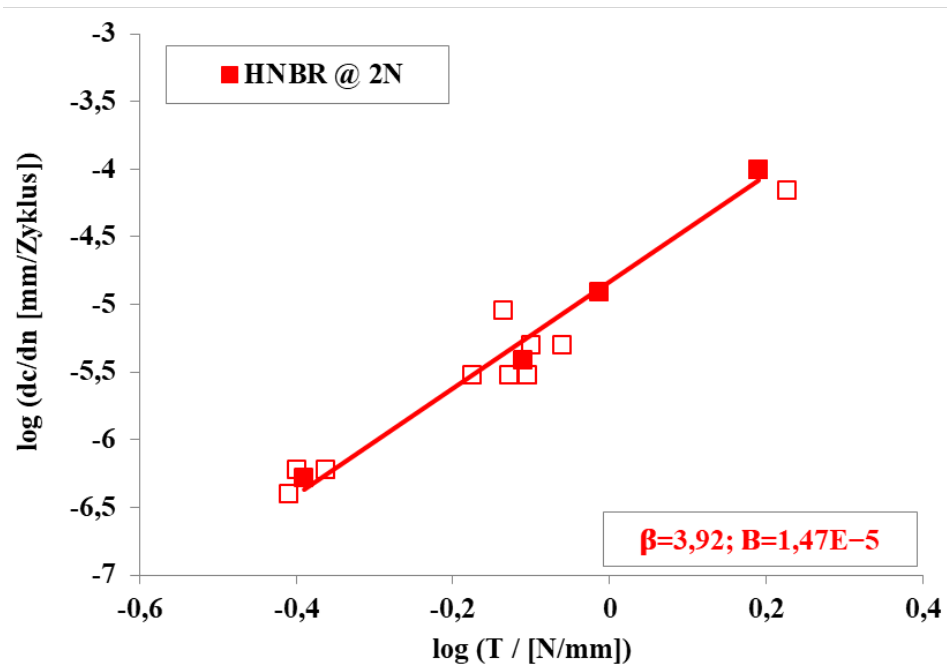


Abbildung 10.2: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das HNBR Material bei RT und 2 N Vorlast; offene Symbole sind Messwerte und geschlossene Symbole sind Mittelwerte.

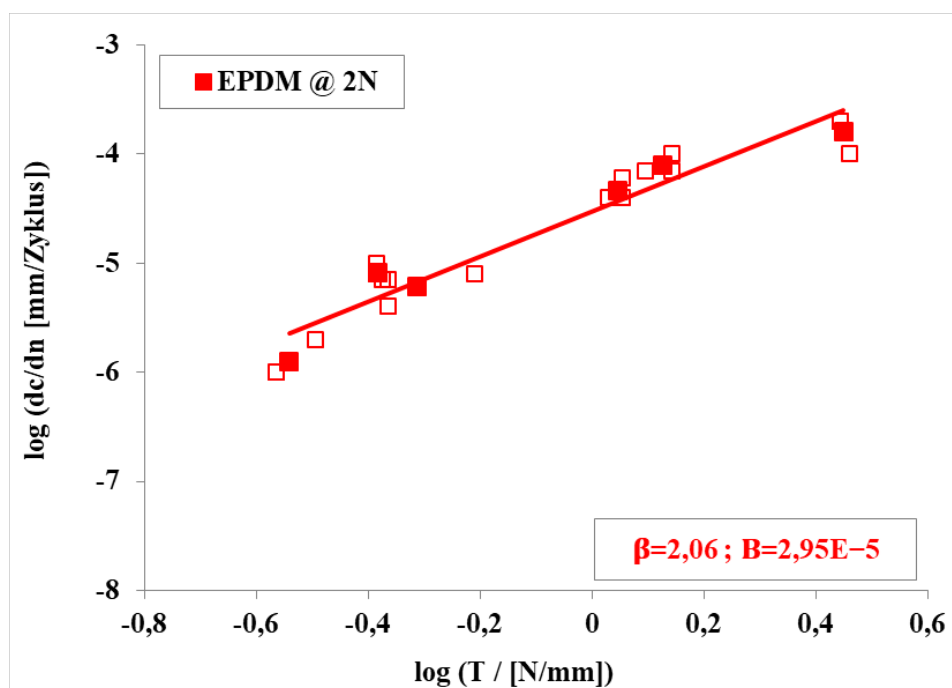


Abbildung 10.3: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das EPDM Material bei RT und 2 N Vorlast; offene Symbole sind Messwerte und geschlossene Symbole sind Mittelwerte.

