

**Entwicklung eines Lebensdauer-Vorhersagekonzepts für  
Elastomerwerkstoffe unter Berücksichtigung der  
Fehlstellenstatistik**

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

von

M. Sc. Marvin Ludwig

2017

Vorsitzender: Prof. Dr. F. Dinkelacker  
1. Referent: Prof. Dr.-Ing. G. Poll  
2. Referent: Prof. Dr.-Ing. H.-J. Maier  
3. Referent: Prof. Dr. habil. M. Klüppel  
Tag der Promotion: 16.06.2017

*Nicht jeder, der wandert, verlorn.*

J.R.R. Tolkien

Diese Arbeit wurde durchgeführt am Deutschen Institut für Kautschuktechnologie e.V. (DIK), Hannover, in der Abteilung Elastomerphysik.

Die vorgestellten Untersuchungen fanden im Rahmen des Industrie-Gemeinschaftsprojekts „Vorhersage der charakteristischen Lebensdauer von Elastomeren unter Kenntnis der Fehlstellenstatistik“ der Deutschen Kautschuk-Gesellschaft e.V. (DKG) statt. Am Projekt beteiligten sich folgende Unternehmen:

Anvis Deutschland GmbH

Continental Reifen Deutschland GmbH

Freudenberg New Technologies SE & Co. KG

GMT Gummi-Metakk-Technik GmbH

Henniges Automotive GmbH & Co. KG

Kaco GmbH & Co. KG

Parker Hannifin Manufacturing Germany GmbH & Co. KG

Polymer-Technik Elbe GmbH

Robert Bosch GmbH

Veritas AG

## **Danksagung**

Diese Arbeit entstand während meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Deutschen Institut für Kautschuktechnologie und wäre ohne die Unterstützung einiger Personen nicht möglich gewesen, für deren Hilfe ich mich an dieser Stelle recht herzlich bedanken möchte.

Allen voran gilt mein besonderer Dank Prof. Dr.-Ing. Gerhard Poll und Prof. Dr. habil. Manfred Klüppel, die bereits meine Masterarbeit betreuten und erneut für meine Promotion die Rolle als Referenten einnahmen. Ebenfalls danke ich Prof. Dr. Friedrich Dinkelacker und Prof. Dr.-Ing. Hans Jürgen Maier für die Teilnahme an der Prüfungskommission.

Dr. Thomas Alshuth bin ich von ganzem Herzen dankbar, dass er mich nach meinem Maschinenbaustudium in seine Abteilung holte und mich mit seiner immensen Erfahrung und Geduld für den Werkstoff Gummi begeisterte. Auch Dr. Jens Meier, der mir in dem entscheidenden dritten Jahr so viel Unterstützung zuteilwerden ließ, möchte ich an dieser Stelle danken.

Der DKG und allen an dieser Forschungsarbeit beteiligten Unternehmen danke ich für die finanzielle Unterstützung und die konstruktiven Gesprächsrunden während der Projektbesprechungen.

Allen Angestellten und Mitarbeitern des DIKs, die mir meine Zeit dort so angenehm gemacht haben, danke ich für diese schönen und lehrreichen Jahre. Insbesondere den Abteilungsleitern, die für fachliche Fragen immer Zeit hatten und jederzeit große Hilfsbereitschaft zeigten. Stefan Robin, Mohammed El Yaagoubi und Dr. Nils Hendrik Kröger, mit denen ich im Bereich Lebensdauer zusammenarbeiten durfte, bin ich sehr dankbar für die Unterstützung. Bedanken möchte ich mich weiterhin bei meinen Kollegen Jan Plagge und Gianfredo Romano für die fordernden Diskussionen sowie die vielen schönen Abende.

Mein allergrößter Dank gilt meinen Eltern, Elisabeth und Josef Ludwig, die mich mein ganzes Leben lang förderten und in allen Entscheidungen unterstützten sowie meiner wunderbaren Frau Annemarie Ludwig, die mir mit ihrer Ruhe und ihrem Verständnis so viel Rückhalt und Sicherheit in dieser stressigen und arbeitsreichen Zeit gab.

## **Zusammenfassung**

### **Entwicklung eines Lebensdauer-Vorhersagekonzepts für Elastomerwerkstoffe unter Berücksichtigung der Fehlstellenstatistik**

Der Einsatz von Elastomerbauteilen ist in vielen industriellen Anwendungen nicht mehr wegzudenken. Aufgrund ihrer hohen Deformierbarkeit und ihres einstellbaren viskoelastischen Eigenschaftsprofils werden Elastomerprodukte häufig als zentrales Element in dynamisch und zyklisch beanspruchten Baugruppen eingesetzt. Folglich ist es von großem Interesse, die Lebensdauer dieser Werkstoffe unter den vorherrschenden Einsatzbedingungen abschätzen zu können. Der Prozess der Rissinitiierung wird lokalen Materialinhomogenitäten zugeschrieben, bisher jedoch nicht in den gängigen bruchmechanischen Konzepten berücksichtigt, weshalb die Entwicklung von Elastomerprodukten bis heute an die Durchführung von kostenintensiven Laborversuchen gebunden ist.

In der vorliegenden Arbeit wird ein neu entwickeltes Lebensdauermodell vorgestellt, welches das bruchmechanische Risswachstumskonzept durch die Berücksichtigung der Fehlstellencharakteristik der Materialien auf dynamische Lebensdauerexperimente überträgt, um das Ausfallverhalten verschiedenster Elastomerkörper unter zyklischer Zugbelastung präzise vorherzusagen. Das Modell baut auf der Arbeitshypothese auf, dass im Material vorliegende Fehlstellen Mikrorisse initiieren, die bei anhaltender zyklischer Beanspruchung kontinuierlich weiterwachsen, bis es zum Bauteilausfall kommt. Voraussetzung für die Anwendung des Modells ist eine quantitative Kenntnis und Beschreibung der Fehlstellengrößenverteilung im untersuchten Volumen sowie eine detaillierte Kenntnis der bruchmechanischen Kennwerte der verwendeten Elastomerwerkstoffe. Durch Kombination eines statistischen Ansatzes zur Beschreibung der Auftretenswahrscheinlichkeit der Fehlstellen im Elastomervolumen mit einem bereits bestehenden bruchmechanischen Berechnungskonzept, welches das Risswachstum unter Berücksichtigung der Materialeigenschaften beschreibt, gelingt es, das Ausfallverhalten von Laborprüfkörpern und Modellbauteilen unter verschiedenen Lasten mit hoher Güte vorauszusagen. Dabei gibt das neue Berechnungsmodell nicht nur Auskunft über die zu erwartende mittlere Lebensdauer, sondern liefert zusätzlich Informationen über die Ausfallverteilungsbreite und insbesondere über das Risiko von Frühausfällen. Das Konzept erweist sich für eine Vielzahl unterschiedlicher Elastomerwerkstoffe als hoch tragfähig.

Schlagwörter: Bruchmechanik, Lebensdauerexperiment, Fehlstellen

## **Abstract**

### **Development of a lifetime-prediction concept for elastomer materials based on the material defect distribution**

In many industrial fields elastomers are the central element of technical applications. Due to their high deformability and adjustable viscoelastic properties they are frequently used for elastomer products under dynamic and cyclic excitations or loads, respectively. Consequently, it is essential to apply a reliable method to estimate the service life of elastomeric products under the given operational conditions. The fact that material inhomogeneities or flaws initiate cracks is well known in literature but has not found consideration in established fracture mechanical concepts. Therefore, it is still necessary to carry out highly expensive laboratory experiments during the product development process.

This thesis presents a new concept that allows the precise prediction of the lifetime of different elastomeric parts under cyclic tension by means of the flaw size characteristic of the material. The fundamentally new approach of developing a lifetime concept is that it includes the fact that solid particles inside the elastomer material act as flaws and initiate cracks. These cracks propagate continuously under cyclic excitation leading to a complete failure of the parts.

A prerequisite for the application of the new prediction model is, on the one hand, the precise knowledge and description of the probability of occurrence of flaws of different sizes in the volume investigated and, on the other hand, the detailed knowledge of the fracture mechanical behavior of the elastomer materials.

By means of a statistical approach describing the probability of particles occurring inside the elastomer volume in combination with an existing fracture mechanical description of crack growth behavior, it is possible to calculate the lifetime characteristics for different specimen geometries under varying loads. The presented lifetime model does not only make the average lifetime of elastomer parts predictable but also supplies additional information about the range of specimen failure to be expected and especially about the risk of early material failures.

This calculation concept proves to be valid for a large variety of elastomer materials as well as specimen or part geometries.

**Keywords:** Fracture mechanics, lifetime prediction, flaws

# Inhalt

<b>Symbolverzeichnis</b> .....	<b>1</b>
<b>1 Einleitung und Zielstellung</b> .....	<b>4</b>
<b>2 Elastomere Werkstoffe</b> .....	<b>7</b>
2.1 Füllstoffe .....	8
2.2 Der Mischprozess .....	11
2.3 Dynamisches Materialverhalten .....	14
2.3.1 <i>Nicht lineares Materialverhalten und Spannungserweichung</i> .....	14
2.3.2 <i>Payne-Effekt</i> .....	15
2.3.3 <i>Zeit- und Temperaturabhängigkeit</i> .....	16
2.4 Bruchmechanische Betrachtungen.....	18
2.4.1 <i>Griffith-Kriterium</i> .....	19
2.4.2 <i>Rissenergie <math>T</math></i> .....	19
2.4.3 <i>Einfluss der Dehnungskristallisation auf das Risswachstumsverhalten</i> .....	22
2.4.4 <i>Lebensdaueruntersuchungen an Elastomerbauteilen</i> .....	24
<b>3 Materialien und Methoden</b> .....	<b>26</b>
3.1 Materialien und Rezepturen .....	26
3.1.1 <i>Verwendete Polymertypen</i> .....	26
3.1.2 <i>Verwendete Füllstofftypen</i> .....	30
3.1.3 <i>Rezepturen</i> .....	30
3.2 Verwendete Prüfmethoden .....	36
3.2.1 <i>Charakterisierung von Zugfestigkeit, Materialhärte und Rückprallelastizität</i> .....	36
3.2.2 <i>Messung der dynamischen Risswachstumseigenschaften</i> .....	36
3.2.3 <i>Messung der Partikelhäufigkeit mittels Computertomographie</i> .....	38
3.2.4 <i>Lebensdauerexperimente an Hantelprüfkörpern</i> .....	41
3.2.5 <i>Ermittlung der Eigenerwärmung von Hantelprüfkörpern</i> .....	44
<b>4 Ergebnisse und Diskussion</b> .....	<b>46</b>
4.1 Experimentelle Untersuchungen an den vier Grundwerkstoffen .....	46
4.2 Variation der Ruß-Einmischzeit.....	53
4.3 Untersuchungen an gestrainten Materialien .....	60
4.4 Variation der Füllstoffstruktur und des Vernetzungssystems .....	64
4.5 Variation des Prüfkörpervolumens .....	70
4.6 Zusammenfassung der experimentellen Untersuchungen.....	80
<b>5 Modellentwicklung</b> .....	<b>81</b>
5.1 Bruchmechanische Berechnungen nach Paris und Erdogan.....	81
5.2 Beschreibung der Partikelauftretswahrscheinlichkeit .....	85
5.2.1 <i>Ermittlung des notwendigen Messvolumens und funktionelle Beschreibung der Partikelgrößenverteilung</i> .....	85
5.2.2 <i>Beschreibung der Auftretenswahrscheinlichkeit</i> .....	92
5.3 Vorausberechnung der Ausfallwahrscheinlichkeiten von homogen beanspruchten Prüfkörpern .....	94
5.3.1 <i>Berechnung der zu erwartenden Lebensdauer</i> .....	95
5.3.2 <i>Parameterstudie der Eingabegrößen</i> .....	103
5.3.3 <i>Vorhersage der Lebensdauer der homogen beanspruchten Prüfkörper</i> .....	111

5.4	Berechnung der Ausfallwahrscheinlichkeiten von inhomogen beanspruchten Prüfkörpern .....	118
5.4.1	<i>Prinzip der Schadensakkumulation</i> .....	119
5.4.2	<i>Anwendung des Schadensakkumulations-Prinzips auf den Prüfkörper Typ 4</i> .....	121
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b> .....	<b>126</b>
<b>7</b>	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	<b>129</b>
<b>8</b>	<b>Anhang</b> .....	<b>135</b>
8.1	Lebensdauerexperimente an Hantelprüfkörpern .....	135
8.2	Ergebnisse der Computertomographie.....	139
8.3	Berechnungsergebnisse der Lebensdauervorhersage .....	141
8.4	Veröffentlichungen und Vorträge.....	147
8.5	Lebenslauf .....	148

## Symbolverzeichnis

$E^*(f)$	[N/m <sup>2</sup> ]	Komplexer Elastizitätsmodul
$E'(f)$	[N/m <sup>2</sup> ]	Speichermodul
$E''(f)$	[N/m <sup>2</sup> ]	Verlustmodul
$W_{\text{tot}}$	[N/m <sup>2</sup> ]	totale Energiedichte
$W_{\text{diss}}$	[N/m <sup>2</sup> ]	dissipierte Energiedichte
$W_{\text{el}}$	[N/m <sup>2</sup> ]	elastische Energiedichte
$\sigma_N$	[N/m <sup>2</sup> ]	Normalspannung (Technische Spannung)
$\sigma_{\text{MAX}}$	[N/m <sup>2</sup> ]	Max. Normalspannung bei dynamischer Last, (Technische Spannung)
$\varepsilon$	[-]	Dehnung
$E_0$	[N/m <sup>2</sup> ]	Elastizitätsmodul des beanspruchten Materials
$E_\infty$	[N/m <sup>2</sup> ]	Elastizitätsmodul nach Konditionierung
$T_G$	[°C]	Glasübergangstemperatur
$f$	[1/s]	Beanspruchungsfrequenz
$c$	[m]	aktuelle Risslänge
$c_0$	[m]	anfängliche Risslänge
$c_n$	[m]	finale Risslänge
$W_N$	[N/m <sup>2</sup> ]	Energie bei uniaxialer Deformation
$W_{\text{EL}}$	[N/m <sup>2</sup> ]	elastische Energie
$S$	[N/m <sup>2</sup> ]	Oberflächenenergie
$T$	[N/m]	Rissenergie
$A_R$	[mm <sup>2</sup> ]	Rissfläche
$n$	[-]	Lastzyklenanzahl
$T_0$	[°C]	obere Energiegrenze konstanten Rissfortschritts
$T_t$	[°C]	obere Energiegrenze des mechanisch-oxidativen Übergangsbereichs
$T_c$	[°C]	obere Energiegrenze des linearen mechanisch-oxidativen Rissfortschrittsbereichs
$r$	[-]	Bruchmechanischer Materialparameter
$A$	[-]	Bruchmechanischer Materialparameter
$B$	[-]	Bruchmechanischer Materialparameter

$\beta$	[-]	Bruchmechanischer Materialparameter, bestimmt aus den Risswachstumsexperimenten
$\beta_{WL}$	[-]	Bruchmechanischer Materialparameter, bestimmt aus der Steigung der Lebensdauer kennlinie der Lebensdauerexperimente
$k$	[-]	Deformationsparameter
$V_{CT}$	[-]	Vergrößerungsfaktor der CT-Messung
$FDA$	[m]	Abstand Röntgenquelle-Detektor
$FOA$	[m]	Abstand Röntgenquelle-Objekt
$P$	[m]	Detektorpixelbreite
$A_{CT}$	[m/-]	CT-Objektauflösung
$\rho$	[kg/m <sup>3</sup> ]	Materialdichte
$c_P$	[J/kg K]	spezifische Wärmekapazität
$\vartheta$	[K]	Temperatur
$Q$	[J]	Wärme
$V$	[mm <sup>3</sup> ]	Prüfkörpervolumen
$A_{OF}$	[mm <sup>2</sup> ]	Prüfkörperoberfläche
$\dot{q}$	[W/m <sup>2</sup> ]	Wärmestromdichte
$\dot{f}$	[W/mm <sup>3</sup> ]	Wärmequelle
$N_s$	[-]	Notwendiger Stichprobenumfang
$z$	[-]	Quantil der Normalverteilung
$s$	[m]	Standardabweichung bei begrenztem Stichprobenumfang
$e$	[%]	Tolerierter Fehler
$f(x)$	[-]	Funktionswert der Anpassungsfunktion
$x$	[-]	Variable der Anpassungsfunktion
$A$	[-]	Parameter der Anpassungsfunktion (Flächeninhalt)
$\sigma$	[-]	Parameter der Anpassungsfunktion (Standardabweichung)
$\mu$	[-]	Parameter der Anpassungsfunktion (Erwartungswert)
$\lambda$	[-]	Skalenparameter der Anpassungsfunktion
$k_W$	[-]	Formparameter der Anpassungsfunktion

$\varphi$	[-]	Regressionskriterium der Anpassungsfunktion
$y$	[-]	Messwert
$r_f^2$	[-]	Bestimmtheitsmaß der Anpassungsfunktion
$W(N)$	[-]	Wahrscheinlichkeit für den Besetzungszustand eines Systems
$N$	[-]	Häufigkeit gleicher Ereignisse
$P$	[-]	Bereichswahrscheinlichkeit
$N_{\emptyset X}$	[-]	Häufigkeit von Partikeln mit dem Durchmesser X
$V_{\text{Mischung}}$	[m <sup>3</sup> ]	Volumen der gesamten Kautschukmischung
$V_{\text{Prüfung}}$	[m <sup>3</sup> ]	im Elastomerteil beanspruchtes Volumen
$C$	[-]	Berechnungskonstante
$D$	[-]	Berechnungskonstante

# 1 Einleitung und Zielstellung

In fast allen Bereichen des modernen Maschinenbaus findet man Baugruppen, in denen Bauteile vorkommen, die teilweise oder vollständig aus einem Elastomerwerkstoff (Gummi) bestehen. Ein sehr anschauliches und häufig verwendetes Beispiel dafür ist der Motorinnenraum, in dem an unzähligen Stellen die unterschiedlichen Eigenschaften von Gummi in einer Werkzeugpaarung mit anderen, deutlich härteren Materialien genutzt werden. So kommen auf der Nockenwelle Elastomerkörper in Form von Wellendichtringen zum Einsatz. Die dämpfenden Eigenschaften von Gummi bewirken bei der Lagerung von schwingenden Elementen eine Entkopplung. Das Vermögen, schon bei niedrigen Kräften hohe Deformationen auszuführen, findet bei verbindenden Elementen und Kupplungen Anwendung.

All diese Anwendungsfälle besitzen die Gemeinsamkeit, dass die genannten Bauteile wiederkehrend dynamisch belastet werden und eine sehr sensible Funktion haben. Daher stellen die Elastomerteile in diesen, wie auch in vielen anderen Fällen, eine wesentliche, lebensdauerrelevante Kenngröße des technischen Gesamtprodukts dar. Es besteht daher eine hohe Notwendigkeit, quantitative Aussagen über die potentielle Einsatzzeit dieser Bauteile unter den vorherrschenden Bedingungen tätigen zu können. Allerdings sind die Lebensdauer-Vorhersagemethoden für Elastomere bei weitem nicht so präzise wie die von anderen Werkstoffen. So existiert für Stähle ein ausgeprägtes Wissen über die möglichen Schädigungsmechanismen, die zum Versagen führen. Durch Schlifffbilder in Kombination mit Dauerschwingversuchen gelingt der Nachweis, dass Risse an Materialinhomogenitäten, wie nichtmetallischen Einschlüssen, entstehen und sich in Abhängigkeit der Belastungsart mit einer bestimmten Risswachstumsrate im Material ausbreiten [1, 2, 3, 4, 5]. Das Verständnis und die mathematische Beschreibung dieser Vorgänge führen zu sehr präzisen Lebensdauervorhersagen für diese Werkstoffgruppe.

Schätzungen zu der Lebensdauer von industriell eingesetzten Elastomerbauteilen können bis heute nur auf Grundlage von zeit- und kostenintensiven Experimenten getroffen werden. Die gängigste Methode ist die Durchführung von Wöhlerexperimenten, in denen die Zyklenzahlen bis zum Bauteilversagen für unterschiedliche Laststufen bestimmt wird. Eine experimentell weniger aufwändige Alternative stellen bruchmechanische Untersuchungen dar, bei denen durch die Ermittlung der Risswachstumseigenschaften auf die Bauteillebensdauer geschlossen wird. Die Ergebnisse dieser beiden Methoden können jedoch widersprüchlich sein und zu unterschiedlichen Lebensdauerabschätzungen führen. Folglich besteht das Bestreben in der

Forschung und der Industrie, die Versagensmechanismen von Elastomeren präziser zu verstehen, um sie anschließend durch mathematische Modelle beschreiben zu können. Erste wissenschaftliche Erkenntnisse konnten über die letzten Jahre bereits gewonnen werden [6, 7, 8].

Ein Verständnis der Materialeigenschaften von technischen Elastomeren erfordert die Berücksichtigung der Mischungskomponenten, insbesondere der Füllstoffe, wie Ruß oder Kieselsäure. Diese werden während des Herstellungsprozesses beigemischt und verstärken das Material. Ein Indiz dafür, dass größere Füllstoffpartikel in Elastomeren jedoch auch Inhomogenitäten bilden und den Versagensmechanismus auslösen, lieferte in den sechziger Jahren die Firma Phillips Chemical Company [9], die nachwies, dass ein direkter Zusammenhang zwischen der Lebensdauer ihrer Elastomerbauteile und der Reinheit der darin vorkommenden Füllstoffe bestand. Einen labortechnischen Beweis, dass in Elastomeren Risse durch Materialinhomogenitäten initiiert werden, erbrachte F. Abraham [10]. Durch das Einmischen von Glaskugeln als Modellfehlstellen gelang es Abraham, die Lebensdauer von Elastomerprüfkörpern gezielt zu manipulieren. Es zeigte sich, dass Prüfkörper, denen große Glaskugeln beigemischt waren, bei zyklischer Belastung eine deutlich kürzere Lebensdauer besaßen als Prüfkörper, die mit kleineren Glaskugeln versehen waren.

Doch erst durch die Verwendung neuer Technologien konnten diese ersten Erkenntnisse auch auf Praxismischungen übertragen werden. Hervorzuheben ist dabei vor allem die Computertomographie als Mittel zur schädigungsfreien internen Strukturcharakterisierung. Mit dieser Methode konnte von S. Robin und T. Alshuth gezeigt werden, dass durch den Einsatz von Füllstoffen in Elastomeren eine Vielzahl von verschiedenen großen Partikeln vorliegen [11]. Analog zu den Glaskugeln im Laborexperiment fungieren diese Partikel als Fehlstellen und somit als Ausgangspunkt des dynamischen Risswachstums. Das Vorhandensein von großen Fehlstellen stellt sich dabei als besonders kritisch heraus, da diese bei Belastung des Werkstoffs große Anfangsriss initiieren. Die Prüfkörper aus Materialien, in denen große Fehlstellen gehäuft vorliegen, besitzen somit ein höheres Risiko, früh auszufallen [12]. Daher liegt die Vermutung nahe, dass die Größen- und Häufigkeitsverteilung von Partikeln in Elastomerbauteilen unter dynamischer Last nicht nur für die zu erwartende mittlere Lebensdauer, sondern auch für deren Ausfallstreuung relevant ist. Dies bedeutet, dass zur Abschätzung der Lebensdauer von Elastomerbauteilen nicht nur, wie bisher [13] die durch das Risswachstum definierten Materialeigenschaften herangezogen werden dürfen, sondern auch die mikroskopische interne Materialstruktur berücksichtigt werden muss.

Das zentrale Anliegen dieser Arbeit ist die Entwicklung sowie die Erprobung eines Konzepts, welches durch die Vereinigung von Materialstrukturanalysen mit bruchmechanischen Berechnungen eine präzise Abschätzung der Lebensdauer von Elastomerbauteilen ermöglicht, welche durch Zugschwellbelastungen beansprucht werden. Über einen statistischen Ansatz zur Beschreibung des Partikel- bzw. Fehlstellenvorkommens soll dieses Modell Vorhersagen sowohl zur mittleren Lebensdauer als auch zur erwartenden Ausfallstreuung treffen und insbesondere die Häufigkeit von Frühausfällen bestimmen können. Bauteilversagen, welches durch chemische Prozesse ausgelöst wird, wie beispielsweise oxidative Alterung, wird im Rahmen dieser Arbeit außer Acht gelassen.

Als Basis der Modellentwicklung ist eine Vielzahl von Labor-Experimenten an praxisnahen Werkstoffen vorgesehen. Durch eine grundlegende Charakterisierung der internen Materialstruktur sowie der bruchmechanischen Eigenschaften werden material- und geometrieabhängige Faktoren herausgearbeitet, die bestimmend für die Lebensdauer der verwendeten Prüfkörper sind. Zu einem späteren Zeitpunkt soll anhand der experimentellen Ergebnisse überprüft werden, ob das zu entwickelnde Vorhersagemodell in der Lage ist, sämtliche gefundene Effekte zu berücksichtigen.

Für die bruchmechanische Betrachtung wird das Konzept von Rivlin und Thomas [14, 15] herangezogen, welches von Paris und Erdogan [13] weiter entwickelte wurde. Mit diesem ist es möglich, die ertragbare Lastzyklenzahl von dynamisch beanspruchten Elastomerbauteilen zu berechnen. Allerdings ist eine Erweiterung dieses Konzepts erforderlich, um das Auftreten von Fehlstellen als Rissursache zu berücksichtigen. Dazu wird eine mathematische Formulierung vorgestellt, mit dem sich die Häufigkeitsverteilung von Fehlstellen im Material beschreiben lässt und ein statistischer Ansatz präsentiert, mit dem die Auftretenswahrscheinlichkeit von Fehlstellen in einem kritischen Elastomervolumen in die bruchmechanischen Berechnungen integriert werden kann.

Das Berechnungskonzept wird zunächst als globale Methode formuliert, um die Lebensdauer von homogen belasteten Laborprüfkörpern vorherzusagen. Nach ausreichender Erprobung soll dieses Konzept anschließend zu einer lokalen Berechnungsmethode weiterentwickelt werden, um die Lebensdauer von komplexen Bauteilen mit inhomogenen Belastungsfeldern zu bestimmen.

## 2 Elastomere Werkstoffe

Elastomere gehören zu der Gruppe der polymeren Werkstoffe und zeichnen sich durch die Eigenschaft aus, auch nach großen Deformationen wieder in ihren Grundzustand zurückkehren zu können [16]. Sie bestehen aus fadenförmigen, makromolekularen Ketten, die sich aus einzelnen Bausteinen, den Monomeren, zusammensetzen. In ihrem Grundzustand liegen diese Polymerketten ineinander verknäult und ohne eine Vorzugsrichtung vor. Bei einer von außen angreifenden Kraft entschlaufen sich die Molekülketten und orientieren sich in Belastungsrichtung. Da die Molekülketten das Bestreben haben, in ihren entropisch höheren, ungeordneten Zustand zurückzukehren, entstehen Rückstellkräfte, die für das elastische Verhalten von Gummi verantwortlich sind. Man spricht in diesem Zusammenhang auch von Entropieelastizität [17]. Unvernetzt können die Molekülketten schon bei sehr geringen Kräften aneinander abgleiten. Es setzt plastisches Fließen ein. Aufgrund dieses irreversiblen Verhaltens wurden Polymere erst für ein breites technisches Feld nutzbar, als Charles Goodyear 1836 das Verfahren der Vulkanisation erfand. Dabei werden die Polymerketten durch das Beimischen von Vernetzungschemikalien und ein anschließendes Erhitzen an einzelnen Stellen chemisch verknüpft, so dass ein weitmaschiges Netz entsteht. Die Beweglichkeit der Molekülketten wird dadurch kaum eingeschränkt, jedoch findet ein Abgleiten der Ketten an einander nicht mehr statt. Nach einem Deformationsprozess kehren die Ketten wieder in ihren Ausgangszustand zurück (Abbildung 1) [18].

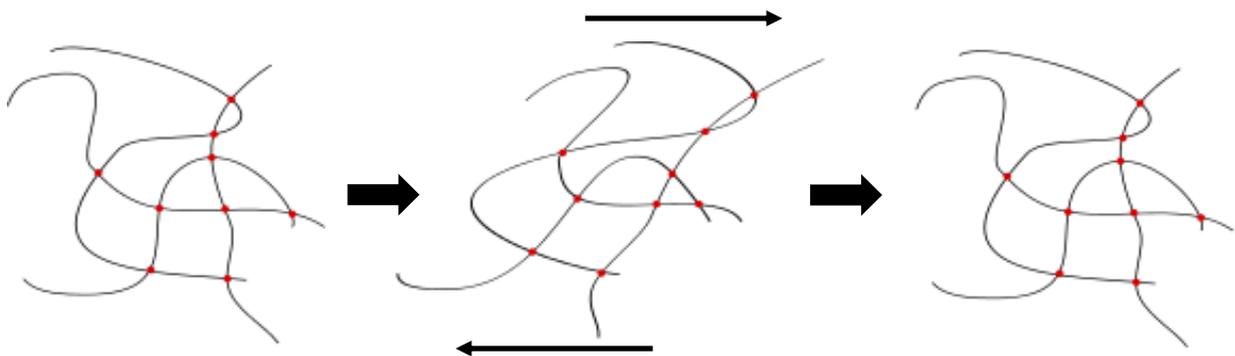


Abbildung 1: Deformation und Erholung der Polymerstruktur

Die zwei am häufigsten verwendeten Vernetzungschemikalien sind Schwefel und Peroxid [19]. Durch die Vernetzung mit Schwefel gelingt es, die mechanischen Eigenschaften des Elastomers präzise einzustellen. Peroxidisch vernetzte Systeme zeichnen sich vor allem durch ihre thermische Beständigkeit aus. Der unvernetzte Rohstoff wird in Deutschland als Kautschuk bezeichnet. Erst nach der Vulkanisation spricht man von Elastomer oder Gummi.

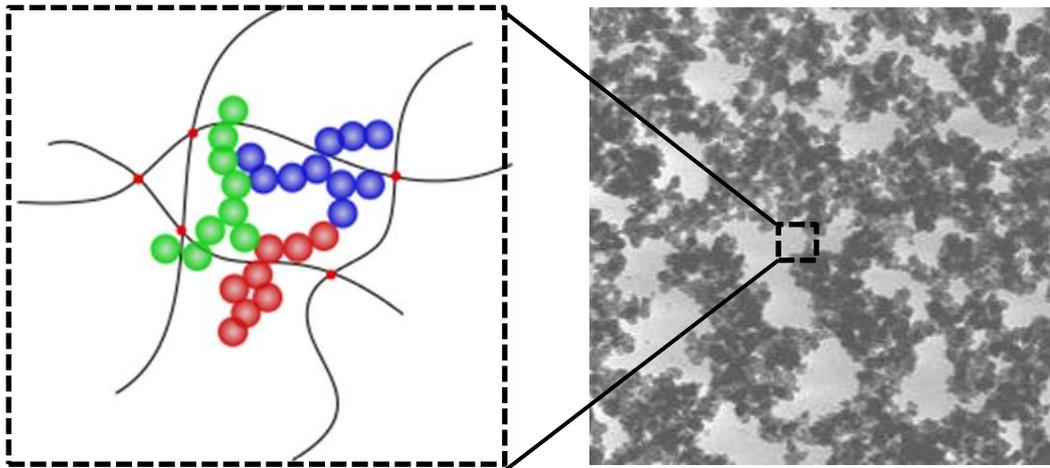
Aufgrund ihres molekularen Aufbaus verhalten sich Elastomere stark nichtlinear. Anders als bei Stählen ändert sich die Materialsteifigkeit von Gummi bei Belastung in Abhängigkeit der Deformationsamplitude sowie der Deformationshistorie deutlich. Weiterhin kommt es während der Deformation zu Energieverlusten durch innere, molekulare Reibprozesse. Das dynamische Spannungs-Dehnungs-Verhältnis wird, unter dem Wirken einer anregenden Belastungsfrequenz  $f$ , im linearen Fall durch den Steifigkeitsmodul oder komplexen Elastizitätsmodul  $E^*(f)$  beschrieben und setzt sich aus einem Energie speichernden Anteil, dem Speichermodul  $E'(f)$  und einem dämpfenden Anteil, dem Verlustmodul  $E''(f)$ , zusammen. Elastomere werden daher auch als viskoelastische Werkstoffe bezeichnet.

$$E^*(f) = E'(f) + iE''(f) \quad (1)$$

Abhängig vom Molekulargewicht und der Polymerkettenstruktur neigen einige Polymertypen zu dehnungsinduzierter Kristallisation. Dieser Effekt tritt auf, wenn sich die Polymerketten bei großen Deformationsamplituden entschlaufen und parallel zu einander orientieren. Durch die so hervorgerufene Ordnung entstehen kristalline Bereiche, die einen Anstieg der Materialsteifigkeit und einen höheren Risswiderstand bewirken [20, 21] (siehe dazu Kapitel 2.4.3).

## 2.1 Füllstoffe

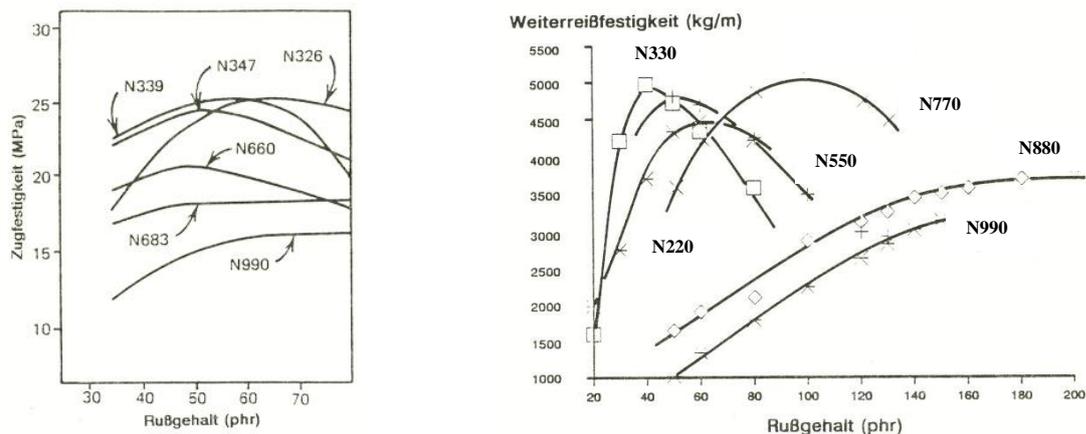
Neben einer Änderung der Polymerstruktur oder der Vernetzungsart, bietet das Hinzufügen von Feststoffen eine weitere Option, das mechanische Verhalten von Elastomeren zu beeinflussen. Diese Feststoffe werden während des Mischprozesses dem Elastomer beigegeben und lagern sich zwischen den Polymerketten ein. Man unterscheidet zwischen aktiven und inaktiven Füllstoffen. Bei inaktiven Füllstoffen (z.B. Kreide oder Cellulose) kommt es zu keiner Wechselwirkung zwischen den Füllstoffpartikeln und der Kautschukmatrix. Sie dienen vor allem zur Volumensteigerung (Streckung) des Kautschukgemisches. Aktive Füllstoffe, wie Ruße oder Kieselsäure, treten mit der Kautschukmatrix in Wechselwirkung, binden die Polymerketten an ihre Oberfläche und schränken so deren Bewegungsfähigkeit ein. Um die Füllstoffpartikel bildet sich eine Schicht von immobilisiertem Polymer (bound rubber), welche eine Änderung der viskoelastischen Eigenschaften sowie eine Verbesserung des Bruch- und Abrasionsverhaltens zur Folge hat. Dieser Effekt wird Verstärkung genannt [22, 23].



**Abbildung 2: Füllstoffstruktur im umgebenden Polymernetzwerk**

Ruße binden die Polymerketten physikalisch durch van-der-Waals-Kräfte an ihre Oberfläche. Bei Kieselsäuren erfolgt diese Anbindung chemisch. Da Kieselsäurepartikel eine hydrophile Oberfläche besitzen und daher die Neigung haben, eher mit anderen Kieselsäurepartikeln und nicht mit der unpolaren Kautschukmatrix in Wechselwirkung zu treten, muss zuvor eine Oberflächenmodifikation durchgeführt werden. Daher wird während des Mischprozesses Silan hinzugefügt. Das Silan reagiert mit der Kieselsäureoberfläche und bildet eine unpolare Schicht, an die die Polymerketten kovalent anbinden können [24, 25].

Die kleinste Einheit von Füllstoffen stellen die Primärpartikel dar, deren Größe vom Ruß-Erzeugungsprozess abhängig ist. Einzelne Primärpartikel binden schon während der Produktion chemisch aneinander an und bilden Aggregate. Füllstoff-Aggregate sind nicht durch den Mischprozess oder durch Krafteinwirkung auf das Elastomer zerstörbar. Über Van-der-Waals-Kräfte ordnen sich die einzelnen Aggregate zu makroskopischen Agglomeraten an (Abbildung 2). Diese Agglomerate lassen sich durch das Einwirken von mechanischen Beanspruchungen wieder auftrennen, was zu einem Abfall der Elastomersteifigkeit führt. Die Verstärkungscharakteristik der Füllstoffe wird durch die Größe der Primärpartikel, ihre Oberflächenaktivität und die Aggregat- und Agglomeratstruktur bestimmt. Je größer die Oberflächenaktivität und die durch die Primärpartikelgröße und Agglomeratstruktur gegebene Grenzfläche zwischen Polymer und Füllstoff sind, desto höher die verstärkenden Eigenschaften (Abbildung 3) [26, 27].



**Abbildung 3: Auswirkung unterschiedlicher Rußtypen und Rußgehalte auf die Zugfestigkeit und die Weiterreißfestigkeit einer SBR-Mischung [32]**

Bei geringer Füllstoffkonzentration liegen die Füllstoffaggregate getrennt voneinander in der Kautschukmatrix vor und verstärken diese nur, indem sie die Fließfähigkeit des Systems einschränken (hydrodynamische Verstärkung). Mit anhaltender Zunahme des Füllstoffgehalts wird ein Grenzwert (Perkolationsschwelle) erreicht, ab dem sich ein, durch die gesamte Kautschukmatrix laufendes Füllstoffnetzwerk ausbildet. Ab diesem Punkt bestimmen die Füllstoff-Füllstoff-Wechselwirkungen die mechanischen Eigenschaften des Elastomers. Es kommt zu einem beträchtlichen Anstieg der Materialsteifigkeit [28].

Neben dem ausgebildeten Füllstoffnetzwerk findet man in der Kautschukmatrix auch makroskopische, undispergierte Füllstoffpartikel (50  $\mu\text{m}$  – 1000  $\mu\text{m}$ ) die während des Mischprozesses nicht kleingemahlen wurden [29]. Durch röntgentechnologische Untersuchungen (Computertomographie (CT)) sowie durch die Raster-Elektronen-Mikroskopie ist mittlerweile hinreichend bekannt, dass diese Partikel den Ausgangspunkt für das Materialversagen darstellen (Abbildung 4) [11, 12, 30]. Unter der Einwirkung einer mechanischen Last wird das Risswachstum initiiert, indem entweder die Polymermatrix von diesen Partikeln abreißt, oder die entsprechenden Partikel entzweibrechen. Somit ist der technisch notwendige Einsatz von Füllstoffen die bestimmende Ursache für den Materialausfall. Die Größe und die Auftretens-Häufigkeiten solcher Fehlstellen-Partikel werden durch das Herstellungsverfahren des Füllstoffs und den Mischprozess bestimmt.

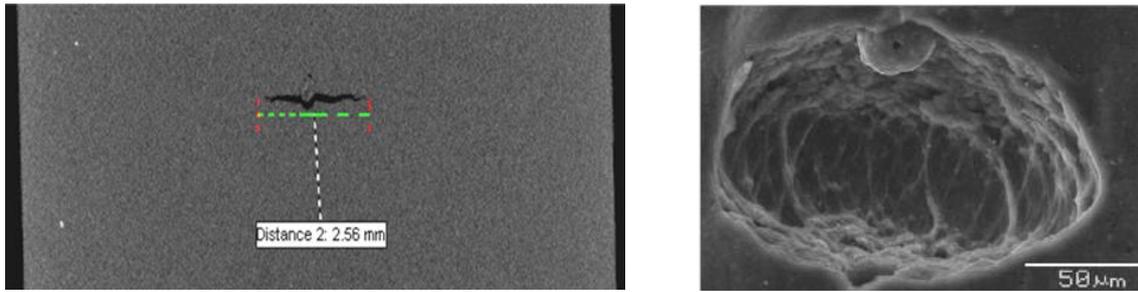


Abbildung 4: Rissinitierung durch Partikel, detektiert mittels Computertomographie (links [12]) und Raster-Elektronen-Mikroskope (rechts [30])

## 2.2 Der Mischprozess

Der Mischprozess ist das qualitätsbestimmende Element in der Herstellung und besitzt direkten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des entstehenden Vulkanisats [31, 32, 33]. Bei diesem Prozessschritt werden die zusätzlichen Bestandteile wie Vernetzungschemikalien, Alterungsschutzmittel und vor allem Füllstoffe in den Kautschuk eingearbeitet. Geschichtlich gesehen wurden zuerst Walzwerke zur Elastomerherstellung verwendet, bevor diese von dem Innenmischer als zentralem Aggregat im Mischsaal abgelöst wurden. Innenmischer bestehen aus einer verschließbaren, meist kühlbaren Kammer, in die die Mischungsbestandteile gegeben werden. Zentrales Element der Mischkammer bilden zwei Rotoren, die die einzelnen Komponenten miteinander vermengen. Die Gestaltung der Rotorscheaufeln kann ineinandergreifend oder tangierend sein (Abbildung 5). Ineinandergreifende Systeme sind für hohe Scherraten ausgelegt und erzeugen so eine hohe Durchmischungswirkung. Tangierende Systeme erlauben einen höheren Kammerfüllgrad und damit einen höheren Materialausstoß.

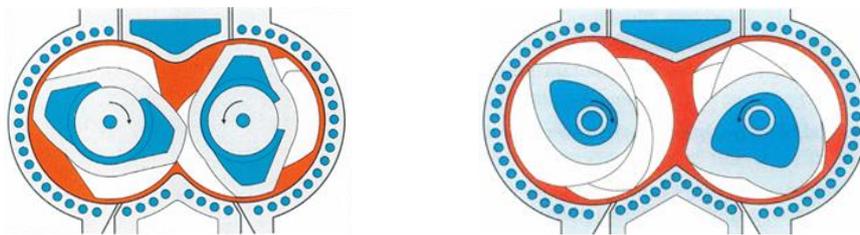


Abbildung 5: Ineinandergreifende (links) und tangierende (rechts) Anordnung der Innenmischerrotoren [31]

Während des Mischens dringt der Kautschuk in die Leerräume zwischen den hinzugefügten Feststoffen ein und benetzt deren Oberflächen (Inkorporation). Durch die kontinuierlich auf das Gemenge einwirkenden Scherkräfte werden die Feststoffpartikel anschließend gleichmäßig verteilt (distribuiert) und zerkleinert (dispergiert) (Abbildung 6).

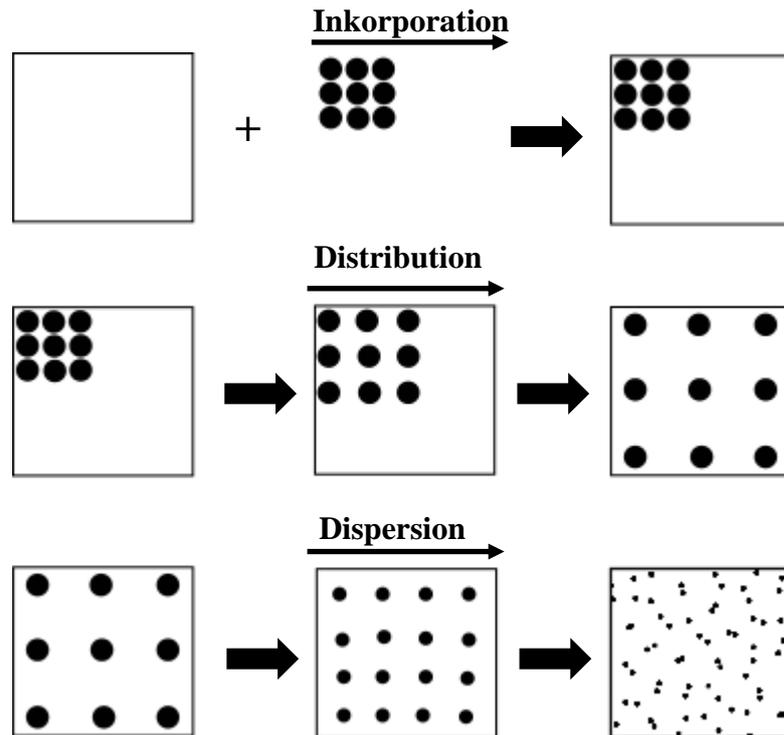


Abbildung 6: Schematische Darstellung von Inkorporation, Distribution und Dispersion

Die Füllstoffdispersion ist abhängig von der eingetragenen Scher-Energie, die sich aus der Temperatur und Viskosität des Gemisches, der vorgegebenen Rotordrehzahl sowie der Mischzeit ergibt [31, 34, 35] (Abbildung 7). Durch den stattfindenden Abbau der Füllstoffagglomerate steigt die Füllstoff-Polymer-Grenzfläche und somit die Wechselwirkungen zwischen den beteiligten Komponenten. Die maximale Dispersionsstufe ist erreicht, sobald ein Gleichgewichtszustand zwischen den adhäsiv wirkenden interpartikulären Kräften und den Misch-Kräften besteht. Bevor dieses Gleichgewicht erreicht wird, kann es bei verschiedenen Polymertypen bereits zu Abbauprozessen in der Polymerkettenstruktur kommen, welche die durch den Füllstoffeinsatz hinzugewonnen verstärkenden Eigenschaften wieder negieren können [19]. Somit muss in vielen Fällen ein Kompromiss zwischen hoher Dispersion / Distribution und geringem Polymerkettenabbau gefunden werden.