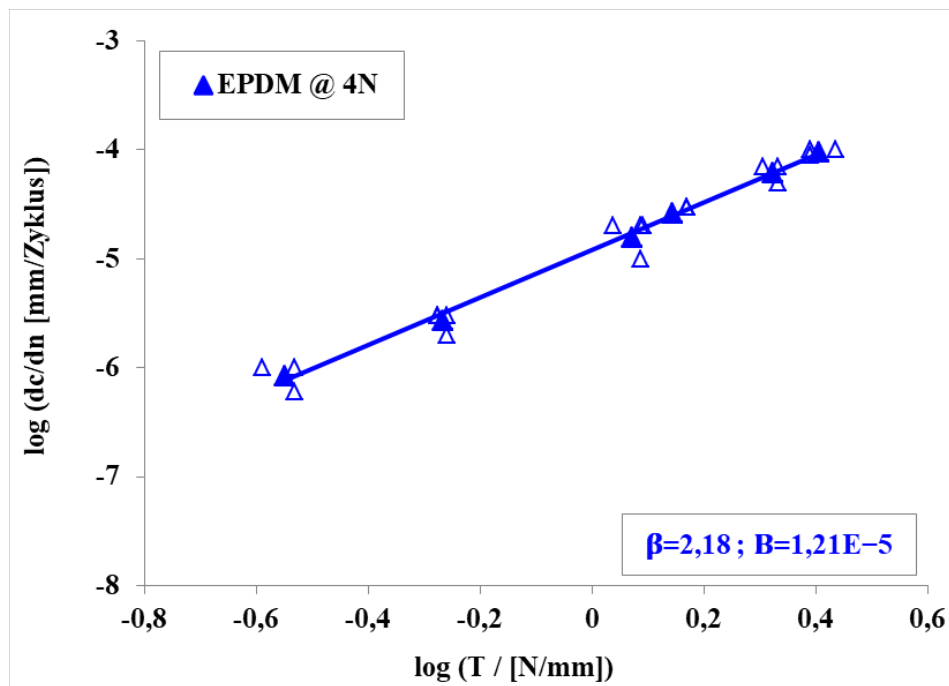


Abbildung 10.6: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das EPDM Material bei RT und 4 N Vorlast; offene Symbole sind Messwerte und geschlossene Symbole sind Mittelwerte.

Paris-Erdogan-Plot bei 6 N Unterlast

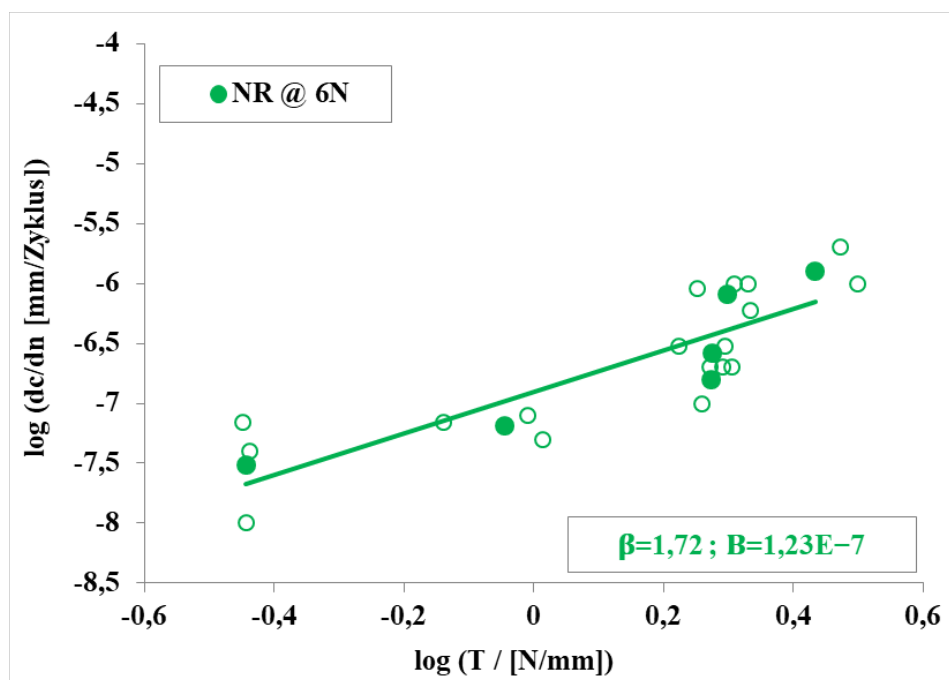


Abbildung 10.7: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das NR Material bei RT und 6 N Vorlast; offene Symbole sind Messwerte und geschlossene Symbole sind Mittelwerte.