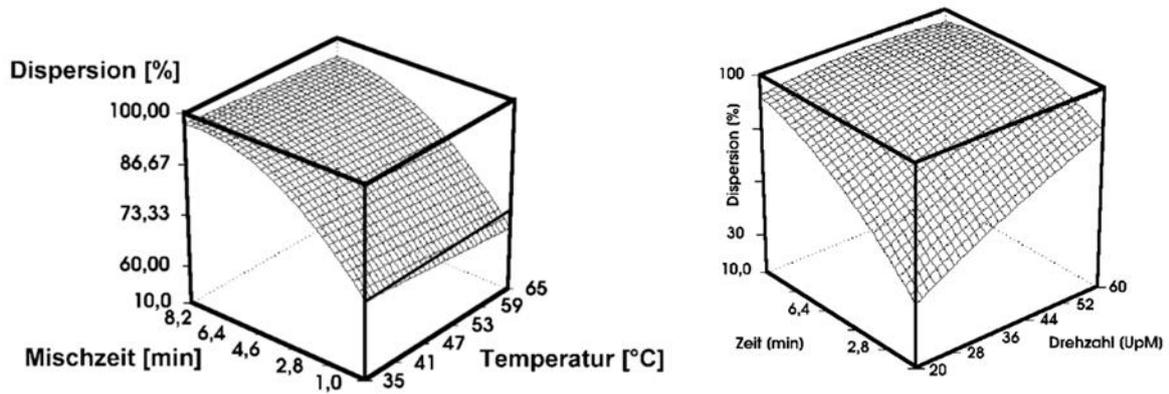


Abbildung 7: Abhängigkeit des Dispersionsniveaus von den Mischprozess-Parametern [31]

Bei gleichen Prozessbedingungen weisen verschiedene Füllstoffe unterschiedliche Mischcharakteristiken auf. Entscheidend dabei sind vor allem die Primärpartikelgröße und die durch die Oberflächenaktivität und die Struktur bestimmte Höhe der Wechselwirkung mit der Polymermatrix. Große Partikel lassen sich besser inkorporieren. Füllstoffe mit einer hohen Polymer-Wechselwirkung erhöhen die Viskosität und verursachen dadurch einen Anstieg der scherenden Kräfte. Die Dispersionsgüte nimmt dadurch zu (Abbildung 8).

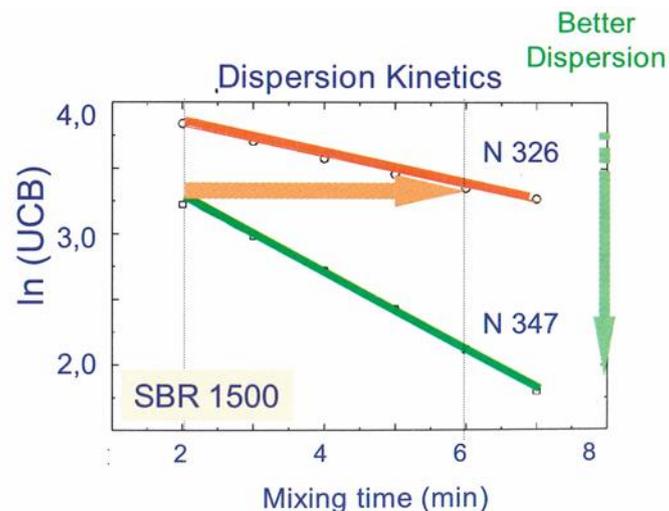


Abbildung 8: Mischcharakteristik von einem Ruß mit geringerer (N326) und einem Ruß mit höherer (N347) Struktur in SBR (UCB: Undispersed Carbon Black) [31]

## 2.3 Dynamisches Materialverhalten

### 2.3.1 Nicht lineares Materialverhalten und Spannungserweichung

Wird dem Elastomer ein Deformationsprozess in Form einer Be- und Entlastung aufgezwungen und die Materialantwort in einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm dargestellt, erhält man für das Material typische Hystereseschleifen (Abbildung 9). Die zur Verformung notwendige totale Energie setzt sich aus einem bei der Entlastung wieder freiwerdenden elastischen Anteil und einem durch innere Prozesse verlorenen, dissipativen Energieanteil zusammen.

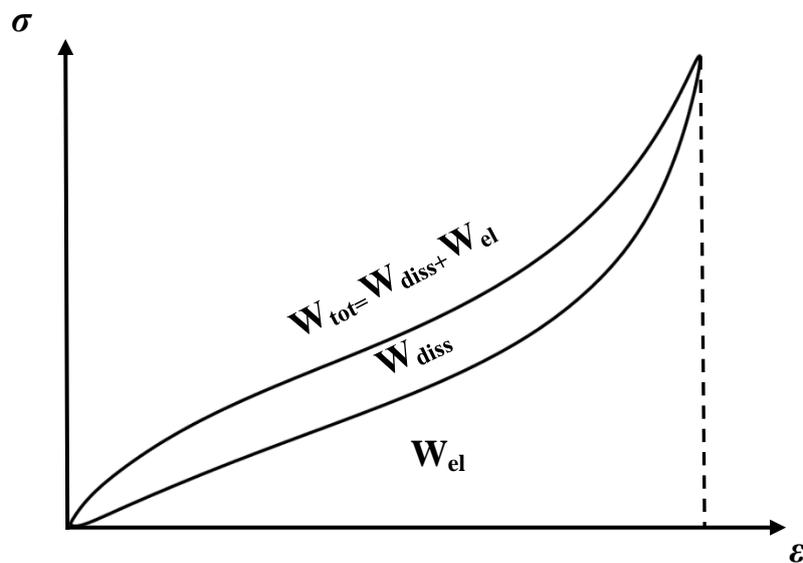


Abbildung 9: Energieverteilung bei dynamischer Beanspruchung eines Elastomers

Der in der Hystereseschleife eingeschlossene Flächenanteil ist ein Maß für die dissipierte Energie. Bei einer schädigungsfreien Deformation von ungefüllten Elastomeren ist dieser Flächenanteil sehr klein, da sämtliche Energieverluste nur auf Reibprozesse der Polymerketten untereinander zurückzuführen sind. Das Vorhandensein von mikro- und makroskopischen Rissen kann zu einer Vergrößerung der Hysteresefläche führen, da ein Teil der in das System fließenden Energie für das Risswachstum aufgewendet wird. Durch den Einsatz von Füllstoffen oberhalb der Perkolationsschwelle ist ein beachtlicher Anstieg der Energiedissipation zu beobachten. Neben den zusätzlichen Reibverlusten, die durch die Füllstoff-Polymer-Wechselwirkungen entstehen, ist ein Großteil der Verformungsenergie notwendig, um das vorhandene Füllstoffnetzwerk aufzubrechen. Bei Entlastung reagglomerieren die Füllstoffpartikel und das Netzwerk bildet sich erneut aus [36, 37].

Bei mehrmaliger gleichartiger Belastung kommt es bei gefüllten Elastomeren zu einem deutlichen Spannungsabfall (Abbildung 10). Dieser Effekt wird auch als Materialerweichung

oder Mullins-Effekt bezeichnet [38, 39]. Neben dem sukzessiven Bruch des Füllstoffnetzwerkes ist dieser Effekt durch ein Reißen und eine anschließende Neuorientierung von maximal gestreckten Polymerketten im Werkstoffgefüge zu erklären. Zudem sind die Bindungen zwischen den reagglomerierten Füllstoffpartikeln nicht mehr so energetisch wie in ihrem unbeanspruchten Zustand [40, 41]. Nach einer materialabhängigen Zyklenzahl stellt sich ein konstantes Materialverhalten ein und der Werkstoff gilt als vorkonditioniert.

Der Mullins-Effekt ist amplitudenabhängig. Bei einer Deformation über den vorkonditionierten Bereich hinaus kehrt die Spannungs-Dehnungs-Kurve zu ihrem ursprünglichen Verlauf der ersten Beanspruchung zurück. Bei erneuter Be- und Entlastung tritt der Mullins-Effekt bei der neuen Amplitudenhöhe erneut auf.

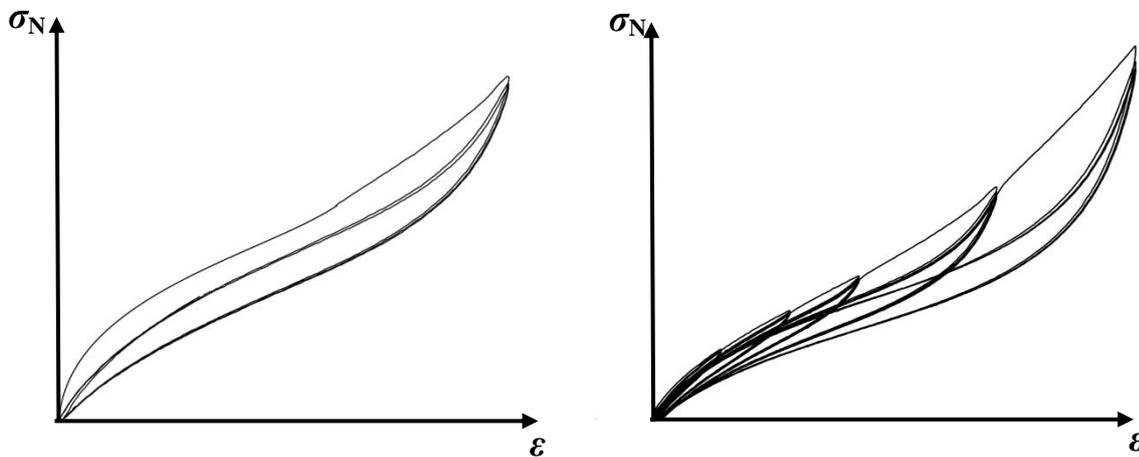


Abbildung 10: Spannungs-Dehnungs-Verhalten eines gefüllten Elastomers bei multipler Belastung

### 2.3.2 Payne-Effekt

Wie bereits mehrfach beschrieben, ergibt sich die Steifigkeit eines gefüllten Elastomers aus den Wechselwirkungsbeiträgen der in der Werkstoffstruktur vorliegenden Komponenten. Die Existenz von Feststoffpartikeln in der Polymermatrix führt zu einem Viskositätsanstieg der Mischung und im Falle von vernetzten Materialien zu einem Härteanstieg (hydrodynamische Verstärkung). Die Anbindung von Polymerketten an die Füllstoffoberfläche führt zu einer Immobilisierung und damit zu einer weiteren Steigerung der Materialhärte und -steifigkeit (Füllstoff-Polymer-Wechselwirkung). Ist der Füllstoffanteil im Material groß genug, dass sich ein eigenes Netzwerk ausbildet, liefert dieses mit Abstand den größten Verstärkungsbeitrag (Füllstoff-Füllstoff-Wechselwirkung) (Abbildung 11).

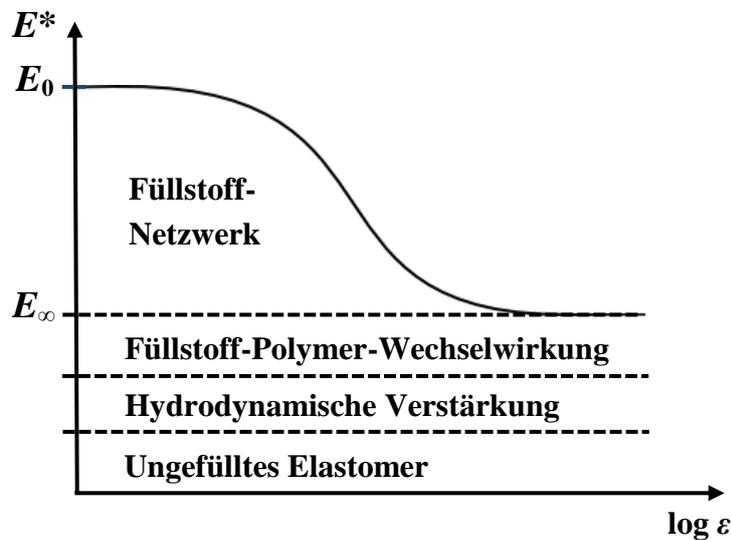


Abbildung 11: Abhängigkeit des komplexen Elastizitätsmoduls eines gefüllten Elastomers von der Deformationsamplitude

Für kleine Amplituden ist die Materialsteifigkeit deformationsunabhängig und die Füllstoff-Füllstoff-Wechselwirkungen bestimmen das Materialverhalten [17]. Mit steigenden Deformationsamplituden ist jedoch ein Abfall der Materialsteifigkeit zu beobachten [42]. Dieser ist auf den Zusammenbruch des Füllstoffnetzwerks zurückzuführen. Dabei werden Polymerketten frei, die zuvor zwischen Füllstoffpartikeln eingeschlossen waren (occluded rubber). Bei sehr großen Amplituden ist das Füllstoffnetzwerk so weit aufgebrochen, dass die Füllstoffpartikel das Netzwerk nur noch hydrodynamisch und über die Füllstoff-Polymer-Wechselwirkungen verstärken.

Die Amplitudenabhängigkeit gefüllter Elastomere wurde erstmals von A.R. Payne dokumentiert, weshalb dieser Effekt auch nach ihm benannt ist [43].

### 2.3.3 Zeit- und Temperaturabhängigkeit

Die Verformbarkeit von Elastomeren entsteht durch das Vermögen der Polymerketten, sich bei äußeren Belastungen neu zu orientieren. Der Zeitraum, in der diese molekularen Platzwechsel von statten gehen, wird als Relaxationszeit bezeichnet. Diese ist von Polymer zu Polymer unterschiedlich und ist bestimmend für die mechanischen Eigenschaften des Elastomers. Die Relaxationszeit hängt von der durch die Monomer-Zusammensetzung bestimmten Kettenbeweglichkeit und Molmasse ab. Zudem ist der durch die Temperatur gegebene energetische Zustand, in der sich die Molekülketten befinden, entscheidend. Die mechanischen Eigenschaften von Elastomeren sind somit temperaturabhängig. Wird ein

Elastomer mit konstanter Amplitude und Frequenz dynamisch beansprucht und dabei kontinuierlich abgekühlt, ist unterhalb einer bestimmten Temperatur ein sprunghafter Anstieg der Materialsteifigkeit zu beobachten. Den Polymerketten steht so wenig Energie zur Verfügung, dass Platzwechselfvorgänge nicht mehr stattfinden. Das Material verhält sich glasartig. Daher wird die Temperatur, bei der dieser Eigenschaftenwechsel stattfindet, als Glastemperatur bezeichnet [44, 45]. Oberhalb der Glastemperatur ist das Elastomer bei geringem Kraftaufwand verformbar. Die nach einer Deformation auftretenden Rückstellkräfte entstehen, weil die Polymerketten bestrebt sind, in ihren ungeordneteren Zustand höherer Entropie zurückzukehren (Entropieelastizität). Bei einem Unterschreiten der Glastemperatur erstarren die Polymerketten. Eine Deformation kann nur durch eine Änderung der atomaren Abstände herbeigeführt werden. Das Material verhält sich energieelastisch.

Die verstärkende Wirkung von Füllstoffen macht sich besonders im Temperaturbereich oberhalb der Glastemperatur bemerkbar. Im Vergleich zu einem ungefüllten Elastomer liegt der Elastizitätsmodul deutlich höher. Für gefüllte Elastomere ist bei hohen Temperaturen häufig ein deutlich ausgeprägterer Abfall des komplexen Elastizitätsmoduls zu beobachten als bei ungefüllten Elastomeren. Dieser rührt daher, dass sich mit steigender Temperatur die Abstände der Partikel im Füllstoffnetzwerk zueinander vergrößern und so die Bewegungsmöglichkeiten der Polymerketten zusätzlich steigen [46] (Abbildung 12).

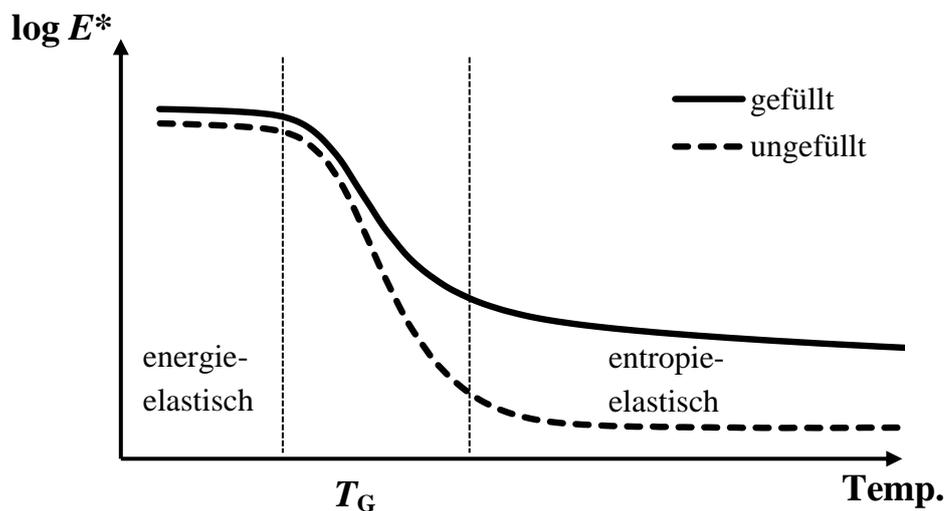


Abbildung 12: Temperaturabhängigkeit des Elastizitäts-Moduls für ein gefülltes und ein ungefülltes Elastomer

Eine Erhöhung der Beanspruchungsfrequenz hat auf ein Elastomer dieselbe Wirkung wie eine Erniedrigung der Temperatur. Mit steigender Frequenz verhält sich das Elastomer zunehmend steifer. Ist die Periodendauer der Beanspruchung deutlich kleiner als die Relaxationszeiten der

Polymerketten kann das Elastomer den aufgezwungenen Bewegungen nicht mehr folgen. Die Materialsteifigkeit steigt sprunghaft an und die Materialeigenschaften wechseln von gummielastisch in hart und spröde (Abbildung 13) [16, 17].

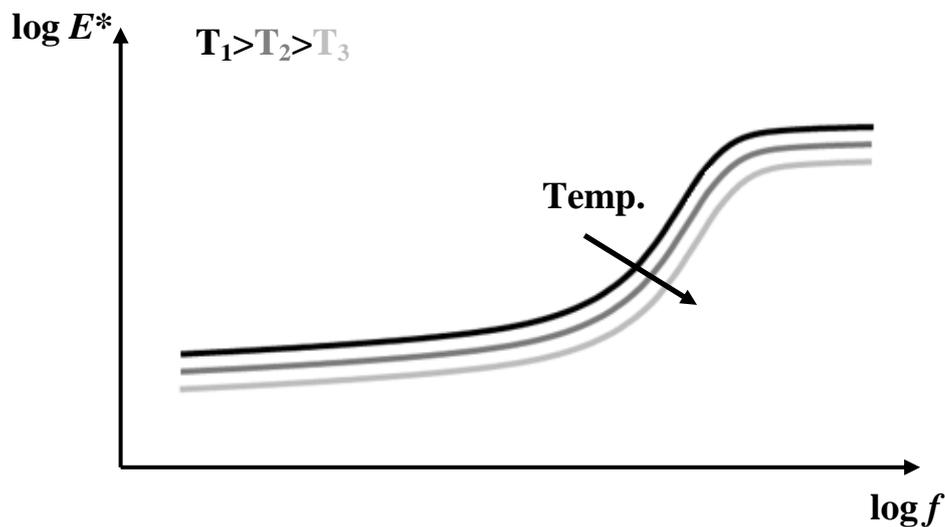


Abbildung 13: Prinzipieller Verlauf des Elastizitätsmoduls eines gefüllten Elastomers bei einer Änderung der Beanspruchungsfrequenz

## 2.4 Bruchmechanische Betrachtungen

Um Werkstoffe bezüglich ihres Ausfallverhaltens charakterisieren zu können, finden häufig bruchmechanische Konzepte Anwendung. Allgemein wird bei diesen Konzepten angenommen, dass das Bauteilversagen auf Risse zurückzuführen ist, welche durch Fehlstellen erzeugt werden und sich durch eine von außen angreifenden Belastung im Material ausbreiten. Durch eine Beschreibung dieser Vorgänge, unter Zuhilfenahme von einigen vereinfachenden Annahmen, können so Versagenskriterien definiert werden. Die im Rahmen dieser Forschungsarbeit behandelten bruchmechanischen Konzepte gehen von einer reinen Zugbeanspruchung des Materials aus. Weiterhin wird ein rein linear-elastisches Materialverhalten unterstellt. Diese Annahme besitzt für Elastomere zwar nur eine begrenzte Gültigkeit, kann jedoch in Kombination mit experimentell ermittelten Materialwerten zu sehr guten Näherungen bei der Abschätzung des Werkstoff-Ausfallverhaltens führen [13, 47].

Die Anwendbarkeit dieser Konzepte zur Abschätzung der Lebensdauer von Bauteilen ist ohne die Informationen über die in den Werkstoff vorkommenden rissinitiierenden Fehlstellen nur begrenzt möglich. Da diese Informationen nur über aufwändige Messverfahren wie die Computertomographie (siehe Kapitel 3.2.3) zu erhalten sind, ist es gängige Praxis,

Lebensdauerexperimente an bauteilähnlichen Laborprüfkörpern durchzuführen (Wöhler-Experimente). Diese Untersuchungen werden genutzt, um den technisch anwendbaren Lastbereich zu ermitteln, in dessen Rahmen die Bauteile eingesetzt werden können.

### 2.4.1 Griffith-Kriterium

Auch wenn sein Ansatz zunächst für spröde Materialien entwickelt wurde, lieferte Griffith im Jahr 1920 die Grundlage, auf der alle Konzepte aufbauen, die das bruchmechanische Verhalten von Elastomeren beschreiben [48].

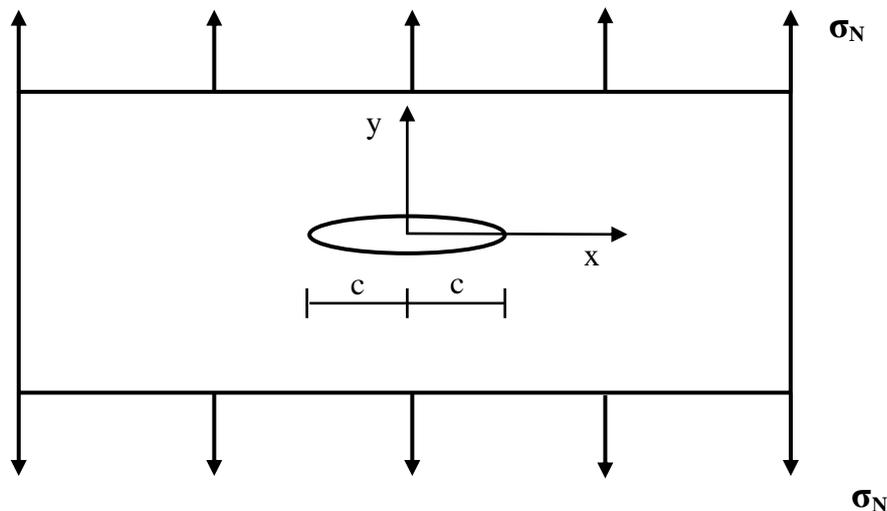


Abbildung 14: Modell des Griffith-Ansatzes

Griffith beschreibt einen unter Last stehenden Körper, in welchem ein Riss von deutlich geringerer Dimension existiert. Die durch die Belastung im Material elastisch gespeicherte (potenzielle) Energie führt bei ihrer Freisetzung zu einem Wachstum des darin vorliegenden Risses um  $dc$ . Voraussetzung dafür ist, dass der Betrag an freigesetzter elastischer Energie  $dW_{EL}$  den Betrag der in der Rissfläche vorliegenden (potenziellen) Oberflächenenergie  $dS$  übersteigt.

$$\frac{d(W_{EL}+S)}{dc} \leq 0 \quad (2)$$

Das Griffith-Kriterium ist in der obigen Darstellung unter der Annahme gültig, dass keine äußere Arbeit am Material verrichtet wird und keine plastische Verformung vorliegt.