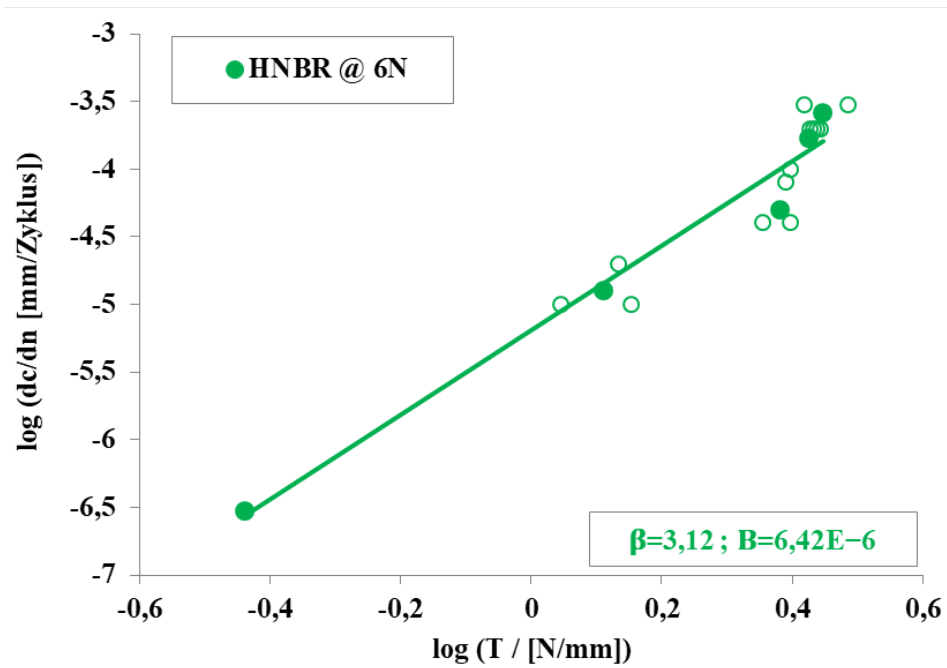


Abbildung 10.8: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das HNBR Material bei RT und 6 N Vorlast; offene Symbole sind Messwerte und geschlossene Symbole sind Mittelwerte.

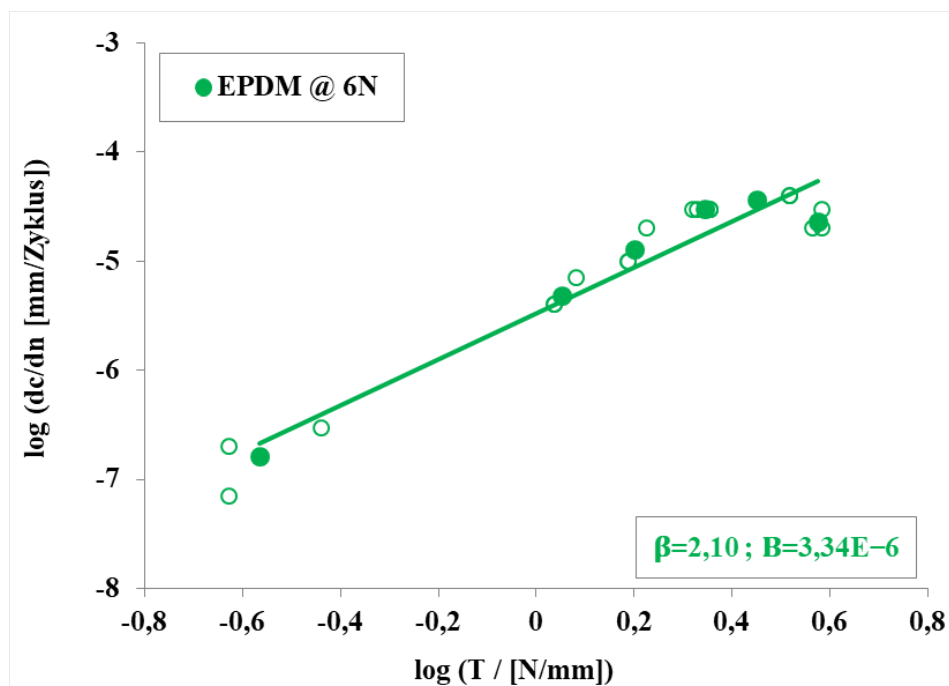


Abbildung 10.9: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Reißenergie für das EPDM Material bei RT und 6 N Vorlast; offene Symbole sind Messwerte und geschlossene Symbole sind Mittelwerte.