### 2.4.2 Rissenergie T

Um Werkstoffen eine bruchmechanische Größe zuordnen zu können, erweiterten Rivlin und Thomas [14, 15] das Griffith-Kriterium und definierten den Begriff der Rissenergie (Tear-Energy  $T$ ). Diese ergibt sich aus der Abnahme der elastisch gespeicherten Energie

$dW_{EL}$  bei einer Vergrößerung der Rissfläche  $dA_R$  und gibt den Energiebetrag an, welcher für den Rissfortschritt im Material benötigt wird. Die Rissenergie ist abhängig von der globalen Geometrie des Prüfkörpers, den Lastbedingungen sowie besonders von der Rissgeometrie. Wie beim Griffith-Kriterium wird vorausgesetzt, dass keine zusätzliche mechanische Arbeit am Material verrichtet wird, die zu einer Längenänderung des betrachteten Systems führt. In Gleichung (3) ist dies durch den Index 1 gekennzeichnet.

$$T = - \left( \frac{dW_{EL}}{dA_R} \right)_1 \quad (3)$$

Obwohl das Griffith-Kriterium und darauf aufbauend auch die Arbeiten von Rivlin und Thomas auf einem statischen Belastungsfall basieren, zeigten Lake, Gent und Lindley durch ihre bruchmechanischen Experimente [49, 50, 51, 52], dass ein Zusammenhang zwischen der Rissenergie  $T$  und der dynamischen Risswachstumsrate ( $dc/dn$ ) besteht. Stellt man die erzeugte Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Rissenergie doppelt logarithmisch dar, kann der Verlauf einer typischen Risswachstumskurve in vier Abschnitte unterteilt werden (Abbildung 15).

$$\frac{dc}{dn} = r = \mathit{const} \quad T < T_0 \quad (4)$$

Unterhalb der Grenze  $T_0$  besteht keine Abhängigkeit der Risswachstumsrate von der Rissenergie. Das Risswachstum ist in diesem Bereich konstant und lediglich auf den Angriff von Ozon aus dem umgebenden Medium zurückzuführen. Oberhalb von  $T_0$ , in der mechanisch-oxidativen Region, steigt das Risswachstum signifikant an und lässt sich durch den Zusammenhang in Gleichung (5) mit dem Materialparameter  $A$  beschreiben.

$$\frac{dc}{dn} = A(T - T_0) + r \quad T_0 < T < T_t \quad (5)$$

Für mittlere und hohe Lasten oberhalb des Grenzwerts  $T_t$  besteht in der verwendeten doppelt logarithmischen Darstellungsform ein Zusammenhang zwischen der wirkenden Rissenergie und der auftretenden Risswachstumsrate, der unter Zuhilfenahme der Materialparameter  $B$  und  $\beta$  durch ein Potenzgesetz beschrieben ist:

$$\frac{dc}{dn} = BT^\beta \quad T_t < T < T_c \quad (6)$$

Oberhalb eines kritischen Energiebetrags  $T_c$  ist das Risswachstumsverhalten instabil. Die Risswachstumsrate strebt gegen unendlich.

$$\frac{dc}{dn} = \infty \quad T_c < T \quad (7)$$

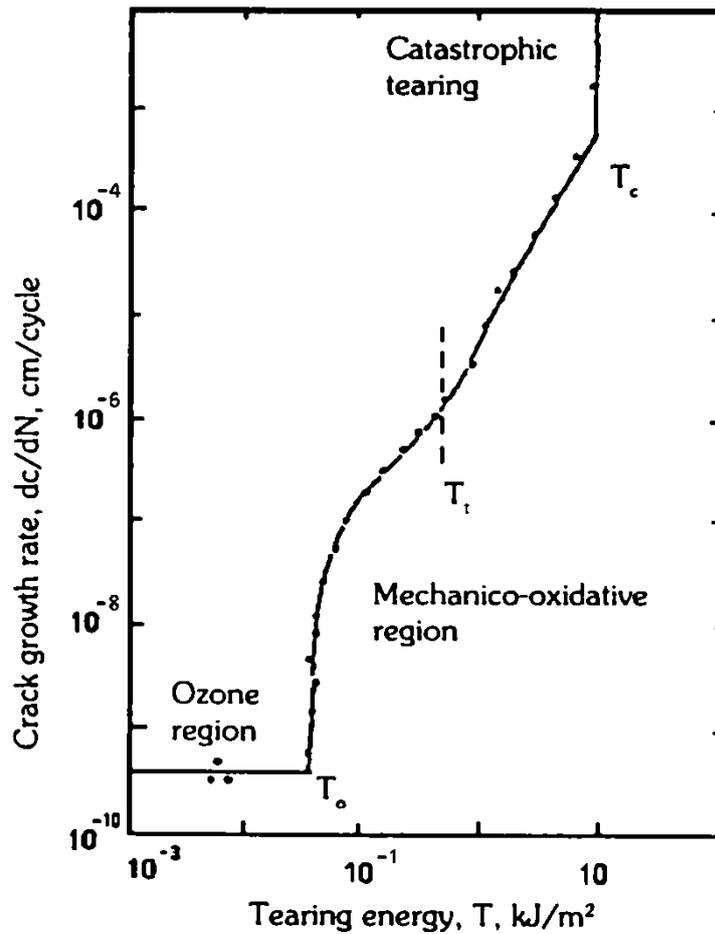


Abbildung 15: Abhängigkeit der dynamischen Risswachstumsrate von der Rissenergie  $T$  für ein Naturkautschuksystem in der doppelt logarithmischen Darstellung [53]

Obwohl die Rissenergie  $T$  eine Abhängigkeit von der globalen Probengeometrie aufweist, ist der Zusammenhang zwischen der dynamischen Risswachstumsrate und der Rissenergie unabhängig vom verwendeten Prüfkörpertyp. Dies zeigen die experimentellen Ergebnisse von Lake, der für verschiedene Prüfkörperarten identische bruchmechanische Abhängigkeiten ermitteln konnte (Abbildung 16) [52].

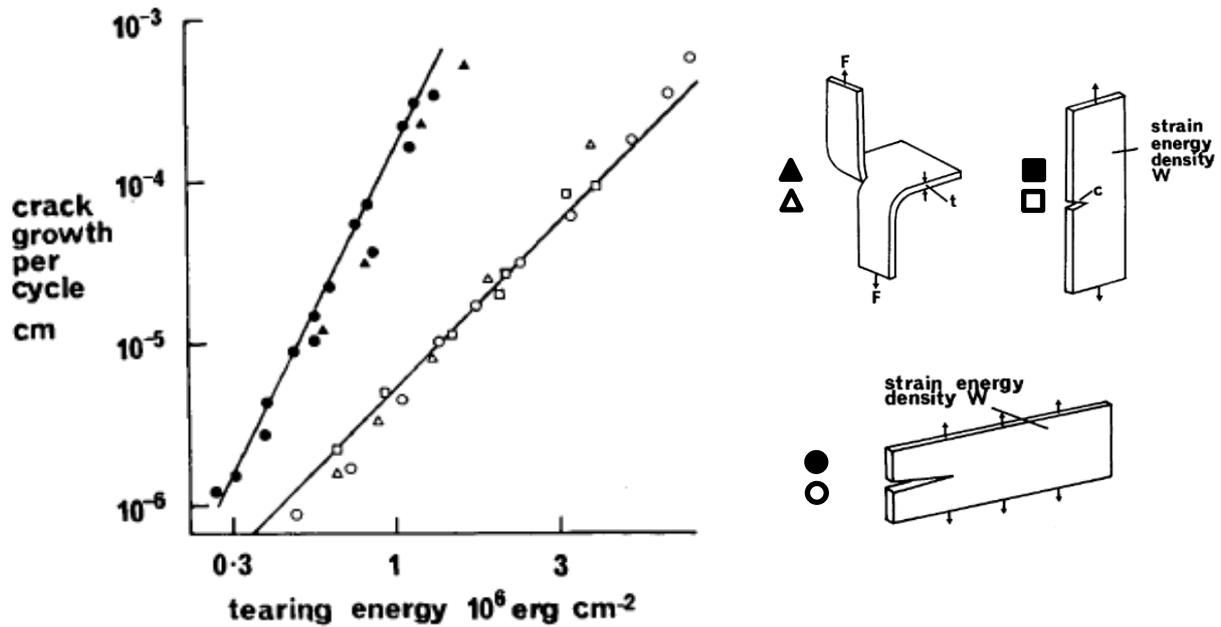


Abbildung 16: Abhängigkeit der Risswachstumsrate von der Rissenergie  $T$  für ein NR-System (unausgefüllte Markierungen) und ein SBR-System (ausgefüllte Markierungen), gemessenen an verschiedenen Prüfkörpergeometrien [52]

### 2.4.3 Einfluss der Dehnungskristallisation auf das Risswachstumsverhalten

Materialien, die zu dehnungsinduzierter Kristallisation neigen, wie vor allem NR, weisen hervorragende Reißfestigkeiten auf [54, 55, 56]. Dies ist nicht nur auf die makroskopische Versteifung des Prüfkörpers und dem damit verbundenen Anstieg des Deformationswiderstands bei einer angreifenden Belastung zurückzuführen, sondern erklärt sich vor allem durch die lokalen Effekte, welche in der Nähe einer im Material vorliegenden Rissöffnung auftreten.

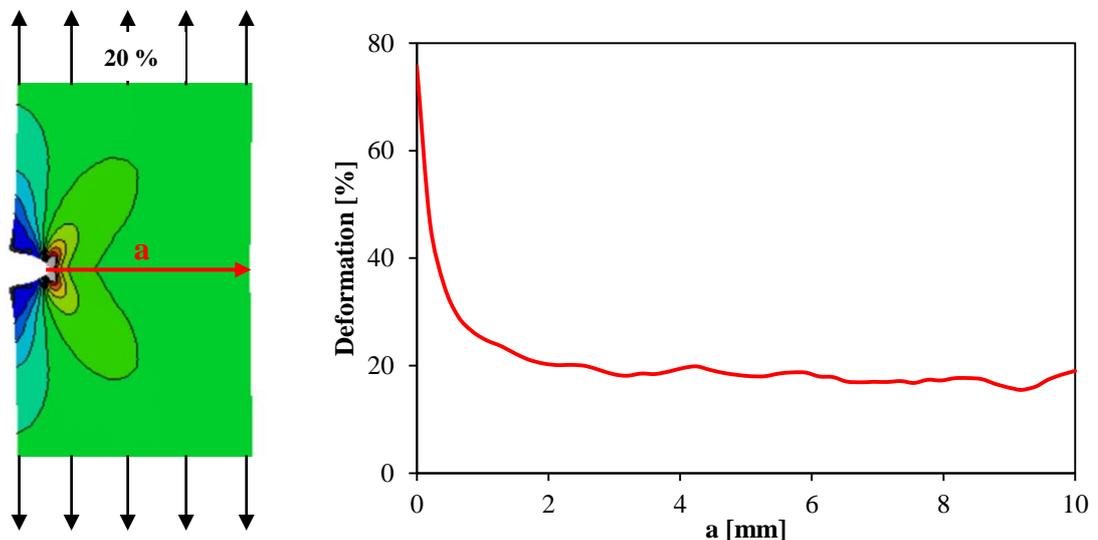
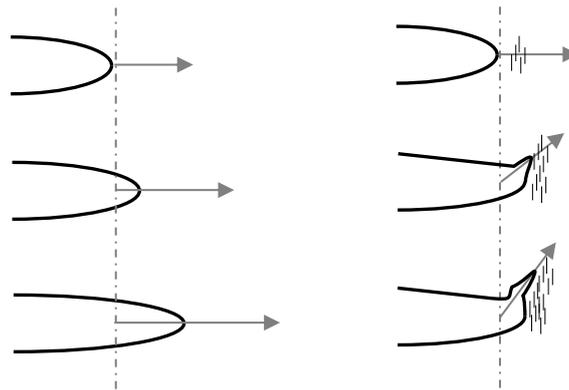


Abbildung 17: Mittels photogrammetrischer Methoden ermittelte Deformation in der Nähe der Risspitze bei einer globalen Deformation von 20 %

Wie in Abbildung 17 zu sehen und in mehreren wissenschaftlichen Arbeiten zu finden [57, 58, 59, 60], kommt es an der Risspitze zu einer Spannungsüberhöhung, die aufgrund der ausgeprägten elastischen Eigenschaften von Elastomeren zu einer lokalen Deformation führt, die deutlich größer ist als die des gesamten Prüfkörpers. Durch die hohen Dehnungen am Rissgrund kommt es zu einer Orientierung der Polymerketten, welche bei Materialien, die über diese Eigenschaft verfügen, zur Ausbildung von dehnungsinduzierten kristallinen Bereichen führt (Abbildung 18).



**Abbildung 18: Prinzipieller Rissfortschritt bei einem nicht dehnungskristallisierenden (links) und einem dehnungskristallisierenden Material (rechts)**

Das Auftreten von kristallinen Bereichen verursacht eine lokale Materialverhärtung. Dem Riss steht bei seinem Fortschritt durch das Elastomer somit ein höherer Widerstand gegenüber. Dies führt dazu, dass sich das Risswachstum verlangsamt [61]. Weiterhin kann beobachtet werden, dass der Riss in Bereiche ausweicht, in denen bis dahin keine Kristalle vorlagen [62]. Durch die dort entstehende Dehnungsüberhöhung kommt es allerdings erneut zu einer Bildung von Kristallen. Ein verästeltetes Risswachstum ist die Folge (Abbildung 19). Sowohl die reine Verlangsamung des Risswachstums durch die Steigerung der Materialhärte am Rissgrund als auch das Ablenken der Rissausbreitungsrichtung führen dazu, dass Bauteile aus dehnungskristallinen Materialien deutlich häufiger dynamisch belastet werden können.

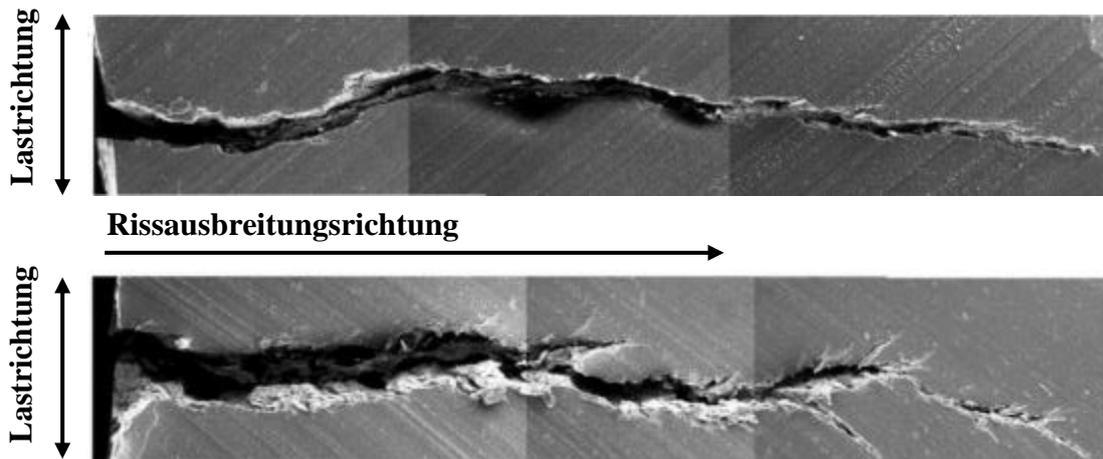


Abbildung 19: Rissausbreitung in einem Elastomer ohne das Auftreten (oben) und beim Auftreten von dehnungsinduzierter Kristallisation (unten) [62]

#### 2.4.4 Lebensdaueruntersuchungen an Elastomerbauteilen

Bruchmechanische Berechnungskonzepte sowie Experimente zum Risswachstumsverhalten sind sehr hilfreich bei der Entscheidung, welches der geeignete Werkstoff für ein bestimmtes technisches Produkt ist. Ohne zusätzliche Informationen zu den Rissanfangsgrößen, die in Form von Fehlstellen im Material vorliegen, ist es jedoch nicht möglich, gezielte Aussagen über die mögliche Einsatzlebensdauer der technischen Produkte zu tätigen. Um experimentelle Daten zu erlangen, die solche Abschätzungen möglich machen, werden zyklische Lebensdaueruntersuchungen an Laborprüfkörpern durchgeführt, deren Gestalt zumindest eine Näherung der Geometrie des technischen Produkts widerspiegelt [7, 63, 64].

Die ersten grundlegenden Untersuchungen zur Materialermüdung lieferte August Wöhler [65], dessen Vorgehensweise bis heute angewandt wird. Zur Charakterisierung der Werkstoffermüdung werden Prüfkörper einer zyklischen Last bis zum Materialversagen ausgesetzt. Im Anschluss an die Untersuchungen wird die Belastung in Abhängigkeit der ertragenen Lastwechselzahl in ein doppeltlogarithmisch skaliertes Diagramm eingetragen. Bei dynamischen Schwellbelastungen, die nicht zum sofortigen Ausfall bei erstmaliger Belastung führen, stellt sich bei gleicher Belastungsfrequenz ein typisches Ausfallverhalten ein (Abbildung 20).

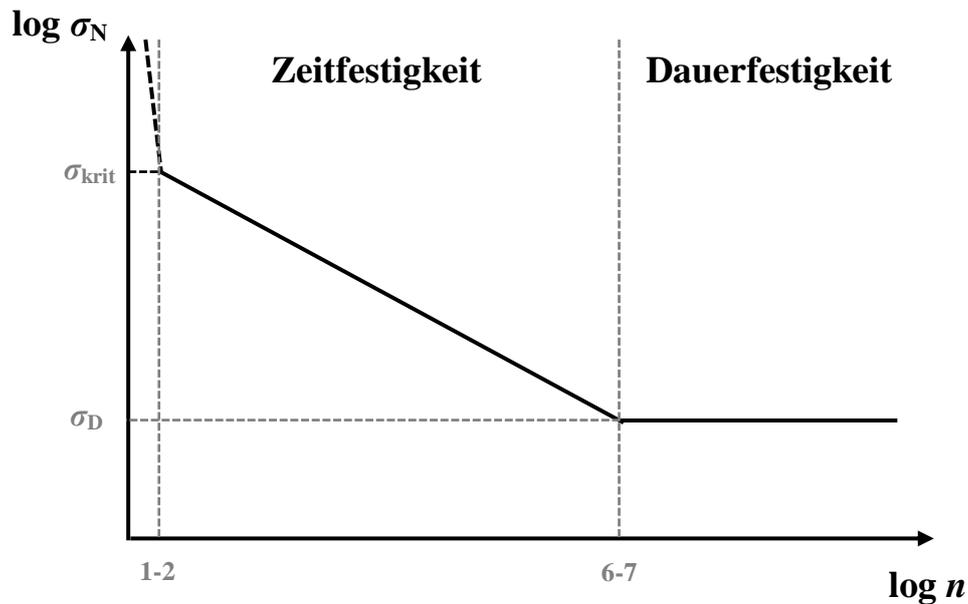


Abbildung 20: Prinzipielles Ausfallverhalten eines Elastomers im Wöhler-Experiment bei schwelender Belastung

Bei sehr hohen Belastungen oberhalb einer kritischen Last  $\sigma_{\text{krit}}$ , fallen Werkstoffe innerhalb von wenigen Zyklen aus. Eine Reduktion der dynamischen Lastamplitude innerhalb dieses Bereichs führt im besten Fall zu einer geringen Steigerung der ertragbaren Lastzyklenzahl. Zu erklären ist dieses Verhalten durch den katastrophalen Anstieg der Risswachstumsrate von Elastomermaterialien oberhalb einer kritischen Belastungsgrenze (siehe dazu auch Kapitel 2.4.2 Abbildung 15). Beim Unterschreiten von  $\sigma_{\text{krit}}$  beginnt das Zeitfestigkeitsgebiet, in welchem sich der Logarithmus der ertragbaren Lastzyklenzahlen  $n$  linear mit dem Logarithmus der anliegenden Belastung ändert. Die sich ergebende Gerade bezeichnet man als Wöhlerlinie oder Lebensdauer kennlinie. Unterhalb einer Lasthöhe  $\sigma_D$  ändert sich das lastabhängige Verhalten erneut. Der Kurvenverlauf knickt ab und ist näherungsweise horizontal. Die erreichbaren Lastzyklenzahlen sind extrem hoch und mit zu vertretendem messtechnischen Aufwand nicht mehr ermittelbar. In diesem Bereich spricht man von Dauerfestigkeit des Materials.

### 3 Materialien und Methoden

#### 3.1 Materialien und Rezepturen

Zur Entwicklung und Erprobung eines allgemein gültigen Lebensdauer-Vorhersagemodells wurden praxisnahe Werkstoffe verwendet, die in ähnlicher Zusammensetzung in unterschiedlichen Bereichen der Elastomer verarbeitenden Industrie eingesetzt werden. Dabei wurde darauf geachtet, ein möglichst breites Spektrum von Elastormischungen zu erzeugen, welche sich in Bezug auf ihre Verarbeitungscharakteristik und ihre bruchmechanischen sowie Ermüdungseigenschaften deutlich unterscheiden.

##### 3.1.1 Verwendete Polymertypen

Im Folgenden wird ein allgemeiner Überblick über die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Polymere und deren typischen Eigenschaftsprofile gegeben [19, 21, 66, 67]. Eingesetzt wurden neben Naturkautschuk auch drei synthetisch erzeugte Polymertypen SBR, EPDM und HNBR.

##### Naturkautschuk (NR)

Naturkautschuk ist die älteste bekannte Kautschuksorte und wird hauptsächlich aus der Latexmilch des Kautschukbaums *Hevea brasiliensis* gewonnen. Bereits die Mayas (1000 v. Chr.) verwendeten dieses Material aufgrund seiner elastischen Eigenschaften für rituelle Ballspiele. Die Entdeckung Amerikas durch Christopher Columbus (1492) brachte Kautschuk nach Europa, wo er erstmals 1823 industriell durch Charles Macintosh zur Herstellung von wasserdichten Regenmänteln genutzt wurde.

Den Grundbaustein von Naturkautschuk bildet das Monomer Isopren, welches zu cis-1,4-Polyisopren polymerisiert wird (Abbildung 21).



Abbildung 21: Polymerisation von cis-1,4-Polyisopren aus Isopren-Monomeren

Zu den wichtigsten Eigenschaften von Naturkautschuk zählen die hohe Elastizität sowie die geringen Verluste bei dynamischer Anregung (Hysterese-Eigenschaften). Dem gegenüber stehen eine schlechte chemische sowie Wärmebeständigkeit. Bei der Verarbeitung von

Naturkautschuk ist zu beachten, dass dieser bei scherenden Beanspruchungen zum Abbau seiner Polymerketten (Mastizieren) neigt.

Naturkautschuk besitzt eine ausgezeichnete Reißfestigkeit, die bis heute selbst den modernen synthetischen Elastomeren weit überlegen ist [68, 69]. Grund dafür ist zum einen sein hohes Molekulargewicht und zum anderen der Effekt der Selbstverstärkung durch Dehnungskristallisation. Auch heutzutage stellt Naturkautschuk mit einem Anteil von 40% die am häufigsten verwendete Kautschuksorte dar und wird vor allem zur Produktion von Reifen genutzt.

### Styrol-Butadien-Rubber (SBR)

Styrol-Butadien-Kautschuk wurde erstmals 1929 hergestellt und war der erste wirtschaftlich nutzbare synthetische Kautschuk. SBR besteht aus den aus petrochemischen Prozessen gewonnenen Monomeren Styrol und Butadien (Abbildung 22). Bestimmend für die mechanischen Eigenschaften von SBR ist der Anteil von Styrol im Vergleich zu Butadien sowie die Anordnung der beiden Monomere in der Polymerkette.

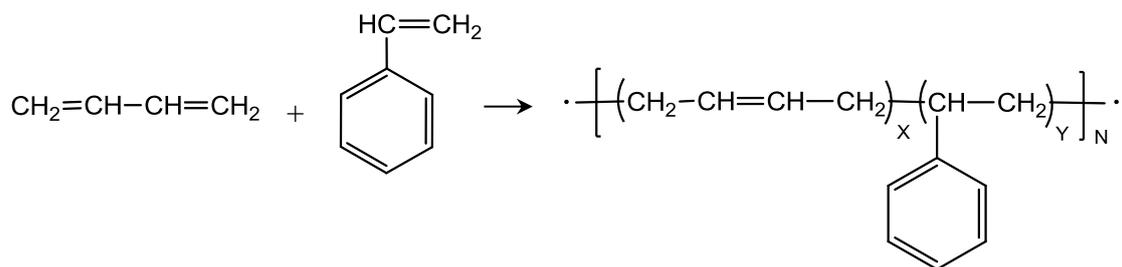


Abbildung 22: Reaktion von Butadien und Styrol zu einem SBR-Molekül

Die Herstellung von Styrol-Butadien-Kautschuk erfolgt entweder durch das Verfahren der Emulsionspolymerisation (E-SBR) oder durch die Lösungspolymerisation (S-SBR). Verfahrenabhängig unterscheiden sich die erzeugten Polymerketten deutlich in Bezug auf ihre Kettenlänge und Struktur. Durch die Emulsionspolymerisation werden Moleküle von hohem Molekulargewicht gebildet, in denen die Monomere statistisch angeordnet sind. Durch die Lösungspolymerisation gelingt es vor allem, die Mikrostruktur der Polymerkette zielgerichtet zu verändern und beispielsweise Blockpolymere zu erzeugen. SBR-Vulkanisate zeichnen sich vor allem durch ihre hohe Abriebfestigkeit und ihren niedrigen Rollwiderstand aus, weshalb sie oft in Laufflächen von Reifen verwendet werden [69, 70].

## Ethylen-Propylen-(Dien)-Kautschuk (EPDM)

EPDM ist ebenfalls ein synthetisch erzeugter Kautschuk und besteht aus den Monomeren Ethylen, Propylen sowie einem Dien-Termonomer (Abbildung 23). Bestimmend für die viskoelastischen Eigenschaften ist der Anteil des stark zur Kristallisation neigenden Monomers Ethylen. Polymerketten mit einem Ethylen-Masseanteil von über 50 % sind bereits teilkristallin und besitzen einen höheren mechanischen Modul und eine gesteigerte Reißfestigkeit gegenüber Makromolekülen mit geringerem Ethylen-Anteil. Lediglich aus Ethylen und Propylen bestehende Polymerketten sind ausschließlich peroxidisch vernetzbar. Erst durch die Zugabe von einem Dien mit einer zusätzlichen reaktionsfähigen Gruppe ist auch eine Schwefelvernetzung möglich. Mit steigendem Dien-Gehalt erhöht sich die Vernetzungsgeschwindigkeit des Vulkanisats, gleichzeitig verringert sich die chemische und thermische Beständigkeit.

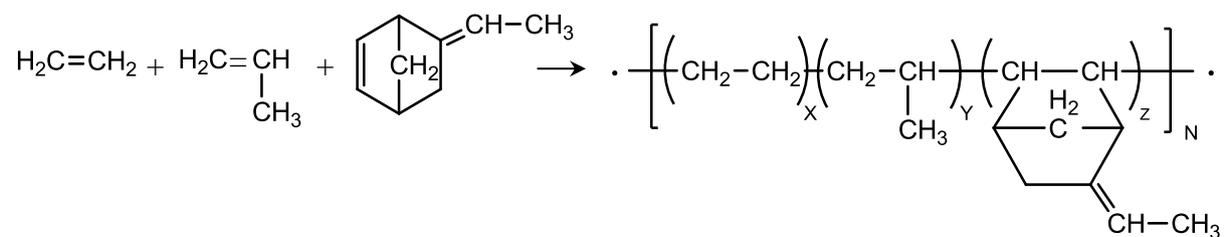


Abbildung 23: Ethylen+Propylen+Termonomer (Ethylen-Norbornen (ENB)) zu EPDM

EPDM-Vulkanisate sind resistent gegenüber Säuren und Laugen sowie Witterungseinflüssen. Gegenüber Fetten, Kraftstoffen und Mineralölen sind sie unbeständig. Häufig wird EPDM für Schläuche, Transportförderbänder und Dichtungen verwendet [69, 70].

## Hydrierter Acrylnitril-Butadien-Kautschuk (HNBR)

HNBR ist eine weiterentwickelte Variante des erstmals 1930 produzierten Kautschuktyps NBR (Acrylnitril-Butadien-Kautschuk) und wird in einem zweistufigen Verfahren hergestellt. In einem ersten Schritt wird durch eine Emulsionspolymerisation aus den Monomeren Acrylnitril und Butadien das Polymer NBR hergestellt. Dieses wird in einem zweiten Schritt hydriert, um die in der Molekülkette vorhandenen Doppelbindungen aufzubrechen (Abbildung 24) [71].

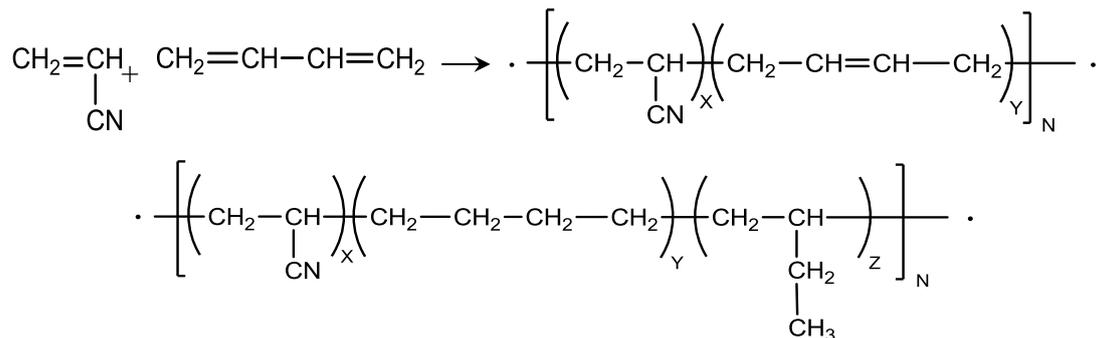


Abbildung 24: Polymerisation von NBR (oben) und HNBR-Makromolekül nach der Hydrierung (unten)

Die Hydrierung der Doppelbindungen kann entweder vollständig oder teilweise durchgeführt werden. Mit sinkendem Doppelbindungsgehalt steigt die Witterungs- und Temperaturbeständigkeit. Aufgrund der fehlenden Doppelbindung sind vollhydrierte HNBR-Typen lediglich peroxidisch vernetzbar. Partiiell hydrierte HNBR-Typen mit einem restlichen Doppelbindungsgehalt zwischen 1 % - 10 % sind auch schwefelvernetzbar.

Die viskoelastischen Eigenschaften von HNBR werden durch den Anteil der Acrylnitril-Monomere in der Polymerkette beeinflusst. Mit steigendem Acrylnitrilgehalt sinkt die Elastizität des Materials, wohingegen die dämpfenden Eigenschaften zunehmen [72].

HNBR-Vulkanisate sind zwar häufig Teilkristallin, neigen jedoch nicht zur Dehnungskristallisation. Dennoch zeichnen sich HNBR-Vulkanisate durch eine hohe Reißfestigkeit und einen hohen Abriebswiderstand aus. Des Weiteren besitzen sie eine gute Beständigkeit gegen Öle, Fette und Kraftstoffe und werden vor allem zur Herstellung von Schläuchen und Dichtungen im Maschinenbau und im Kfz-Bereich verwendet.

### 3.1.2 Verwendete Füllstofftypen

Zur Verstärkung der Materialien wurden zwei standardisierte Rußtypen (N347 und N326) sowie ein weit verbreiteter Kieselsäure- bzw. Silicatyp (VN3) eingesetzt.

Die Primärpartikel der beiden Ruße besitzen den gleichen Durchmesser ( $\approx 70$  nm) und eine ähnliche, mittels Stickstoffadsorption gemessene, Oberflächenaktivität. Die sich aus den Primärpartikeln bildende und durch die Öladsorption charakterisierte Aggregatstruktur ist jedoch bei dem Rußtyp N347 deutlich verzweigter.

Die Primärpartikel des eingesetzten Silicats besitzen gegenüber den Rußen eine gesteigerte Oberflächenaktivität und binden, nach einer Behandlung mit Silanen, chemisch und nicht physikalisch an die Polymerketten an.

Tabelle 1: Eigenschaften der eingesetzten Füllstoffe

Füllstoff	Spez. Oberfläche [ $\text{m}^2/\text{g}$ ]	Öladsorption [ $\text{ml}/100\text{g}$ ]	Anbindungsart
CB N347	83	124	physikalisch
CB N326	77	72	physikalisch
Silica VN 3	180	k.A.	chemisch

### 3.1.3 Rezepturen

Die Auswahl der in Tabelle 2 aufgeführten Mischungen verfolgte zweierlei Ziele. Zum einen wurden die Mischungskomponenten so gewählt, dass für die Modellentwicklungsphase ein möglichst breites Spektrum von Materialien zur Verfügung steht, mit dem die Vorhersageberechnung auf ihre allgemeine Gültigkeit überprüft werden kann. Zum anderen sollten zu einzelnen Mischungen durch systematische Modifikation des Herstellungsprozesses Varianten hergestellt werden, um den Effekt von gezielten Strukturänderungen auf die Lebensdauer zu klassifizieren und die Aussagekraft des Modells abzusichern.

Anfänglich wurden vier Grundwerkstoffe, basierend auf unterschiedlichen Polymertypen, produziert, welche daraufhin als Basis für Variationen in Rezeptur und Herstellungsprozess dienten.

Sämtliche Mischungen wurden zunächst in einem 1,5-Liter Innenmischer gemischt, woraufhin die Einarbeitung des Vernetzungssystems in einem nachgelagerten Schritt auf einer Mischwalze erfolgte.

## **Zusammensetzung und Herstellung der vier Grundwerkstoffe**

Als Grundlage für die experimentellen Untersuchungen wurde eine Werkstoffgruppe, bestehend aus vier verschiedenen Polymertypen, hergestellt. Von diesen sind drei Polymere (EPDM, HNBR, NR) jeweils mit dem Rußtyp (N347, Gewichtsanteil (50 phr/ 50 parts per hundred rubber)) verstärkt. Aufgrund der Unterschiede in der Polarität und Länge der Polymerketten lässt sich für die Elastomere eine Differenzierung in der verstärkenden Wirkung des Rußes erwarten und damit einhergehend auch in der Verarbeitungscharakteristik und den mechanischen Eigenschaften.

Innerhalb der gewählten Polymertypen besitzt lediglich der Naturkautschuk die Eigenschaft der Dehnungskristallisation, welche gezielt genutzt wird, um deren Auswirkung auf die Risswachstumseigenschaften und die Prüfkörperlebensdauer zu charakterisieren.

Die auf SBR basierende Materialvariante ist einer Reifenmischung nachempfunden und ist im Gegensatz zu den anderen Polymertypen mit Kieselsäure gefüllt - bei ebenfalls 50 phr Füllgrad. Aufgrund der chemischen Anbindung der Polymerketten an die Füllstoffoberfläche mittels Silans unterscheidet sich diese Mischung somit in ihrer Art der Polymer-Füllstoff-Wechselwirkung von den anderen Materialien (physikalische Anbindung), wodurch sich ein weiterer Aspekt ergibt, das zu entwickelnde Lebensdauervorhersage-Modell auf seine allgemeine Gültigkeit zu überprüfen.

**Tabelle 2: Rezepturen der Grundwerkstoffe**

EPDM 1		HNBR 1		NR 1		SBR	
Komponente	phr	Komponente	Phr	Komponente	phr	Komponente	phr
EPDM	100	HNBR	100	NR	100	SBR	100
N347	50	N347	50	N347	50	Silica	50
Öl	40	Öl	10	IPPD	2	Silan	5
ZnO	4	6PPD	1	TMQ	1	Öl	10
Stearinsäure	2	TMQ	1	Antilux 500	2	6PPD	2
		ZnO	3	ZnO	5	IPPD	1
		Stearinsäure	1	Stearinsäure	2	ZnO	3
						Stearinsäure	1
Vernetzungssystem							
Schwefel	0,7	Schwefel	1	Schwefel	1,5	Schwefel	1,5
TBBS	1	TMTD	3,5	CBS	2	CBS	1,5
TBzTD	3,5	CBS	1	TMTD	0,2	DPG	2

Während des Mischprozesses wurden die Mischparameter Mischerdrehzahl, Temperaturentwicklung, Energieeintrag sowie resultierendes Drehmoment überwacht und der Mischprozess erst beendet, wenn an diesen Daten ersichtlich wurde, dass sich für die jeweilige Füllstoff-Polymer-Kombination ein ausreichend gutes Dispersionsniveau eingestellt hat. So ergaben sich für die vier Materialien die in Tabelle 3 aufgeführten Mischzeiten:

**Tabelle 3: Mischzeiten der vier Grundwerkstoffe**

Mischzeiten		
Komponente	Gesamtmischzeit [min]	Füllstoff-Einmischzeit [min]
EPDM 1	5	4,5
HNBR 1	2,5	2
NR 1	5	3
SBR	14	13

### Variation der Ruß-Einmischzeit

Da die Häufigkeit von Materialdefekten (undispersierte Partikel bzw. Fehlstellen) einen wesentlichen Modellparameter des Lebensdauer-Vorhersagekonzepts darstellt, wurden basierend auf der Rezeptur der Naturkautschukvariante (NR 1) sowie der EPDM-Variante (EPDM 1) weitere Mischvariationen erstellt. Bei diesen wurde die Ruß-Einmischzeit verkürzt, wodurch ein schlechteres Dispersionsniveau sowie ein gehäuftes Auftreten großer Fehlstellenpartikeln erzielt werden sollte.

Aufgrund der verschiedenen Verarbeitungscharakteristiken der Polymertypen wurde die Verkürzung der Ruß-Einmischzeit für die NR- und EPDM-Materialien unterschiedlich umgesetzt. Bei den NR-Materialien wurde die Gesamtmischzeit konstant gehalten und lediglich der Zeitpunkt der Ruß-Zugabe während des Mischprozesses variiert (Tabelle 4). Dieses Vorgehen sichert einen möglichst einheitlichen Abbau des Molekulargewichts des NR. Bei den EPDM-Materialien, bei denen der verarbeitungsbedingte Polymerkettenabbau weniger ausgeprägt ist als bei Naturkautschuk, wurde die Gesamtmischzeit und damit auch die Ruß-Einmischzeit verkürzt (Tabelle 5).

**Tabelle 4: Variation der Ruß-Einmischzeit bei den Naturkautschukvarianten**

	Gesamtmischzeit [min]	Ruß-Einmischzeit [min]
NR 1	5	3
NR 2	5	1

**Tabelle 5: Variation der Ruß-Einmischzeit bei den EPDM-Varianten**

	Gesamtmischzeit [min]	Ruß-Einmischzeit [min]
EPDM 1	5	4,5
EPDM 2	1,85	1,35

### **Strainern bzw. Sieben von EPDM**

Ziel der Mischzeitvariation war, das Vorkommen von großen Fehlstellenpartikeln in den Materialien zu steigern. Zur Klärung der Frage, inwieweit sich das bruchmechanische Verhalten einer Mischung ändert, wenn große Fehlstellen direkt aus einer Mischung entfernt werden, wurde eine weitere Materialserie erstellt. Basierend auf der bereits angegebenen EPDM-Rezeptur erfolgte die Fertigung einer Mischung (Gesamtmischzeit 1,85 min), welche nach dem Mischprozess in zwei gleich große Teile unterteilt wurde. Die erste Hälfte dieser Mischung wurde als ungestrainertes Referenzmaterial behalten. Die zweite Hälfte wurde anschließend an den Mischprozess unter hohem Druck durch ein Sieb der Maschenweite 80 µm x 80 µm gepresst (Tabelle 6) um große Fehlstellen aus der Mischung zu entnehmen.

**Tabelle 6: Materialerzeugung der Strainer-Serie**

	<b>Gesamtmischzeit [min]</b>	<b>Strainern [µm]</b>
EPDM SR	1,85	-
EPDM S80	1,85	80 x 80

## Variation der Füllstoffstruktur und des Vernetzungssystems

Zur Bestimmung des Einflusses der Füllstoffstruktur wurde die Rezeptur der HNBR 1-Variante dahingehend verändert, dass der Ruß N347 durch den weniger strukturierten Rußtyp N326 ersetzt wurde (Tabelle 7). Sämtliche anderen Mischungsbestandteile sowie das Herstellungsverfahren blieben gleich. Durch diese Maßnahme soll ermittelt werden, in wie weit sich der geänderte Verstärkungsmechanismus auf den Risswiderstand sowie die Prüfkörperlebensdauer auswirkt. Zudem wurde eine peroxidisch vernetzte Materialvariante erzeugt, mit Hilfe derer überprüft werden sollte, wie sich eine Änderung des Vernetzungsmechanismus und daraus folgend der Art der Netzknoten auf die dynamische Risswachstumsrate auswirkt.

Tabelle 7: Variation der HNBR Mischung in Bezug auf Füllstoffstruktur und Vernetzungsart

HNBR 1		HNBR 2		HNBR 3	
Komponente	phr	Komponente	phr	Komponente	phr
HNBR	100	HNBR	100	HNBR	100
N347	50	<b>N326</b>	<b>50</b>	N347	50
Öl	10	Öl	10	Öl	10
6PPD	1	6PPD	1	TMQ	1
TMQ	1	TMQ	1	ZnO	3
ZnO	3	ZnO	3	Stearinsäure	1
Stearinsäure	1	Stearinsäure	1		
Vernetzungssystem					
Schwefel	1	Schwefel	1	<b>Peroxid</b>	<b>2</b>
TMTD	3,5	TMTD	3,5	<b>TAIC</b>	<b>2</b>
CBS	1	CBS	1		

## 3.2 Verwendete Prüfmethoden

Direkt an die Vulkanisation schlossen sich die Untersuchungen zu Fehlstellencharakteristik, bruchmechanischen Eigenschaften sowie dynamischer Lebensdauer an. Anhand der Ergebnisse sollen die Einflüsse der Materialkomponenten und des Herstellungsprozesses auf die Lebensdauer ausgearbeitet werden.

### 3.2.1 Charakterisierung von Zugfestigkeit, Materialhärte und Rückprallelastizität

Für eine erste Vulkanisat-Charakterisierung wurden standardisierte Messverfahren verwendet. Das quasistatische Spannungs-Dehnungs-Verhalten wurde nach der Norm ISO 37/ DIN 53504 an einer Zwick 1445 Universal-Testmaschine mit einer Messstatistik von mindestens 10 S2-Prüfkörpern je Material bei einer Messgeschwindigkeit von 200 mm/min durchgeführt. Zur Ermittlung der Materialhärte nach Shore A (DIN ISO 7614) wurde ein Zwick Digitest Gerät verwendet. Die Rückprallelastizität nach ISO 4662/ DIN 53512 wurde an einem Franck 23267 Prüfgerät gemessen. Den resultierenden Härte- und Rückprallwerten lag eine Messstatistik von 5 Einzelmessungen zugrunde.

### 3.2.2 Messung der dynamischen Risswachstumseigenschaften

Die dynamischen Risswachstumsuntersuchungen wurden mit einem „Tear-Analyzer“ der Firma Coesfeld GmbH & Co. KG durchgeführt (Abbildung 25) [73, 74]. Diese Maschine ermöglicht es, parallel das Risswachstum von 10 Single-Edge-Notched (SEN) Prüfkörpern (15 mm x 1,5 mm x 65 mm, Abbildung 26) bei einer vorgegebenen zyklisch-dynamischen Deformation zu messen.

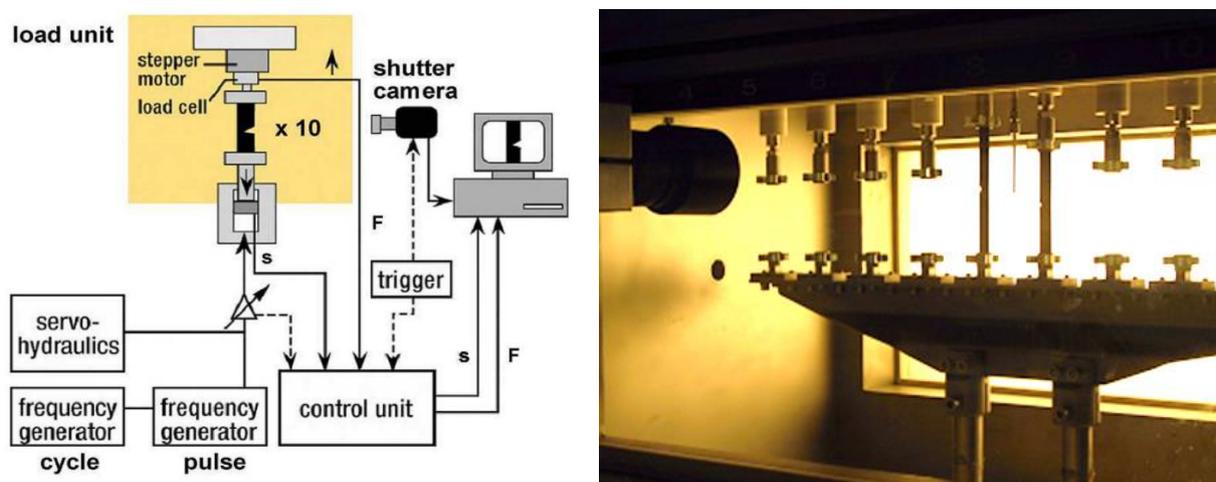
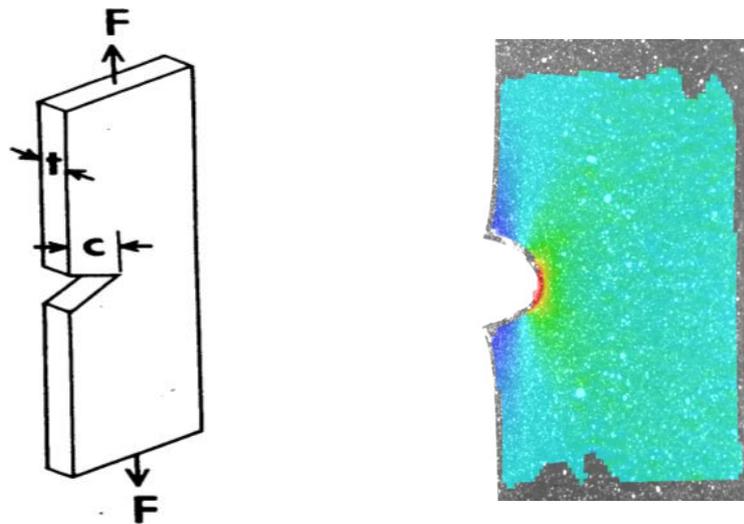


Abbildung 25: Prinzipieller Aufbau des Tear-Analyser [73]

Alle 10 Prüfkörper sind über ihre Probenaufnahme mit einer gemeinsamen, beweglichen Traverse verbunden, welche zyklisch eine konstante Deformationsamplitude erzeugt. Die Probenaufnahme jedes einzelnen SEN-Prüfkörpers ist mit einer eigenen Kraftmessdose und einem Schrittmotor ausgestattet. Eine jede Kraftmessdose detektiert die zur Probendeformation nötige Kraft, während der Schrittmotor den Prüfkörper während des gesamten Versuchsablaufs unter konstanter Vorspannkraft (2 Newton) hält, um ein „Schlackern“ und Ausbauchen des Streifenprüfkörpers während des zyklischen Deformationsprozesses zu verhindern.