Literaturverzeichnis

- [1] M. Ludwig. *Entwicklung eines Lebensdauer-Vorhersagekonzepts für Elastomerwerkstoffe unter Berücksichtigung der Fehlstellenstatistik*. PhD thesis, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, 2017.
- [2] W.V. Mars and A. Fatemi. A literature survey on fatigue analysis approaches for rubber. *International Journal of fatigue*, 24(9):949–961, 2002.
- [3] M. El Yaagoubi. *Vorhersage der charakteristischen Lebensdauer von Elastomeren im Rahmen der probabilistischen Bruckmechanik*. PhD thesis, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 2018.
- [4] F. Abraham. *The influence of minimum stress on the fatigue life of non strain crystallising elastomers*. PhD thesis, Coventry University, 2002.
- [5] A. Saxena. *Nonlinear fracture mechanics for engineers*. CRC Press, 1998.
- [6] J. Wu, X. Gong, L. Chen, H. Xia, and Z. Hu. Preparation and characterization of isotropic polyurethane magnetorheological elastomer through in situ polymerization. *Journal of Applied Polymer Science*, 114(2):901–910, 2009.
- [7] AN. Gent. *Engineering with rubber: how to design rubber components*. 2012.
- [8] P. Martinon. *Caractéristiques des élastomères*. Ed. Techniques Ingénieur, 1998.
- [9] LH. Sperling. *Introduction to physical polymer science*. John Wiley & Sons, 2005.
- [10] N. Chakravarti and K.L. Sebastian. Fractional brownian motion models for polymers. *Chemical physics letters*, 267(1-2):9–13, 1997.
- [11] P.J. Flory. *Principles of polymer chemistry* cornell univ press ithaca. *New York*, 1953.
- [12] W. Kuhn and F. Grün. Statistical behavior of the single chain molecule and its relation to the statistical behavior of assemblies consisting of many chain molecules. *Journal of polymer science*, 1(3):183–199, 1946.
- [13] JL. Halary and F. Lauprêtre. *Mécanique des matériaux polymères*. Humensis, 2015.
- [14] P. Combette. *Physique des polymères. vol. 1, structure, fabrication et emploi*. Hermann, 2005.
- [15] P. Combette and I. Ernout. *Physique des polymères, tome II, Propriétés mécaniques*, Ed. HERMANN, 2006.
- [16] A.P. Aleksandrov and Y.S. Lazurkin. A study of polymers. i. highly elastic deformation of polymers. *Rubber Chemistry and Technology*, 13(4):886–898, 1940.

- [17] K.N. Ulu, M. Dragičević, P.A. Albouy, B. Huneau, A.S. Béranger, and P. Heuillet. Strain-induced crystallization ability of hydrogenated nitrile butadiene rubber. In *Constitutive Models for Rubber X*, pages 279–282. 2017.
- [18] I.J. Rao and K.R. Rajagopal. A study of strain-induced crystallization of polymers. *International Journal of Solids and Structures*, 38(6-7):1149–1167, 2001.
- [19] K.P. Battjes, C.M. Kuo, R.L. Miller, and J.C. Saam. Strain-induced crystallization in poly [methyl (3, 3, 3-trifluoropropyl) siloxane] networks. *Macromolecules*, 28(3):790–792, 1995.
- [20] S. Toki, T. Fujimaki, and M. Okuyama. Strain-induced crystallization of natural rubber as detected real-time by wide-angle x-ray diffraction technique. *Polymer*, 41(14):5423–5429, 2000.
- [21] M. Tosaka, S. Kohjiya, Y. Ikeda, S. Toki, and B.S. Hsiao. Molecular orientation and stress relaxation during strain-induced crystallization of vulcanized natural rubber. *Polymer journal*, 42(6):474–481, 2010.
- [22] P.A. Albouy and P. Sotta. Strain-induced crystallization in natural rubber. In *Polymer Crystallization II*, pages 167–205. 2015.
- [23] B. Huneau. Strain-induced crystallization of natural rubber: a review of x-ray diffraction investigations. *Rubber chemistry and technology*, 84(3):425–452, 2011.
- [24] S. Kohjiya, P. Junkong, and Y. Ikeda. Crystallization of natural rubber: Its unique feature. *KGK-Kautschuk Gummi Kunststoffe*, 70(10):38–48, 2017.
- [25] AR. Payne. The dynamic properties of carbon black-loaded natural rubber vulcanizates. part i. *Rubber Chemistry and Technology*, 36(2):432–443, 1963.
- [26] AR. Payne. Dynamic mechanical properties of filler loaded vulcanisates. *Rubber and plastics age*, 42:963–967, 1961.
- [27] A. Lang. *Experimentelle und theoretische Untersuchungen zum Reibverhalten elastomerer Werkstoffe auf rauen Oberflächen*. PhD thesis, Hannover: Insitutionelles Repositorium der Leibniz Universität Hannover, 2018.
- [28] T.A. Vilgis, G. Heinrich, and M. Klüppel. *Reinforcement of polymer nano-composites: theory, experiments and applications*. Cambridge University Press, 2009.
- [29] AR. Payne. The dynamic properties of carbon black loaded natural rubber vulcanizates. part ii. *Journal of Applied Polymer Science*, 6(21):368–372, 1962.
- [30] L. Mullins. Studies in the absorption of energy by rubber. *J. of Rubber Research*, 16:180–185, 1947.
- [31] F. Bueche. Mullins effect and rubber–filler interaction. *Journal of applied polymer Science*, 5(15):271–281, 1961.
- [32] WL. Holt. Behaviour of rubber under repeated stresses1, 2. *Industrial & engineering chemistry*, 23(12):1471–1475, 1931.
- [33] M. Klüppel. The role of disorder in filler reinforcement of elastomers on various length

- scales. *Advances in Polymer Science*, 164:1–86, 2003.
- [34] V. Le Saux. *Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique: de la caractérisation accélérée au calcul de structure*. PhD thesis, 2010.
- [35] A. Lion. A constitutive model for carbon black filled rubber: experimental investigations and mathematical representation. *Continuum Mechanics and Thermodynamics*, 8(3):153–169, 1996.
- [36] J. Lemaitre and J.L. Chaboche. *Mécanique des matériaux solides* (seconde édition), 2004.
- [37] F. Sidoroff. Un modèle viscoélastique non linéaire avec configuration intermédiaire. 1974.
- [38] B.N.J. Persson, O. Albohr, G. Heinrich, and H. Ueba. Crack propagation in rubber-like materials. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 17(44):R1071, 2005.
- [39] M.L. Williams and J.D. Ferry. Dynamic mechanical properties of polymethyl acrylate. *Journal of Colloid Science*, 10(5):474–481, 1955.
- [40] G.J. Lake and P.B. Lindley. The mechanical fatigue limit for rubber. *Journal of Applied Polymer Science*, 9(4):1233–1251, 1965.
- [41] K. Macdonald. *Fracture and fatigue of welded joints and structures*. Elsevier, 2011.
- [42] J.T. South. *Mechanical properties and durability of natural rubber compounds and composites*. PhD thesis, Virginia Tech, 2001.
- [43] J. Tomsic. *Dictionary of materials and testing*. SAE, 2000.
- [44] M. Kuna. *Numerische Beanspruchungsanalyse von Rissen*, volume 2. Springer, 2008.
- [45] A.A. Griffith. The theory of rupture: Proc. 1st int. congr. appl. mech. *Delft*, 1924.
- [46] C.E. Inglis. Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp. *Transactions of the Institute of Naval Architects*, 55:241–249, 1913.
- [47] 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*, 221(582-593):163–198, 1921.
- [48] C. Bathias, K. Le Gorju, C. Lu, and L. Menabeuf. Fatigue crack growth damage in elastomeric materials. In *Fatigue and Fracture Mechanics: 27th Volume*. ASTM International, 1997.
- [49] M. El Yaagoubi, D. Juhre, J. Meier, T. Alshuth, and U. Giese. Prediction of energy release rate in crack opening mode (mode I) for filled and unfilled elastomers using the ogden model. *Engineering Fracture Mechanics*, 182:74–85, 2017.
- [50] R.S. Rivlin and A.G. Thomas. Rupture of rubber. i. characteristic energy for tearing. *Journal of polymer science*, 10(3):291–318, 1953.
- [51] W. Grellmann and K. Reincke. Technical material diagnostics-fracture mechanics of filled elastomer blends. In *Fracture Mechanics and Statistical Mechanics of Reinforced Elastomeric Blends*, pages 227–268. Springer, 2013.

- [52] A.K. Bhowmick, A.N. Gent, and C.T.R. Pulford. Tear strength of elastomers under threshold conditions. Technical report, Akron Univ OH Inst of Polymer Science, 1983.
- [53] Y. Fukahori, K. Sakulkaew, and J.J.C. Busfield. Elastic–viscous transition in tear fracture of rubbers. *Polymer*, 54(7):1905–1915, 2013.
- [54] R. Seldén. Fracture mechanics analysis of fatigue of rubber—a review. *Progress in Rubber and Plastics Technology*, 11(1):56–83, 1995.
- [55] A.N. Gent, P.B. Lindley, and A.G. Thomas. Cut growth and fatigue of rubbers. i. the relationship between cut growth and fatigue. *Journal of Applied Polymer Science*, 8(1):455–466, 1964.
- [56] A. Schallamach. Gummireibung. *GAK Gummi Asbest Kunststoffe*, 3:142–155, 1975.
- [57] M.D. Ellul. Engineering with rubber, how to design rubber components. *Carl Hanser Verlag, Munich*, 1992.
- [58] G.J. Lake. Aspects of fatigue and fracture of rubber. *Progress of Rubber Technology*, 45:89–143, 1983.
- [59] W.V. Mars and A. Fatemi. Factors that affect the fatigue life of rubber: a literature survey. *Rubber Chemistry and Technology*, 77(3):391–412, 2004.
- [60] P.B. Lindley. Non-relaxing crack growth and fatigue in a non-crystallizing rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 47(5):1253–1264, 1974.
- [61] R. Stoček, P. Ghosh, R. Mukhopadhyay, R. Kipscholl, and G. Heinrich. Fracture behavior of rubber-like materials under classical fatigue crack growth vs. chip & cut analysis. In *Proceedings of the 8th European Conference on Constitutive Models for Rubbers (ECCMR'13)*, pages 323–328, 2013.
- [62] T. Alshuth, J. McNamara, and S. Jerrams. Improving the prediction of stress softening in rubber components. *KAUTSCHUK UND GUMMI KUNSTSTOFFE*, 60(12):670, 2007.
- [63] A. Cantatore and P. Müller. Introduction to computed tomography. 2011.
- [64] W. Bauer, FT. Bessler, E. Zabler, and RB. Bergmann. Computer tomography for nondestructive testing in the automotive industry. In *Developments in X-Ray Tomography IV*, volume 5535, pages 464–472. International Society for Optics and Photonics, 2004.
- [65] M. Franz, C. Funk, J. Hiller, S. Kasperl, M. Krumm, S. Schröpfer, and F. Ezrt. Reliability of dimensional measurements by computed tomography for industrial applications. In *4th European-American Workshop on Reliability of NDE*, 2009.
- [66] P. Thomas and HE. Zhenhui. Advanced ndt with high resolution computed tomography. In *17th World Conference on Nondestructive Testing*, pages 25–28, 2008.
- [67] U. Eisele, S. Kelbch, and H.W. Engels. The tear analyzer: a new tool for quantitative measurements of the dynamic crack growth of elastomers. *Kautschuk und Gummi, Kunststoffe*, 45(12):1064–1069, 1992.
- [68] A. Wöhler. *Über die festigkeitsversuche mit eisen und stahl*. Ernst & Korn, 1870.