**Abbildung 26: Geometrie eines SEN-Prüfkörpers (links) [73] und sich einstellende lokale Prüfkörperdeformation bei aufgebrachter Verformung (rechts)**

Vor dem eigentlichen Versuchsbeginn werden die Proben durch einen Rasierklingschnitt mit einem Anfangsriß versehen, dessen Länge zwischen 0,8 mm und 1,2 mm schwanken kann. Bei zyklischer Deformation wächst dieser Riss senkrecht zur Lastebene durch den Prüfkörper. Dabei stellt sich ein typisches Deformationsbild ein. Durch den scharfen Einschnitt in die Probe bildet sich an der Rissspitze eine Spannungsüberhöhung, die Aufgrund der geringen Härte des Materials zu teils sehr hohen lokalen Dehnungen führt. Die Rissspitze rundet dadurch aus. Die durch die fortschreitende Deformation hervorgerufene Änderung der Risslänge wird kontinuierlich von einem Kamerasystem erfasst und der so detektierte Rissfortschritt den aufgetragenen Deformationszyklen zugeordnet. Für die Untersuchungen wurde eine pulsförmige Belastung mit einer Pulsdauer von 50 ms und einer Wiederholungsfrequenz von 10 Hz gewählt. Der Bereich der verwendeten Deformationsamplituden wurde individuell auf den jeweiligen Werkstoff angepasst und lag zwischen 5 % und 40 % Deformation, bezogen auf die nominelle Probenausgangslänge.

Durch die so detektierten Messdaten und einen anschließenden maschineninternen Evaluationsprozess können von dem „Tear-Analyzer“ folgende Daten nach Versuchsende ausgegeben werden:

- Lastzyklenzahl
- Prüfkörperspannung
- Prüfkörperdehnung
- Energiedichte
- Risslänge

Für jede Deformationsstufe wurde eine Messstatistik von mindestens 3 Prüfkörpern desselben Materialtyps vorgegeben, aus der die Mittelwerte der bruchmechanisch relevanten Größen bestimmt wurden.

Die Arbeiten von Lake und Gent [49, 50] liefern eine einfache Formulierung, mit der es möglich ist, aus den ermittelten Versuchsdaten den risswachstumserzeugenden Energiebetrag  $T$  für den SEN-Prüfkörper zu bestimmen. Dabei wird die vereinfachende Annahme getroffen, dass die über das Kraft-Verformungs-Diagramm bestimmte elastische Energie komplett für den Rissfortschritt aufgewandt wird.

$$T = 2kW_{el}c \quad (8)$$

$$k = \frac{\pi}{(1 + \varepsilon)^{0.5}} \quad (9)$$

mit

$T$ : Rissenergie,  $\varepsilon$ : Deformationszustand,  $W_{el}$ : elast. Energiedichte,  $c$ : aktuelle Risslänge

### 3.2.3 Messung der Partikelhäufigkeit mittels Computertomographie

Die Beschreibung der materialspezifischen Partikelgrößenverteilung erfordert zunächst eine geeignete messtechnische Erfassungsmöglichkeit. Hier wurde zur Charakterisierung der internen Materialstruktur ein hochauflösender, dreidimensional arbeitender Computertomograph verwendet. Diese Methode besitzt gegenüber schnittflächencharakterisierenden lichtmikroskopischen Verfahren den Vorteil, dass das ausgewertete Messvolumen und damit die Messstatistik deutlich größer und damit repräsentativer ist. Da die Computertomographie zerstörungsfrei arbeitet, konnten die Messungen direkt an Hantelprüfkörpern durchgeführt werden, die später in den Lebensdauer-Experimenten zum Einsatz kamen. Zur Materialcharakterisierung wurden mindestens 5

Prüfkörper je Material vermessen (entspricht einem Materialvolumen von  $5 \times 5000 \text{ mm}^3 = 25.000 \text{ mm}^3$ ).

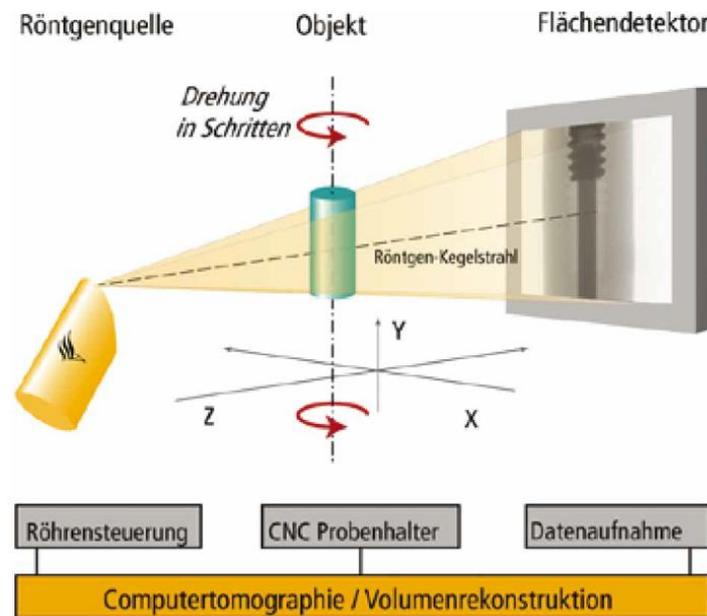


Abbildung 27: Prinzipieller Aufbau des Computer-Tomographen [75]

Der grundlegende Aufbau dieser Methode ist in Abbildung 27 dargestellt. Die Probe wird zwischen Röntgenquelle und Flächendetektor gebracht. Die aus der Röntgenquelle emittierten Strahlen durchdringen die Probe und treffen auf den Detektor. Die Intensität der ankommenden Strahlen wird durch die Kernladungszahl und die Dichte des Probenbereichs bestimmt, den diese auf ihrem Weg zum Detektor durchdringen müssen. So entsteht eine zweidimensionale Projektion des gesamten Prüfkörpervolumens in unterschiedlichen Helligkeitswerten oder Graustufen. Anschließend rotiert die Probe schrittweise im Strahlengang, während der Detektor das projizierte Probenabbild in Abhängigkeit der jeweiligen Drehwinkelposition erfasst. Durch einen nachgelagerten Auswerteprozess wird anschließend das Volumen des Prüfkörpers aus den zweidimensionalen Abbildungen rekonstruiert. Man erhält ein dreidimensionales Modell, welches auch die Informationen aus dem Prüfkörperinneren enthält.

Feststoffpartikel, die im Material vorliegen, wie undispergierte Füllstoffagglomerate oder Zinkoxide, besitzen eine andere Dichte als die sie umgebende Elastomermatrix und werden dadurch detektierbar. Folglich kann deren Auftreten durch eine Grautonvariation kontrastiert werden (Abbildung 28). Die erkannten Partikel werden ausgezählt und ihr Volumen ausgewertet. Durch eine vereinfachende Annahme von rein sphärischen Partikeln werden aus den erkannten Volumina äquivalente Partikeldurchmesser errechnet, nach deren Größe die

Partikel in Klassen eingeteilt werden. Auf diese Weise wird eine materialabhängige Fehlstellengrößen-Häufigkeitsverteilung ermittelt. Zur Vergleichbarkeit von Messreihen mit unterschiedlicher Prüfkörperanzahl wurden die detektierten Partikelhäufigkeiten auf das ausgewertete Probenvolumen bezogen.

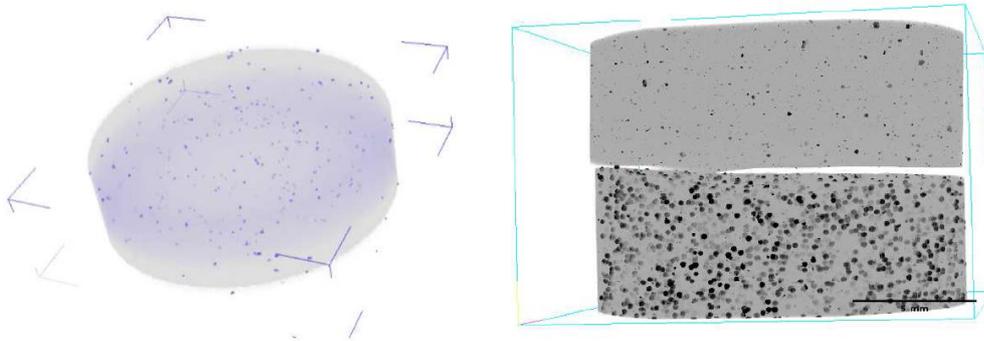


Abbildung 28: Dreidimensionale Rekonstruktion von gefüllten Elastomeren [76]

Die Auflösung der Messungen wird bestimmt durch die Größe des Probenabbilds auf dem Detektor und folgt den Gesetzen der Strahlenoptik (Abbildung 29). Der Vergrößerungsfaktor  $V_{CT}$  ist der Quotient aus den Abständen  $FDA$  von Detektor zu Quelle und  $FOA$  von Objekt zu Quelle

$$V_{CT} = FDA / FOA \quad (10)$$

Mit der Detektorpixelbreite  $P$  folgt für die lineare Objektauflösung  $A_{CT}$ :

$$A_{CT} = P \cdot V_{CT} \quad (11)$$

Verschiebt man nur die Probe in Richtung Röntgenquelle, erhöht sich die Vergrößerung und damit die Objektauflösung. Da bei diesem Vorgang darauf zu achten ist, dass sich immer das gesamte Probenvolumen in jeder möglichen Drehwinkelposition im Strahlengang befindet, ist die maximal anwendbare Auflösung durch die Probengeometrie bestimmt. Für die verwendeten Hantelprüfkörper ergibt sich so eine Auflösungsgrenze von 15  $\mu\text{m}$ .

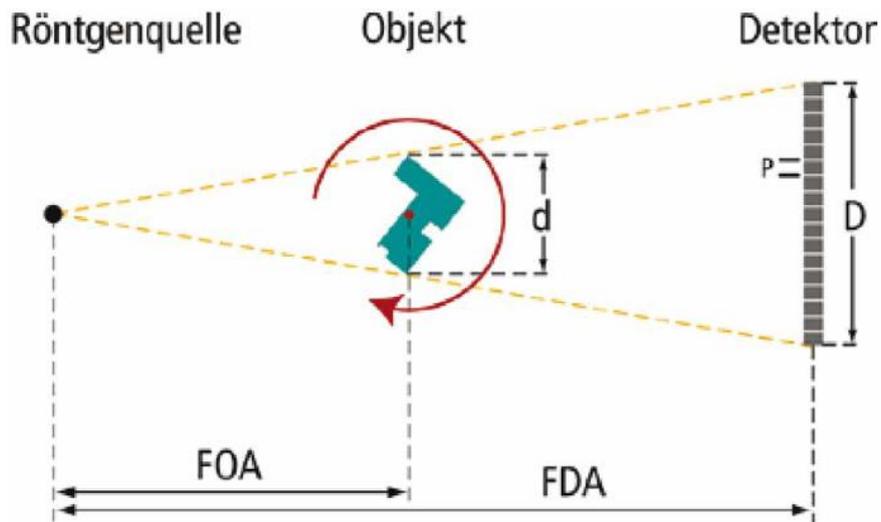


Abbildung 29: Rotation der CT-Probe im Strahlengang [75]

### 3.2.4 Lebensdauerexperimente an Hantelprüfkörpern

Zur Ermittlung von Lebensdauerkenntdaten fanden dynamische Experimente an Hantelprüfkörpern an einem servohydraulischen Prüfsystem der Firma MTS statt (Abbildung 30).

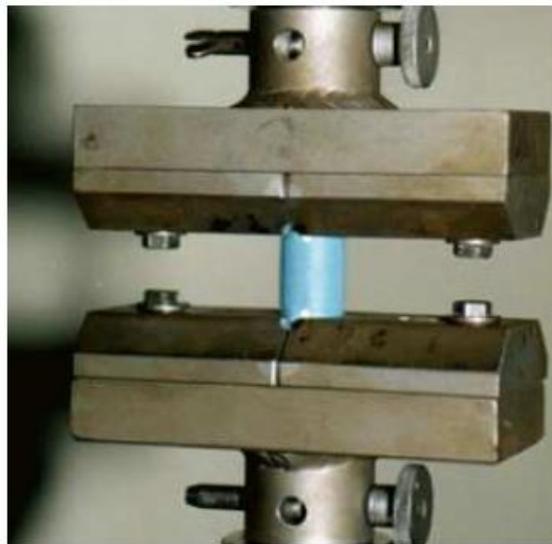


Abbildung 30: Hantelprobenaufnahme der verwendeten Prüfmaschine

Gemessen wurde die ertragbare Lastzyklenzahl bis zum kompletten Prüfkörperbruch bei einer sinusförmigen Zug-Belastung in Kraftsteuerung. Dabei wurde darauf geachtet, dass stets eine minimale Kraft von 0 Newton eingehalten wurde (schwellender Belastungsfall). Dies wurde für unterschiedliche Lastamplituden durchgeführt. Die Messfrequenz betrug für alle durchgeführten Versuche 1 Hz, um ein übermäßiges Erhitzen der Prüfkörper durch

Eigenerwärmung während der Versuche zu vermeiden (siehe Kapitel 4.5). Dadurch konnte ein vermuteter Einfluss auf die Prüfkörperlebensdauer geringgehalten werden. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit werden die verwendeten Lastfälle unter Angabe der vorgegebenen Mittellast in Kombination mit der Lastamplitude angegeben (Abbildung 31). Zur Erstellung von Lebensdauererkennlinien (Wöhler-Linien) wird die jeweils erzeugte Maximalspannung (maximal aufgewendete Zugkraft, bezogen auf den undeformierten Prüfkörperquerschnitt) über die ertragbaren Lastzyklenzahlen in einem gemeinsamen Diagramm dargestellt.

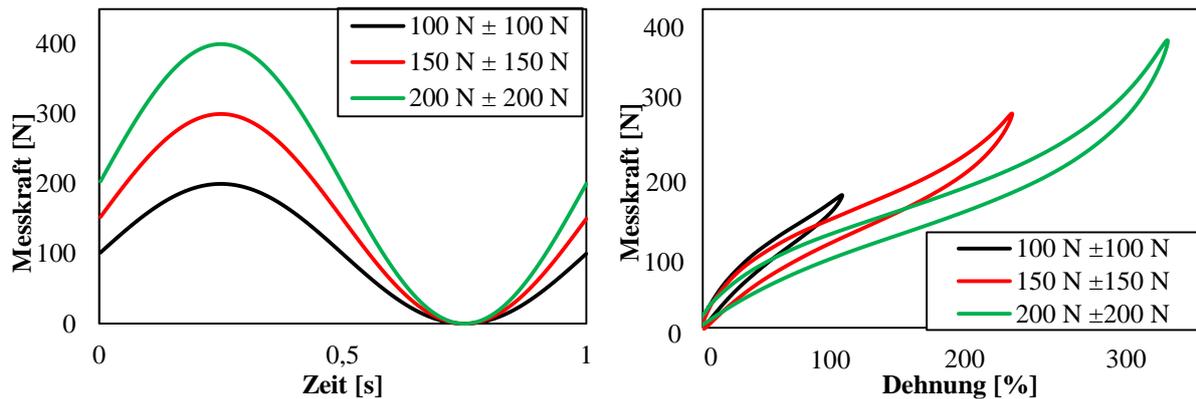


Abbildung 31: In den Lebensdauerexperimenten verwendete schwelende Lastfälle (links) und die hervorgerufene Materialantwort (rechts)

Zur Absicherung der Lebensdauererkennlinie durch eine ausreichende Messstatistik wurde die Lebensdauer zu mindestens drei Prüfkörpern pro Laststufe ermittelt. Über die gesamte Versuchsdauer wurden kontinuierlich die auf die Probe einwirkenden Kräfte und die hervorgerufenen Verformungen aufgenommen, so dass folgende Werte in Abhängigkeit der Zyklenzahl ermittelt werden konnten:

- Spannung (Technische Spannung)
- Prüfkörperdehnung
- Dynamische Steifigkeit
- Elastizitätsmodul (linear ermittelt)
- Verlustwinkel
- Totale Energie
- Elastische Energie
- Dissipierte Energie

Die Lebensdauerexperimente wurden an verschiedenen Prüfkörpergeometrien durchgeführt, deren Gestalt und Verwendungszweck im Folgenden kurz vorgestellt werden sollen (Abbildung 32). Um das Lebensdauerverhalten der Materialien zu charakterisieren, sollte der

Standard-Hantelprüfkörper Typ 1 verwendet werden. Dieser ist so gestaltet, dass sich zwischen den beiden Einspannenden bei einer Belastung in Zugrichtung ein nahezu homogener Deformationszustand im beanspruchten Prüfvolumen einstellt. Die Hantelprüfkörper vom Typ 2 und Typ 3 sind auf dieselbe Weise gestaltet, nur, dass hier schrittweise der Durchmesser im Prüfbereich verringert wurde, um untersuchen zu können, wie sich eine Reduktion des Prüfkörpervolumens auf die Lebensdauer auswirkt.

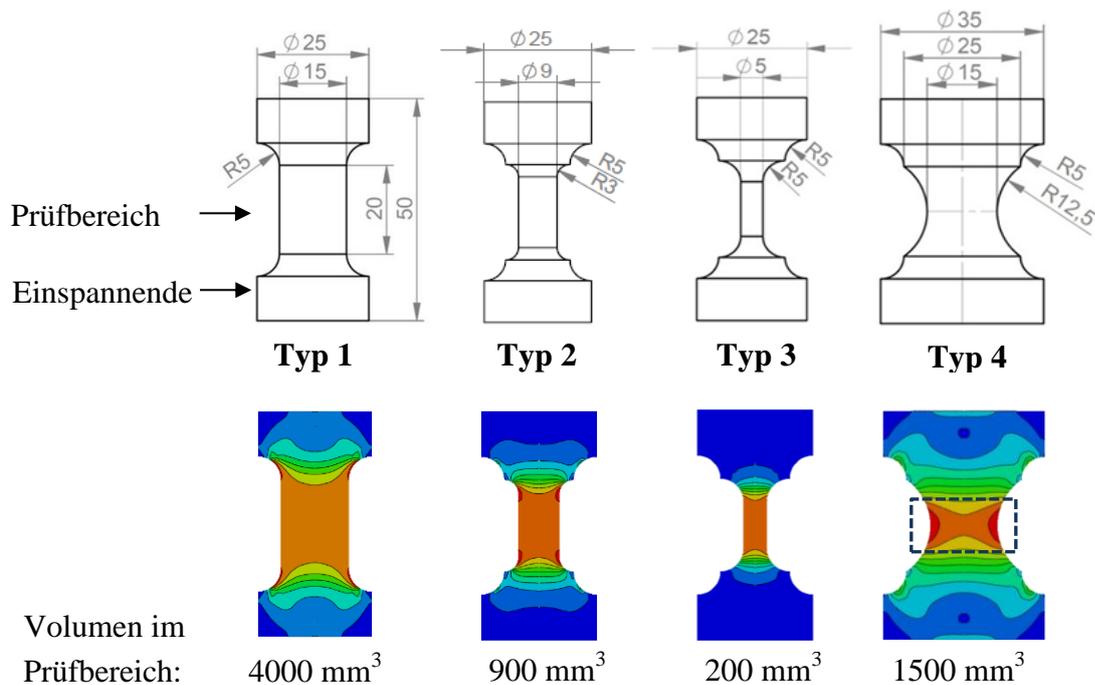


Abbildung 32: Prüfkörpergeometrie und Deformation des Prüfkörperquerschnitts bei einer Zugbelastung [Simulationsergebnisse zur Verfügung gestellt von M. El Yaagoubi/DIK]

Der Prüfkörper Typ 4 ist einem Materialpuffer oder Dämpfungselement nachempfunden und speziell dazu konzipiert worden, das Lebensdauerverhalten von technischen Elastomerteilen zu simulieren. Diese sind meist nicht homogen deformierend, sondern weisen aufgrund ihrer äußeren Geometrie stärker und schwächer belastete Bereiche auf. Am Prüfkörper Typ 4 soll daher überprüft werden, wie sich ein inhomogener Deformationszustand auf die Lebensdauer des Elastomerteils auswirkt. Gegenüber dem Hantelprüfkörper Typ 1 verfügt der Prüfkörper Typ 4 über ein deutlich gesteigertes Volumen. Durch den zusätzlich angebrachten Radius an der Prüfkörperseite besitzt das Deformationsfeld bei Zugbelastung jedoch eine inhomogene, komplexe Gestalt, mit einem lediglich sehr kleinen, hoch deformierten Bereich in der Mitte des Prüfkörpers.

### 3.2.5 Ermittlung der Eigenerwärmung von Hantelprüfkörpern

Während der Lebensdauerexperimente wurde mittels Thermographie der Erwärmungsprozess der Hantelprüfkörper bei zyklischer Belastung gemessen. Dazu wurde eine Wärmebildkamera vor den Lebensdauerprüfkörpern positioniert, durch die die von den Prüfkörpern ausgehende Infrarotstrahlung eingefangen wurde. Während der Lebensdauerexperimente erwärmte sich der Prüfkörper (Abbildung 33).

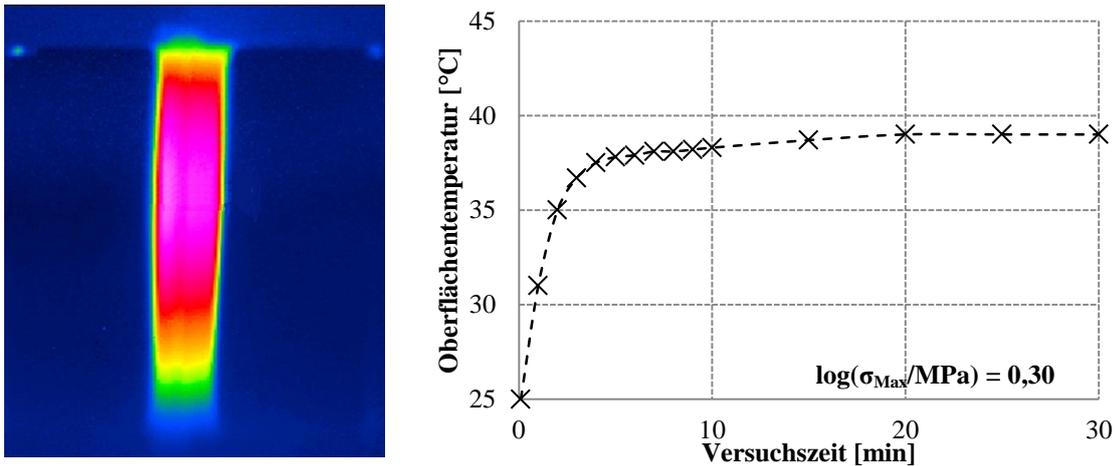


Abbildung 33: Mittels Thermographie ermittelte Erwärmung des Prüfkörpers Typ 1 während einer zyklischen Belastung (Material: EPDM 1)

Ursache für die Prüfkörpererwärmung ist die Energiedissipation während der zyklischen Beanspruchung (siehe dazu Kapitel 2.3.1 und Kapitel 3.2.4). Die dissipierte Energie  $W_{diss}$  ist der freiwerdenden Wärmemenge  $Q = \dot{f}dV$  im Prüfkörpervolumen  $V$  gleichzusetzen und wird teilweise in innere Energie überführt ( $dU$ ) und teilweise durch Konvektion ( $\dot{q}dA_{OF}$ ) an der Prüfkörperoberfläche  $A_{OF}$  an die Umgebung abgegeben [77, 78, 79].

$$\dot{f}dV = dU + \dot{q}dA_{OF} \quad (12)$$

Die zeitliche Änderung der Prüfkörpertemperatur  $\frac{\partial \vartheta}{\partial t}$  ergibt sich nach dem 1. Hauptsatz der Thermodynamik durch die Änderung der inneren Energie  $dU$ :

$$dU = c_p \rho \frac{\partial \vartheta}{\partial t} dV \quad (13)$$

mit

$c_p$ : Wärmekapazität,  $\rho$ : Materialdichte

Nach Versuchsbeginn wurde in festen Zeitintervallen (jede Minute innerhalb der ersten 10 Minuten, danach alle 5 Minuten) die Oberflächentemperatur des Prüfkörpers ermittelt und so der Erwärmungsprozess dokumentiert. Die Temperaturaufzeichnung endete bei Erreichen eines stabilen Temperaturniveaus (siehe Abbildung 33), bei der ein Gleichgewicht zwischen der im Prüfkörperinneren freigesetzten und der durch Konvektion abtransportierten Wärmemenge besteht.