- [69] M. El Yaagoubi, H. El Maanaoui, and J. Meier. New fatigue test sample: Lifetime prediction of carbon black filled elastomers based on the probability distribution of particles. *Polymer*, page 122973, 2020.
- [70] F. Röthemeyer and F. Sommer. *Kautschuktechnologie: Werkstoffe-Verarbeitung-Produkte*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 2013.
- [71] K. G Gatos, N.S. Sawanis, A.A. Apostolov, R. Thomann, and J. Karger-Kocsis. Nanocomposite formation in hydrogenated nitrile rubber (hnbr)/organo-montmorillonite as a function of the intercalant type. *Macromolecular Materials and Engineering*, 289(12):1079–1086, 2004.
- [72] G. Abts. *Einführung in die Kautschuktechnologie*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 2018.
- [73] W. Beyer and W. Francke. *Beyer-Walter Lehrbuch der organischen Chemie*. Hirzel Verlag, Stuttgart, 1988.
- [74] T. Hager, A. MacArthur, D. McIntyre, and R. Seeger. Chemistry and structure of natural rubbers. *Rubber Chemistry and Technology*, 52(4):693–709, 1979.
- [75] A. Dobermann. Die kulturpflanzen der tropen und subtropen. *Field Crops Research*, 52(3):284–285, 1997.
- [76] M.A. Abdulwahab, A.A. Akindahunsi, and B.O. Onabanjo. Performance of natural rubber latex stabilized adobe bricks. *Ife Journal of Technology*, 25(1):45–49, 2018.
- [77] W. Baumann and M. Ismeier. *Kautschuk und Gummi: Daten und Fakten zum Umweltschutz*, volume 1. Springer-Verlag, 2013.
- [78] T. Thust. *Rezeptur-und Prozesseinflüsse auf das Haftverhalten beim Mehrkomponentenspritzgießen von Thermoplast-Elastomer-Verbundbauteilen am Beispiel PA6. 6-HNBR*. PhD thesis, 2014.
- [79] M. Klüppel. Evaluation of viscoelastic master curves of filled elastomers and applications to fracture mechanics. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 21(3):035104, 2008.
- [80] M. Wunde and M. Klüppel. Viscoelastic response during crack propagation of unfilled and filled sbr. *Rubber Chemistry and Technology*, 91(4):668–682, 2018.
- [81] Q. Guo, F. Zaïri, H. Baraket, M. Chaabane, and X. Guo. Pre-stretch dependency of the cyclic dissipation in carbon-filled sbr. *European Polymer Journal*, 96:145–158, 2017.
- [82] S. Suresh and R.O. Ritchie. Propagation of short fatigue cracks. *International metals reviews*, 29(1):445–475, 1984.
- [83] J. Schieppati, B. Schrittester, A. Wondracek, S. Robin, A. Holzner, and G. Pinter. Temperature impact on the mechanical and fatigue behavior of a non-crystallizing rubber. *International Journal of Fatigue*, 144:106050, 2021.
- [84] T. Spratte, J. Plagge, M. Wunde, and M. Klüppel. Investigation of strain-induced crystallization of carbon black and silica filled natural rubber composites based on mechanical and temperature measurements. *Polymer*, 115:12–20, 2017.

- [85] H. El Maanaoui, C. Egelkamp, and J. Meier. Influence of the tensile static preload dependency on the dynamic lifetime prediction for an hnbr elastomer. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, page 104502, 2021.
- [86] P. Paris and F. Erdogan. A critical analysis of crack propagation laws. *ASME J. Basic Eng.*, 85:533–534, 1963.
- [87] U. Krenzel. *Einführung in die Wahrscheinlichkeitstheorie und Statistik*, volume 6. Springer, 2000.
- [88] C.H. Hesse. *Angewandte Wahrscheinlichkeitstheorie: eine fundierte Einführung mit über 500 realitätsnahen Beispielen und Aufgaben*. Springer-Verlag, 2013.
- [89] J. Liu and H. Zenner. Berechnung der dauerschwingfestigkeit bei mehrachsiger beanspruchung—teil 1. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 24(7):240–249, 1993.
- [90] C. Müller, R. Masendorf, and A. Esderts. Freigabepfung mit wenigen proben weibullverteilter kennwerte, 2012.
- [91] R. Adenstedt. *Streuung der Schwingfestigkeit*. Papierflieger, 2002.
- [92] M. Traupe, H. Meinen, and H. Zenner. Sichere und wirtschaftliche auslegung von eisenbahnfahrwerken. *Abschlussbericht BMBF-Projekt*, 19:0061, 2004.
- [93] W.B. Nelson. *Applied life data analysis*, volume 521. John Wiley & Sons, 2003.
- [94] W. Weibull. A statistical distribution function of wide applicability. *Journal of applied mechanics*, 18(3):293–297, 1951.
- [95] JP. Zhang, DL. Li, WL. Wu, H. Wu, and WQ. Zhu. Lifetime prediction of white oled based on mle under lognormal distribution. *Journal of Testing and Evaluation*, 41(3):398–402, 2013.
- [96] W.B. Nelson. *Accelerated testing: statistical models, test plans, and data analysis*, volume 344. John Wiley & Sons, 2009.
- [97] M. Caldas de Castro and BH. Singer. Controlling the false discovery rate: a new application to account for multiple and dependent tests in local statistics of spatial association. *Geographical Analysis*, 38(2):180–208, 2006.
- [98] G.I. Barenblatt. The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture. In *Advances in applied mechanics*, volume 7, pages 55–129. 1962.
- [99] R.A. Schapery. A theory of crack initiation and growth in viscoelastic media. *International Journal of fracture*, 11(1):141–159, 1975.
- [100] J.A. Greenwood and K.L. Johnson. The mechanics of adhesion of viscoelastic solids. *Philosophical Magazine A*, 43(3):697–711, 1981.
- [101] M. Barber, J. Donley, and J.S. Langer. Steady-state propagation of a crack in a viscoelastic strip. *Physical Review A*, 40(1):366, 1989.
- [102] J.M. Baney and C.Y. Hui. Viscoelastic crack healing and adhesion. *Journal of applied*

- physics*, 86(8):4232–4241, 1999.
- [103] H. El Maanaoui and J. Meier. Lifetime prediction with temperature dependence for epdm and nr elastomers based on fatigue crack growth mechanical measurements and filler distribution. *Polymer*, 228:123909, 2021.
- [104] J. Meier, S. Robin, M. Ludwig, and M. El Yaagoubi. Influence of filler induced cracks on the statistical lifetime of rubber: A review. *Advances in Polymer Science*, pages 153–177, 2020.
- [105] H. Lorenz, D. Steinhauser, and M. Klüppel. Morphology and micro-mechanics of filled elastomer blends: impact on dynamic crack propagation. pages 81–128, 2013.
- [106] EM. Dannenberg. The effects of surface chemical interactions on the properties of filler-reinforced rubbers. *Rubber Chemistry and Technology*, 48(3):410–444, 1975.
- [107] M.J. Forrest. *Rubber Analysis: Characterisation, Failure Diagnosis and Reverse Engineering*. Walter de Gruyter GmbH & Co KG, 2019.
- [108] A.N. Gent and M. Hindi. Heat build-up and blow-out of rubber blocks. Technical report, AKRON UNIV OH INST OF POLYMER SCIENCE, 1988.
- [109] Y. Marco, V. Le Saux, S. Calloch, and P. Charrier. Heat build-up and micro-tomography measurements used to describe the fatigue mechanisms and to evaluate the fatigue lifetime of elastomers. *Constitutive Models for Rubber VII*, page 347, 2011.
- [110] U. Hahn. *Physik für Ingenieure*. Walter de Gruyter, 2009.
- [111] S. Robin and T. Alshuth. Hochauflösende 3d: Röntgencomputertomographie. *KGK. Kautschuk, Gummi, Kunststoffe*, 63(9):383–387, 2010.
- [112] D. Besdo, C. Hohl, and J. Ihlemann. Abaqus implementation and simulation results of the morph constitutive model. *Constitutive Models for Rubber*, 4:223, 2017.
- [113] I. Dayyani, S. Ziaei-Rad, and MI. Friswell. The mechanical behavior of composite corrugated core coated with elastomer for morphing skins. *Journal of composite materials*, 48(13):1623–1636, 2014.
- [114] J.P. Whitehead and R.W. Wittenberg. A rigorous bound on the vertical transport of heat in rayleigh-bénard convection at infinite prandtl number with mixed thermal boundary conditions. *Journal of Mathematical Physics*, 55(9):093104, 2014.
- [115] O. Gehrman, M. El Yaagoubi, H. El Maanaoui, and J. Meier. Lifetime prediction of simple shear loaded filled elastomers based on the probability distribution of particles. *Polymer Testing*, 75:229–236, 2019.

Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, dass ich die vorgelegte Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel verwendet habe. Alle Textstellen, die dem Wortlaut oder dem Sinn nach anderen Werken entnommen sind, wurden unter der Angabe der Quelle deutlich gekennzeichnet.

Hannover, den 27.07.2022

Hamid El Maanaoui

Danksagung

Ich möchte mich an dieser Stelle bei allen Menschen bedanken, die mich bei der Erstellung dieser Dissertation unterstützt haben.

Zuerst möchte ich mich ganz herzlich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Gerhard Poll dafür bedanken, dass er mir die Möglichkeit gab, mein Thema vorzustellen und meine Betreuung bedanken. Mein Dank gilt auch Herrn Prof. Dr. habil. Manfred Klüppel, Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. P. Junker und Herrn Prof. Dr.-Ing. H. J. Maier für die Übernahme des Koreferats bzw. des Vorsitzes der Prüfungskommission.

Ganz besonders möchte ich mich bei Herrn Dr. Jens Meier für seine Unterstützung, seine zahlreichen und hervorragende Diskussion bedanken. Mein Dank gilt auch Herrn Prof. Dr. Ulrich Giese, der mir die Möglichkeit gab, im Deutschen Institut für Kautschuktechnologie e.V. die Ausarbeitung meines Themas durchzuführen und abzuschließen.

Weiterhin geht mein Dank an alle jetzigen und ehemaligen Mitarbeiter des DIK e.V., die durch ihr Wissensaustausch eine ganz besondere Atmosphäre am Institut erzeugen, so dass die täglichen Herausforderungen leichter von der Hand gehen. Mein Dank möchte ich auch an das technische Personal im DIK und insbesondere an Herrn Peter Erren richten.

Das gilt auch für meine Büro-Kollegen, die mich tagtäglich sowohl thematisch als auch persönlich gefordert und gefördert haben. Meine Abteilungskollegen möchte ich meinen aufrichtigen Dank für die produktive Zusammenarbeit und die gemeinsame schöne Zeit aussprechen.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meiner Familie für die unermüdliche Unterstützung bedanken. Ganz besonders möchte ich meinen Dank an meine Frau Amal und meinen Sohn Rayan richten, die durch ihre Geduld und Motivation nicht weniger zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Veröffentlichung

Publikation

El Yaagoubi, M., El Maanaoui, H., & Meier, J. (2022). Influence of operating temperature on the measured and predicted lifetime of carbon black-filled hydrogenated nitrile butadiene rubber. *Engineering Fracture Mechanics*, 271, 108633.

El Maanaoui, H. & Meier, J. (2021). Lifetime prediction with temperature dependence for EPDM and NR elastomers based on fatigue crack growth mechanical measurements and filler distribution. *Polymer*, 228, 123909.

El Maanaoui, H., Meier, J. & Egelkamp, C. (2021). Influence of the tensile static preload dependency on the dynamic lifetime prediction for HNBR elastomers. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 119(8):104502.

El Yaagoubi, M., El Maanaoui, H. & Meier, J. (2020). New Fatigue Test Sample: Lifetime Prediction of Carbon Black Filled Elastomers Based on the Probability Distribution of Particles. *Polymer*, 208, 122973.

El Maanaoui, H., & Meier, J. (2019). Influence of the tensile preload variation on the lifetime prediction of technical materials. In *Constitutive Models for Rubber XI: Proceedings of the 11th European Conference on Constitutive Models for Rubber (ECCMR 2019)*, June 25-27, 2019, Nantes, France (Vol. 100, No. 50, p. 399). CRC Press.

Gehrmann, O., El Yaagoubi, M., El Maanaoui, H. & Meier, J. (2019). Lifetime prediction of simple shear loaded filled elastomers based on the probability distribution of particles. *Polymer Testing*, 75, 229-236.

Vortrag

El Maanaoui, H., Abduelghani, A., Meier, J., Alshuth, T. & El Yaagoubi, M. (2018). Dissipation-Equivalent Load Control in Dynamic Fatigue Testing. *Tire Technology Expo*, Hannover.

El Maanaoui, H. & Meier, J. (2019). Influence of the tensile preload variation on the lifetime prediction of technical elastomers. *European Conference on Constitutive Models for Rubber*, Nantes.

Poster

El Maanaoui, H., Meier, J., Abduelghani, A. & El Yaagoubi, M. (2018). Dissipation-Equivalent Load Control in Dynamic Fatigue Testing. DKT, Nürnberg.

El Maanaoui, H. & Meier, J. (2018). Influence of the tensile preload variation on the lifetime prediction of technical materials. Kautschuk Herbst Kolloquium, Hannover.