Neben der Messung der Prüfkörpererwärmung über die Oberflächentemperatur wurden zusätzlich Untersuchungen zur Ermittlung der inneren Prüfkörpertemperatur durchgeführt. Diese kann aufgrund des Wärmeabtransports durch Konvektion über dem Temperaturniveau der Oberfläche liegen. Zur Ermittlung wurden einzelne Prüfkörper zu bestimmten Versuchszeitpunkten senkrecht zur Belastungsrichtung zerschnitten. Durch parallele Aufzeichnung des Zerschneideprozesses durch die Wärmebildkamera konnten so Temperaturprofile in den Hantelquerschnitten der Prüfkörper gemessen werden (siehe Abbildung 34).

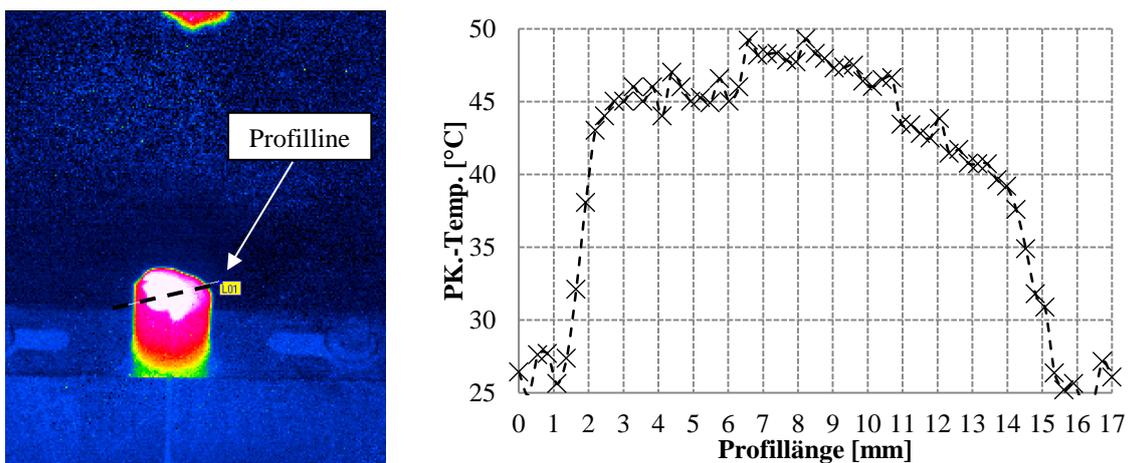


Abbildung 34: Temperaturprofil über den Prüfkörperquerschnitt einer zerschnittenen Hantel bei einer Versuchszeit von 15 min (Material: EPDM 1)

## **4 Ergebnisse und Diskussion**

Im folgenden Kapitel werden die experimentellen Ergebnisse der Untersuchungen an den auf den Rezepturen in Kapitel 3.1.3 beruhenden Vulkanisaten dargestellt und diskutiert. Den Ausgangspunkt bildet dabei die Charakterisierung der vier Grundwerkstoffe EPDM 1, HNBR 1, NR 1, SBR in Kapitel 4.1. Wie im vorhergegangenen Kapitel beschrieben, wurden an diesen vier Werkstofftypen gezielte Veränderungen in der Werkstoffzusammensetzung und bei dem Herstellungsverfahren vorgenommen. Wie sich diese Variationen auf das Eigenschaftsprofil auswirken, soll durch den Vergleich mit den Materialeigenschaften des dazugehörigen Grundwerkstoffs erfolgen. In Kapitel 4.2 und Kapitel 4.3 ist am Beispiel der Materialien EPDM 1 und NR 1 dargestellt, wie eine Veränderung im Mischprozess, beziehungsweise ein nachgelagerter Strainerprozess, die Werkstoffeigenschaften, insbesondere die Dispersion und damit verbunden das Fehlstellenvorkommen, beeinflusst. Die Auswirkungen auf die bruchmechanischen Eigenschaften bei einer Änderung in der Zusammensetzung sollen am Beispiel des HNBR 1 in Kapitel 4.4 diskutiert werden. Abschließend wird in Kapitel 4.5 gezeigt, inwieweit das Ausfallverhalten von Elastomerteilen von der äußeren Prüfkörpergeometrie bestimmt wird.

### **4.1 Experimentelle Untersuchungen an den vier Grundwerkstoffen**

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der physikalisch technischen Standarduntersuchungen, der CT-Untersuchungen und der bruchmechanischen Charakterisierung der vier Grundwerkstoffe (EPDM 1, HNBR 1, NR 1, SBR) dargestellt, welche in Bezug auf ihre Polymerkettenstruktur sowie damit verbunden ihre Polymer-Füllstoff-Wechselwirkungen und Verarbeitungscharakteristiken große Unterschiede aufweisen (siehe dazu auch Kapitel 3.1.3, Tabelle 2 und 3) und die Grundlage für die später folgenden Werkstoffvariationen darstellen.

#### **Quasistatische Charakterisierung**

Die sich aufgrund der verschiedenen Mischungszusammensetzungen einstellenden Unterschiede in den Materialeigenschaften der vier Werkstoffe wurden anhand des quasistatischen Zug-Dehnungs-Verhaltens (Abbildung 35) sowie der Materialhärte und des Rückprallverhaltens (Tabelle 8) ermittelt.

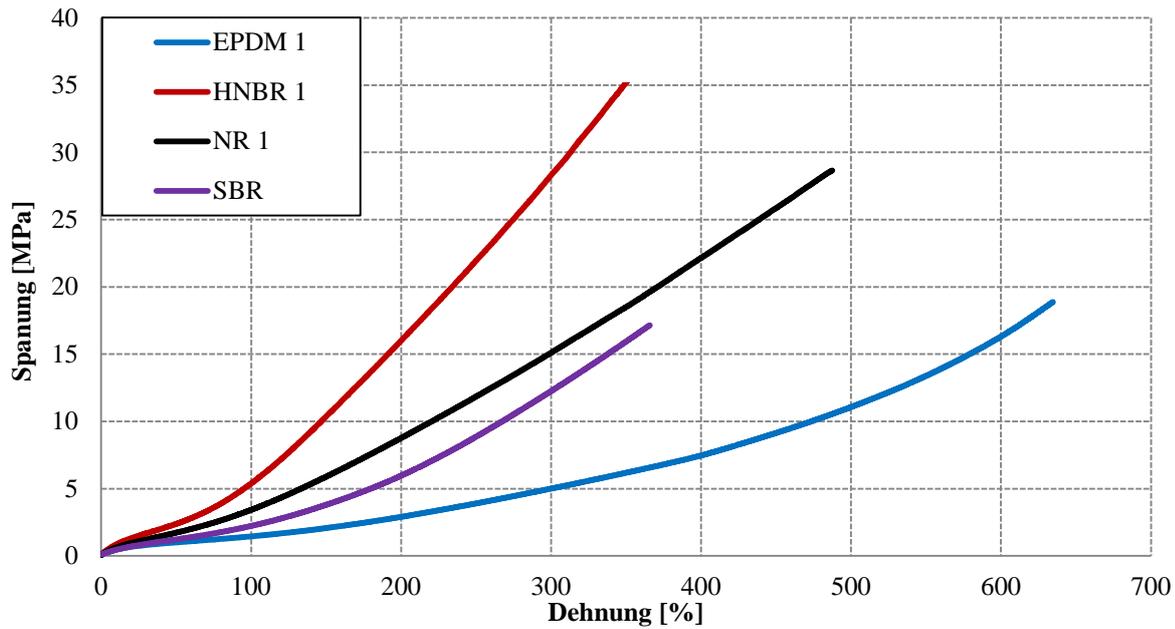


Abbildung 35: Zug-Dehnungskurven der vier Grundwerkstoffe

Tabelle 8: Zusammenfassung der quasistatischen Untersuchungen der vier Grundwerkstoffe

		EPDM 1		HNBR 1		NR 1		SBR	
		$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]	$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]	$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]	$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]
Zugversuch	Mittelwert	19,7	650,4	34,6	344,0	27,4	488,5	17,3	375,6
	St. Abw.	1,9	27,2	1,7	8,0	0,7	12,2	2,0	26,7
	Shore-A Härte	57,1		74,0		66,8		59,9	
Rückprall- elastizität [%]	St. Abw.	0,6		0,3		0,6		0,3	
	Mittelwert	50,0		41,6		50,6		69,4	
	St. Abw.	0,2		0,4		0,2		0,9	

Die ermittelte Bruchspannung des HNBR-Werkstoffs ist mit 34,6 MPa deutlich höher als die der anderen Materialien. Ebenfalls weist der HNBR-Werkstoff die höchste Shore-A Härte auf. Das HNBR-Polymer besitzt folglich eine hohe Festigkeit und geht starke Wechselwirkungen mit dem verwendeten Füllstoff ein. Im Vergleich verfügt der NR-Werkstoff über geringere Bruchspannungs- und Härtewerte (27,4 MPa und 66,8 Shore-A), besitzt aber mit 488,5 % eine wesentlich höhere Bruchdehnung. Grund dafür muss eine höhere Polymerkettenbeweglichkeit sein. Das EPDM 1 besitzt mit einer Bruchdehnung von 650,4 %

mit Abstand die größte Bruchdehnung und mit einem Shore-A Wert von 57,1 die geringste Materialhärte. Verantwortlich dafür ist die hohe Menge an Weichmacheröl (40 % Gewichtsanteil), die dieser Mischung zugegeben wurde und die Kettenbeweglichkeit deutlich steigert.

Der SBR-Werkstoff besitzt von allen Materialien die geringste Bruchspannung, weist dafür jedoch auch die mittels der Rückprallelastizität bezifferte geringste interne Dämpfung auf.

### Computertomographische Untersuchungen

In Abbildung 36 sind die mittels CT gemessenen Partikel- bzw. Fehlstellenhäufigkeiten bezogen auf das ausgewertete Messvolumen dargestellt. Den Messergebnissen zugrunde liegt eine Messstatistik von 10 Hantelprüfkörpern (entspricht etwa 50.000 mm<sup>3</sup> Material) im Falle der EPDM-, der NR- und der HNBR-Mischung sowie 5 Hantelprüfkörpern im Falle der SBR-Mischung (25.000 mm<sup>3</sup>).

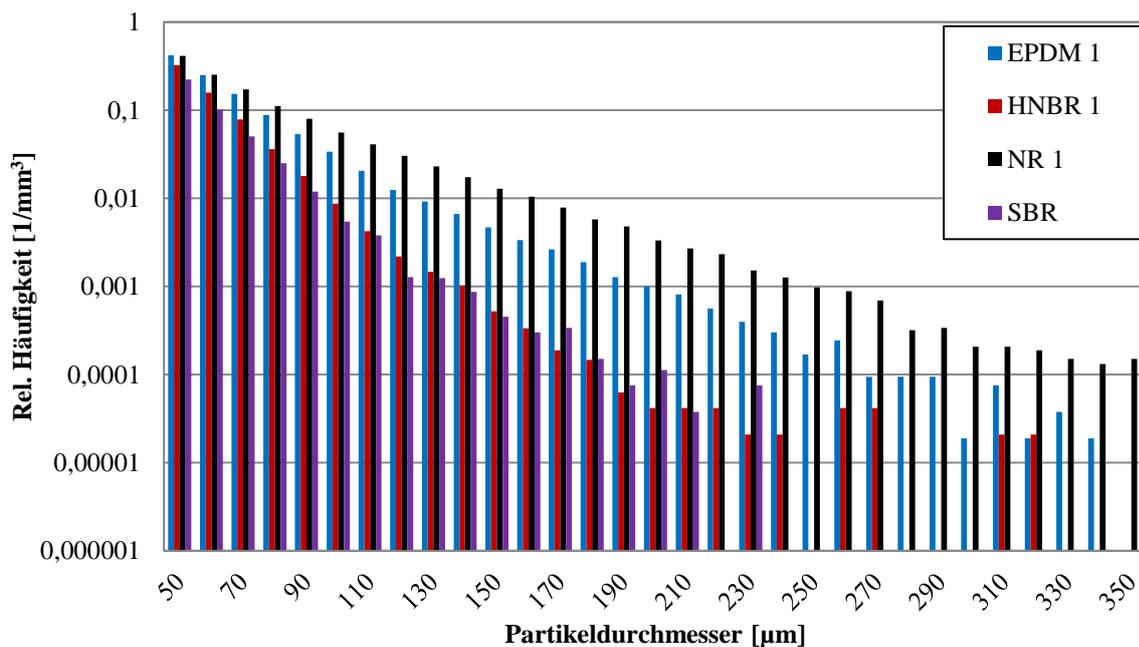


Abbildung 36: Ermittelte Partikelhäufigkeiten der vier Grundwerkstoffe normiert auf das ausgewertete Messvolumen (Skala zu Darstellungszwecken bei 350 µm abgeschnitten, vollständige Ergebnisse im Anhang)

In allen Materialien wurden undispergierte Partikel mit einem Durchmesser zwischen 50 µm und mindestens 350 µm gefunden. Die Häufigkeit des Auftretens von Partikeln zwischen 100 µm und 350 µm ist im Falle der HNBR- und der SBR-Variante deutlich niedriger als bei den anderen beiden Materialvarianten.

Die in den quasistatischen Untersuchungen schon festgestellte hohe Wechselwirkung zwischen Polymer und Füllstoff zeigt sich auch in den ausgesprochen guten

Verarbeitungseigenschaften des HNBR-Werkstoffs. Dieses hatte mit 2,5 min die kürzeste Einmischzeit aller Materialien, besitzt aber die höchste Dispersionsgüte.

Die sehr gute Füllstoffdispersion ist bei der SBR-Mischung durch die aufgrund des Silanisierungsprozesses sehr langen Füllstoffeinmischzeit von 13 min zu erklären. Die Werkstoffe EPDM 1 und NR 1 weisen das höchste Fehlstellenvorkommen aus.

## Risswachstumsuntersuchungen

In Abbildung 37 sind die Ergebnisse aus den Risswachstumsuntersuchungen zusammenfassend dargestellt. Im untersuchten Deformationsbereich zeigt sich in der doppelt logarithmischen Auftragung ein linearer Zusammenhang zwischen der Risswachstumsrate und der dafür benötigten Rissenergie.

Obwohl drei der vier Materialien mit demselben Füllstofftyp verstärkt sind, unterscheiden sich die Risswachstumskurven aller 4 Materialien sowohl in der Lage zueinander als auch in ihrer Steigung. Das Material EPDM 1 besitzt bei hohen Rissenergiebeträgen die höchsten Risswachstumsraten. Bei sehr geringen Prüfkörperdeformationen (Bereiche niedriger Rissenergie) ist ein Abfall der Risswachstumsrate zu beobachten, dessen Einfluss in Kapitel 5.3.1 gesondert diskutiert wird. Die Risswachstumskurve der SBR-Variante besitzt eine annähernd gleiche Steigung wie der EPDM-Werkstoff, liegt aber bei niedrigeren Werten. Aufgrund ihrer hohen Festigkeiten, die schon in den Zugversuchen zu erkennen waren, weisen der HNBR- und der NR-Werkstoff die geringsten Risswachstumsraten auf. Besonders interessant ist, dass sich die Risswachstumskurven dieser Materialien kreuzen. Der Rissfortschritt des HNBR 1 ist bei geringeren Deformationsamplituden langsamer als der des NR 1. Bei größeren Verformungen liegt die Risswachstumsrate vom NR 1 unter der des HNBR 1. Dies ist durch die dehnungsinduzierte Kristallisation zu erklären, die bei dem Naturkautschuk bei höheren Verformungen auftritt und das Risswachstum verlangsamt.

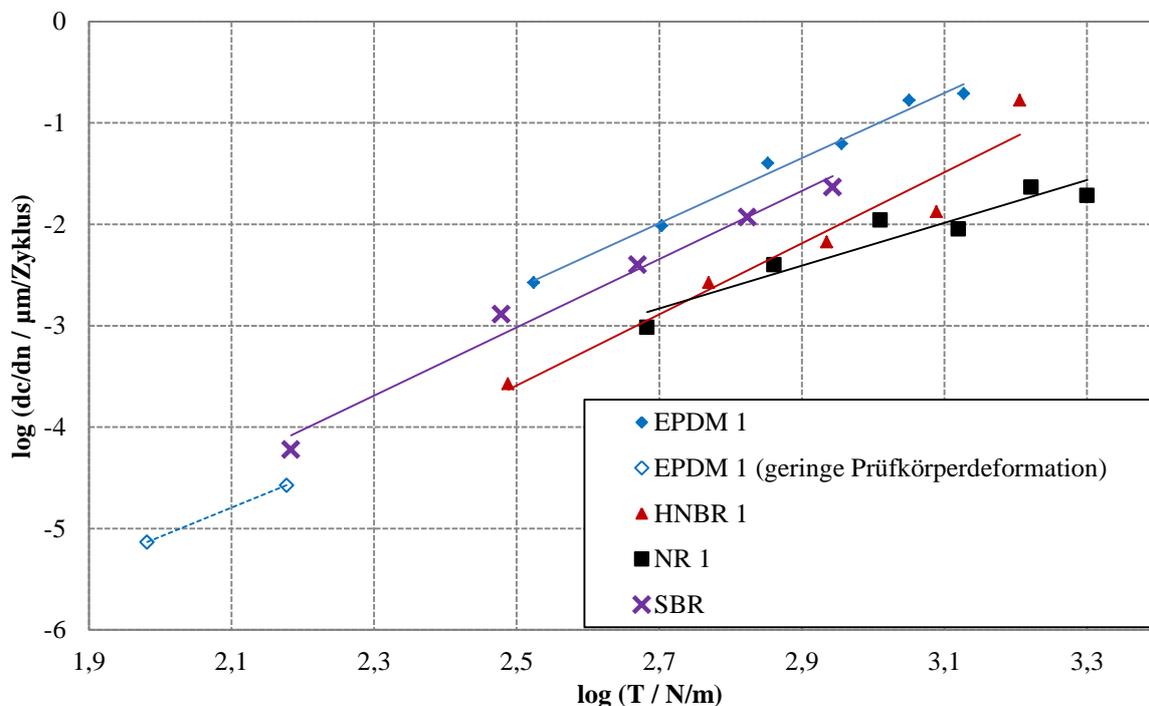


Abbildung 37: Risswachstumsrate der vier Grundwerkstoffe in Abhängigkeit der Rissenergie T (offene Symbole wurden nicht für die später folgenden bruchmechanischen Berechnungen herangezogen)

## **Lebensdauerkennlinien an Hantelprüfkörpern**

Wie bereits gezeigt, besitzen die 4 Materialtypen große Unterschiede, sowohl in ihrer Füllstoffdispersion bzw. Partikelgrößenverteilung als auch in der Risswachstumscharakteristik. Für die Versuche an Hantelprüfkörpern gilt also, dass in den Materialien mit unterschiedlicher Häufigkeit verschieden große Anfangsrisse (Fehlstellenpartikel) zur Initiation führen, die dann mit unterschiedlicher Risswachstumsrate anwachsen, bis es zum Totalausfall kommt. So wird mit den Hantelexperimenten ermittelt, inwieweit Dispersion und Risswachstumsrate die Lebensdauer von dynamisch beanspruchten Elastomer-Teilen beeinflussen.

Die grundlegende Lebensdauercharakterisierung wurde mit der Standard-Hantel vom Typ 1 durchgeführt. In Abbildung 38 sind die mittleren erreichten Bruchlastzyklenzahlen in Abhängigkeit der maximalen Spannung, bezogen auf den Ausgangsquerschnitt der Hantelprobe, dargestellt. Der Mittelwertbildung liegen mindestens drei Prüfkörper pro Laststufe zugrunde.

Trotz großer Unterschiede in der Füllstoffdispersion bzw. Partikelgrößenverteilung scheint im Falle der vier Grundmischungen die Risswachstumsrate die entscheidende Größe bei der Lebensdauer der Hantelprüfkörper zu sein. Die Lage der Lebensdauerkennlinien zueinander korreliert in wesentlichen Zügen mit dem ermittelten Risswachstumsverhalten. Der SBR und der EPDM 1 besitzen die höchsten Risswachstumsraten. Die ertragbaren Lastzyklenzahlen der Hantelprüfkörper sind folglich am niedrigsten. Trotz der schlechten Dispersion ist die Lebensdauer der NR 1 Prüfkörper deutlich höher und auf einem ähnlichen Niveau wie die Lebensdauer der HNBR 1 Mixtur. Wie bei den Risswachstumskurven gefunden, kreuzen sich auch die Lebensdauerkennlinien von HNBR- und NR-Material. Da die Risswachstumsrate des HNBR bei kleinen Deformationen niedriger ist als bei dem NR, ist die bei geringen Lasten höhere Lebensdauer der HNBR-Hantelprüfkörper stimmig. Auch die für hohe Lasten ermittelte höhere Lebensdauer der NR-Hantelprüfkörper fügt sich ins Eigenschaftsbild.

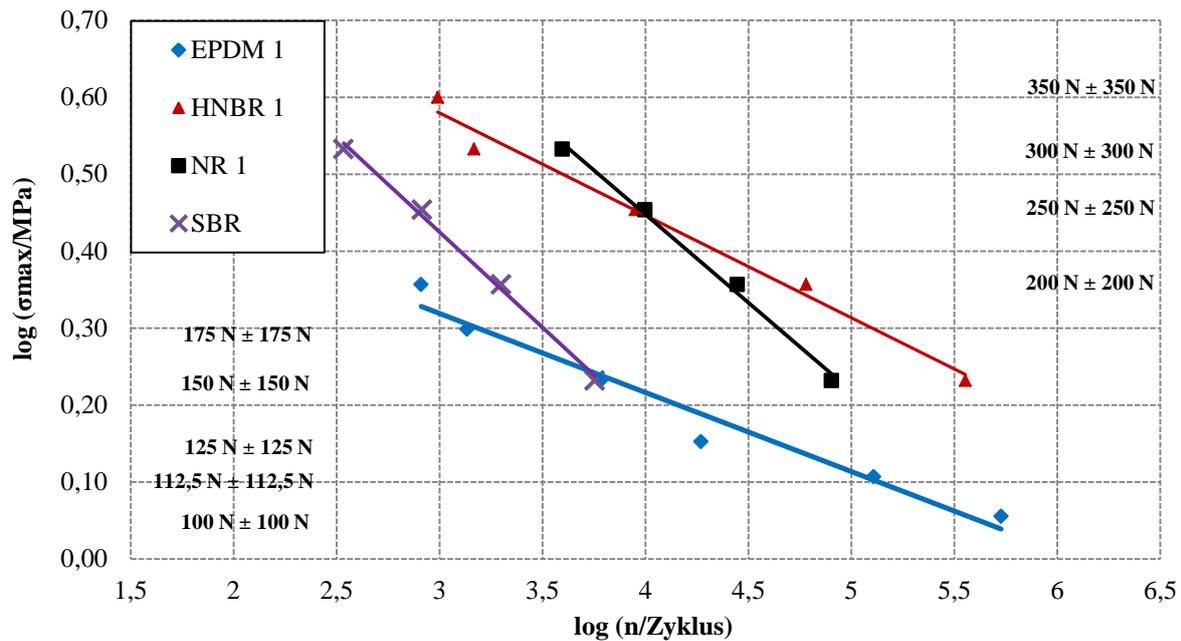


Abbildung 38: Mittlere Lebensdauer der vier Grundwerkstoffe, gemessen am Standard-Hantelprüfkörper Typ 1

Die durchgeführten Experimente zur Zugfestigkeit, der Partikelgrößenverteilung und der Risswachstumscharakteristik machen deutlich, dass sich die vier betrachteten Polymertypen immens in ihren Polymer-Füllstoff-Wechselwirkungen unterscheiden müssen. Wie gezeigt wurde, wirkt sich dies auf die Verarbeitung und damit einhergehend auch auf die physikalischen Eigenschaften der erzeugten Elastomere aus. Die Experimente an den Hantelproben zeigen, welchen großen Einfluss das Risswachstumsverhalten auf die Lebensdauer von Elastomerteilen besitzt. Der Einfluss der Dispersion auf die Prüfkörperlebensdauer kann anhand dieser Daten jedoch noch nicht abgeschätzt werden. Daher sind weitere Versuchsreihen nötig, um diesen Einfluss gezielt zu untersuchen, so wie im Folgenden dargestellt.

## 4.2 Variation der Ruß-Einmischzeit

Um den Einfluss der Dispersion auf die Lebensdauer zu untersuchen, wurden Variationen der auf EPDM und NR basierenden Mischungen angefertigt. Die Rezeptur blieb bei diesen erzeugten Materialien dieselbe, lediglich die Ruß-Einmischzeit wurde für die Werkstoffe EPDM 2 und NR 2 während der Herstellungsphase systematisch verkürzt. Zum Vorgehen beim Mischen wird hier erneut auf die Tabellen 4 und 5 verwiesen.

### Quasistatische Untersuchungen

Bei den quasistatischen Zugversuchen zeigt sich für die EPDM- und auch für die NR-Werkstoffe kein Unterschied im Verlauf der Zug-Dehnungskurven. Die Verstärkungswirkung des Rußes auf das jeweils eingesetzte Polymer ist somit identisch und wurde offensichtlich nicht durch die Unterschiede in den Mischprozessen beeinflusst. Die Härte- und Rückprallelastizitätsmessungen bestätigen diese Annahmen, da auch bei diesen Messungen keine signifikanten Unterschiede zwischen den jeweiligen Materialvarianten ausgemacht werden können (Abbildung 39 und Tabelle 9).

Auffällig ist allerdings, dass während der Zugversuche im Falle der EPDM-Materialien die Prüfkörper der kürzer gemischten Materialvariante systematisch früher ausfallen, was im Vergleich zu dem länger gemischten EPDM 1 zu einer Abnahme von Reißfestigkeit und Reißdehnung führt (EPDM 1:  $\sigma_{\text{Riss}}$ : 19,7 MPa;  $\epsilon_{\text{Riss}}$ : 650,4 EPDM 2:  $\sigma_{\text{Riss}}$ : 16,1 MPa;  $\epsilon_{\text{Riss}}$ : 563,8). Die Naturkautschukvarianten zeigen sehr ähnliche Werte in der Reißfestigkeit und der Reißdehnung, allerdings ist ein deutlicher Anstieg in der Messwertstreuung (um den Faktor 2 in der Standardabweichung) der kürzer gemischten NR-Variante zu beobachten (Tabelle 9).

Die Unterschiede in den Zugversuchsdaten der jeweiligen Materialpaarung können durch ein erhöhtes Fehlstellenvorkommen bei den kürzer gemischten Materialien hervorgerufen sein, welches dazu führt, dass bei dem NR 2 Werkstoff einige und bei dem EPDM 2 Werkstoff fast alle Zugprüfkörper bei Belastung früher ausfallen.

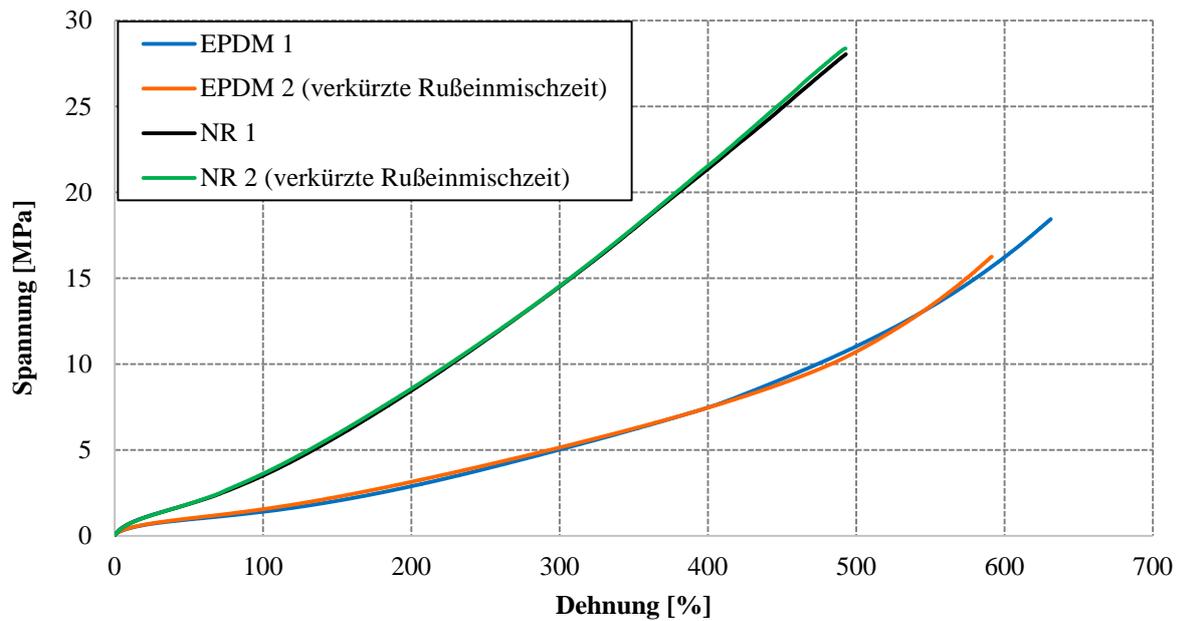


Abbildung 39: Zug-Dehnungskurven an den Werkstoffen der Mischvariation

Tabelle 9: Quasistatische Charakterisierung der Werkstoffe der Mischvariation

		EPDM 1		EPDM 2		NR 1		NR 2	
		$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]	$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]	$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]	$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]
Zugversuch	Mittelwert	19,7	650,4	16,1	563,8	27,4	488,5	28,6	490,5
	St. Abw.	1,9	27,2	1,64	26,2	0,7	12,2	1,54	26,64
Shore-Härte	Mittelwert	57,1		56,6		66,8		68,2	
	St. Abw.	0,6		0,6		0,6		0,4	
Rückprall- elastizität [%]	Mittelwert	50,0		52,4		50,6		51,4	
	St. Abw.	0,2		0,5		0,2		0,4	

### Computertomographische Untersuchungen

Die CT-Untersuchungen liegen in einer Messstatistik von 10 Hantelprüfkörpern für die länger gemischten Materialien (EPDM 1 und NR 1) und in einer Messstatistik von 5 Hantelprüfkörpern für die kürzer gemischten Materialien (EPDM 2 und NR 2) vor. Im EPDM wurden Fehlstellen bis zu einem maximalen Durchmesser von 350  $\mu\text{m}$  detektiert, in beiden

NR-Varianten finden sich Fehlstellen bis zu einem Durchmesser von 450  $\mu\text{m}$  (Abbildung 40 und 41).

Sowohl bei dem Naturkautschuk als auch bei dem EPDM weisen die Materialvarianten mit verkürzter Ruß-Einmischzeit eine schlechtere Dispersionsgüte auf, als die länger gemischten Varianten. Im Falle des EPDMs fällt dieser Unterschied im charakterisierten Partikel- bzw. Fehlstellengrößenbereich allerdings sehr gering aus. Lediglich ab einer Fehlstellenpartikelgröße von ungefähr 200  $\mu\text{m}$  bis zu 350  $\mu\text{m}$  ist eine leichte Tendenz zu einem erhöhten Vorkommen zu beobachten. Bei der NR-Serie ist der Unterschied deutlich größer. Hier ist die Fehlstellenhäufigkeit im schlechter gemischten Material ungefähr um den Faktor zwei höher.

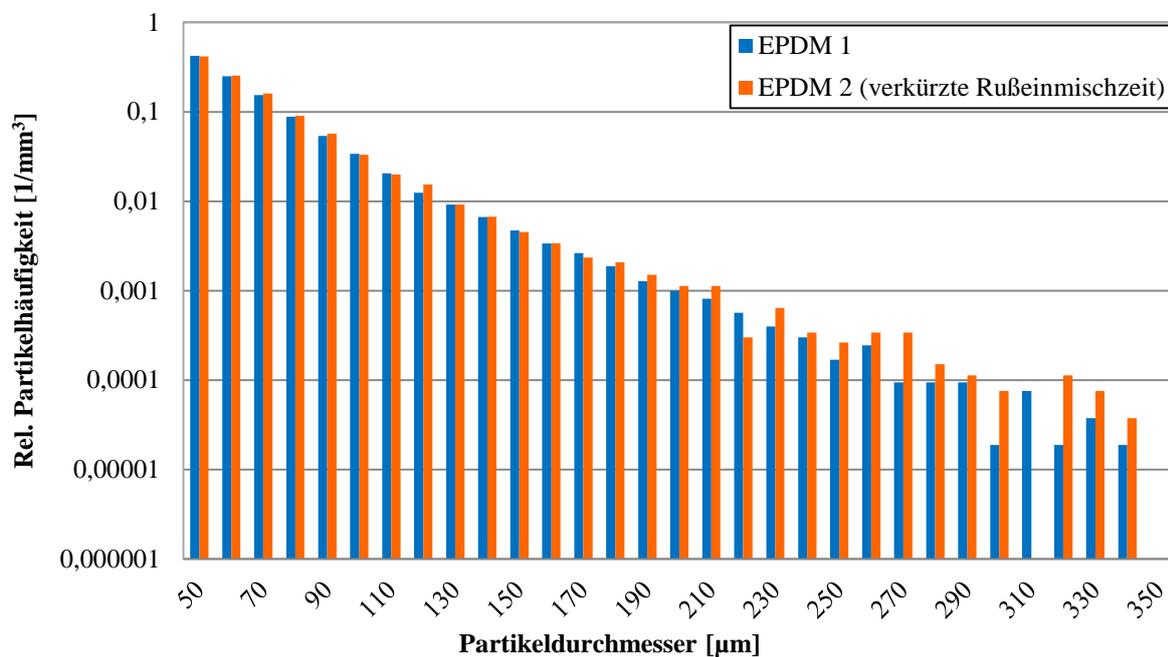


Abbildung 40: Mittels CT gemessene Partikelgrößenverteilung der beiden EPDM-Materialien, normiert auf das ausgewertete Messvolumen

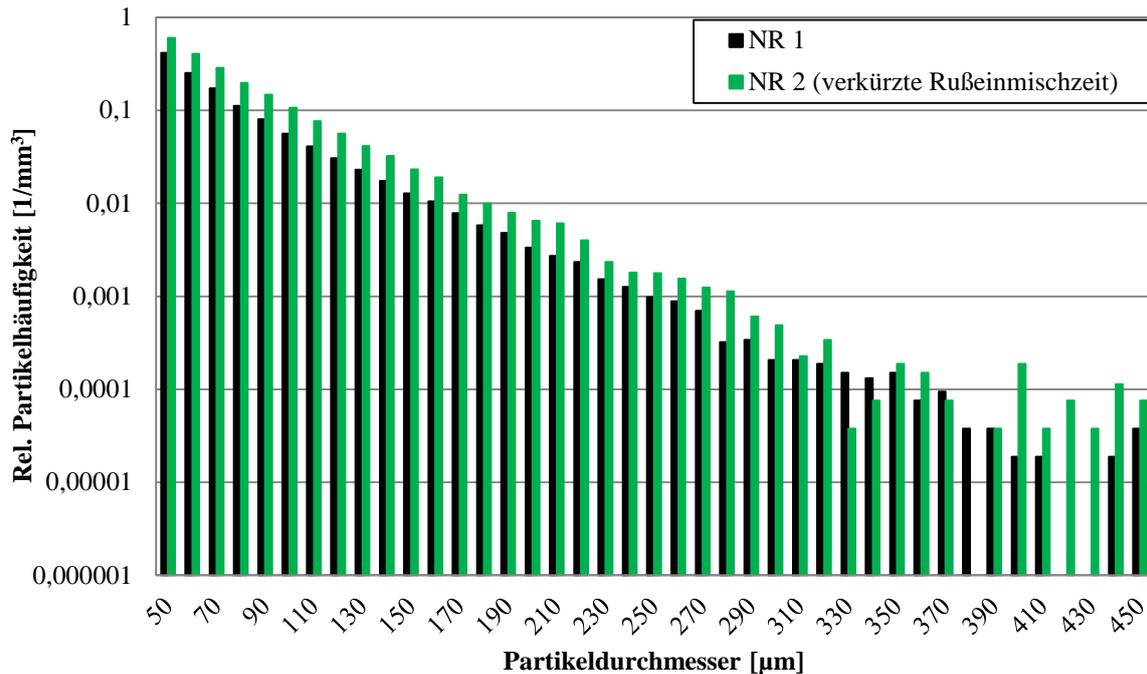


Abbildung 41: Mittels CT gemessene Partikelgrößenverteilung der beiden NR-Materialien, normiert auf das ausgewertete Messvolumen

### Risswachstumsuntersuchungen

In der Risswachstumscharakteristik zeigt sich kein signifikanter Unterschied zwischen den kurz und den länger gemischten Materialvarianten (Abbildung 42 und 43). Zieht man die Ergebnisse der computertomographischen Untersuchungen mit in Betracht, wird deutlich, dass sich der Unterschied in der Dispersion offenbar nicht auf das Risswachstumsverhalten auswirkt. Dominant ist offensichtlich die Festigkeit des Polymers, sowie dessen Wechselwirkung mit dem Füllstoff. Diese Annahme wird durch die quasistatischen Untersuchungen bestätigt, bei denen sich, wie in den Risswachstumsexperimenten, kein Unterschied zwischen der jeweils kurz und der länger gemischten Variante zeigte. Im Material vorliegende Risse wachsen, in der jeweiligen Materialpaarung, bei gleicher Belastungen somit auch mit gleicher Risswachstumsrate an.

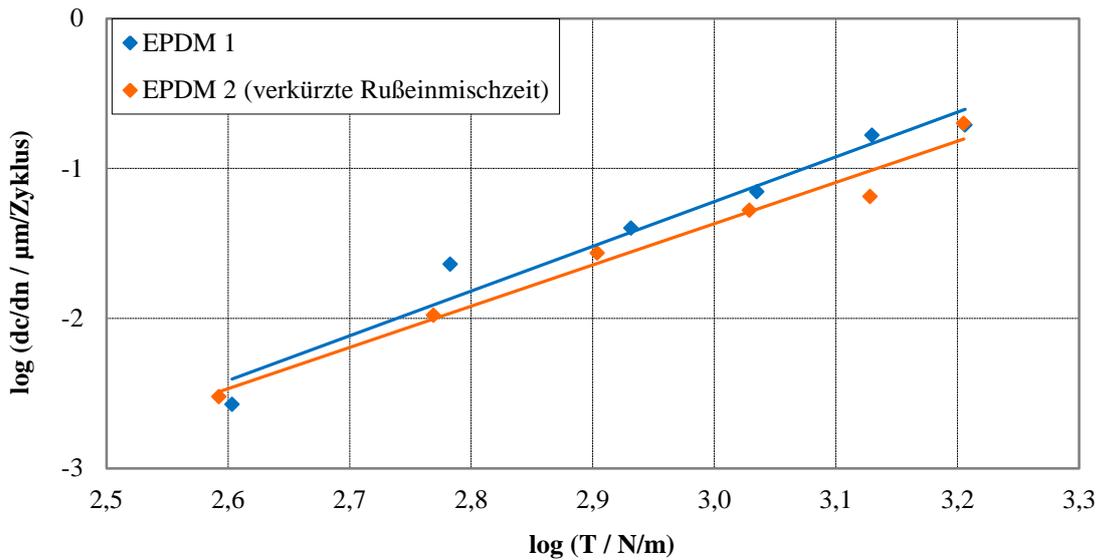


Abbildung 42: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Rissenergie für die EPDM-Materialien

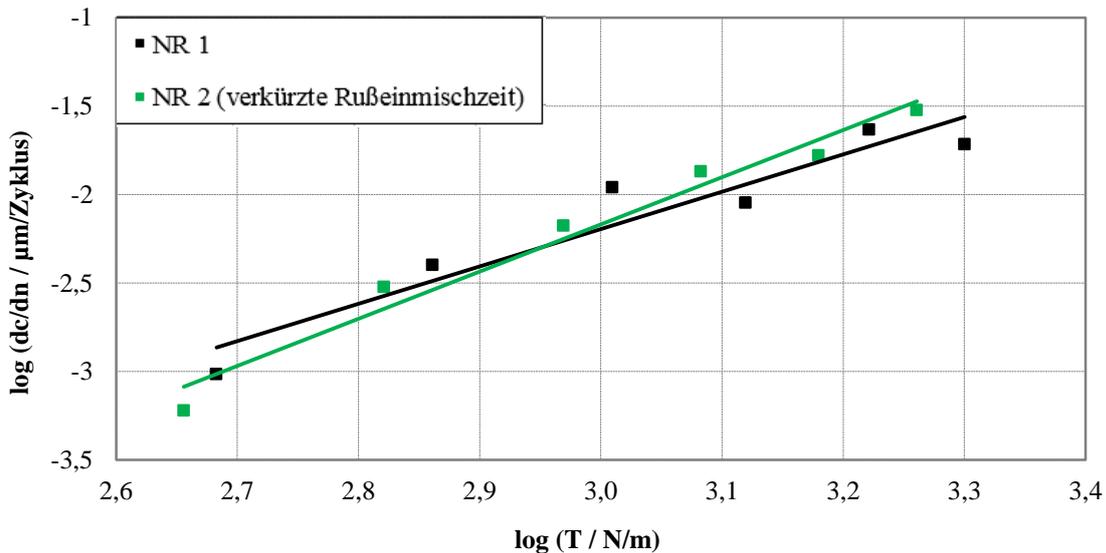


Abbildung 43: Risswachstumsrate in Abhängigkeit der Rissenergie für die NR-Materialien

### Lebensdauerkennlinien an Hantelprüfkörpern

In den Abbildungen 44 und 45 sind die Einzelmesswerte der Hantelexperimente für die verwendeten Laststufen in den Lebensdauerdiagrammen dargestellt. Sowohl bei der EPDM- als auch bei der NR-Serie ist ein höheres Vorkommen an früher ausfallenden Prüfkörpern bei den verkürzt gemischten Materialien zu erkennen (EPDM 2 und NR 2). Da die Risswachstumseigenschaften innerhalb der jeweiligen Materialpaarungen annähernd gleich sind, kann dies nur durch das häufigere Auftreten von großen Fehlstellen erklärt werden. Durch eine Belastung werden hierdurch statistisch öfter größere Anfangsrisse initiiert, die zu

einem früheren Prüfkörperversagen führen. Dieser Effekt verschiebt die Lebensdauer kennlinien hin zu niedrigeren ertragbaren Lastzyklenzahlen.

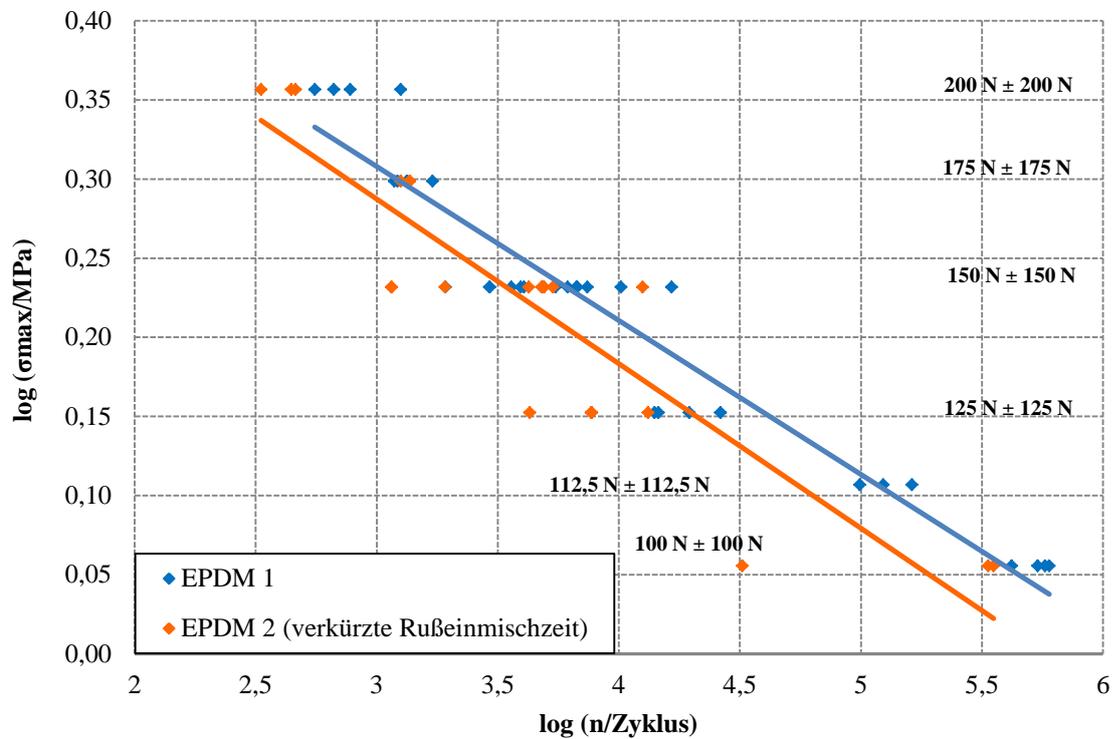


Abbildung 44: Ermittelte ertragbare Lastzyklenzahlen der einzelnen EPDM-Hantelprüfkörper (Typ 1)

Sowohl bei dem Material EPDM 2 als auch bei dem Material NR 2 erreichen einzelne Prüfkörper das Lebensdauerniveau der länger gemischten Varianten. Das bedeutet, dass es durchaus einzelne Prüfkörper der kürzer gemischten Materialien gibt, in denen keine großen Fehlstellen vorliegen. Den umgekehrten Fall sieht man an dem Frühausfall der Materialvariante NR 1, der bei der Laststufe  $200\text{ N} \pm 200\text{ N}$  (Ordinatenwert:  $\log(\sigma_{\text{Max}}/\text{MPa}) = 0,355$ ) aufgetreten ist. In diesem Prüfkörper muss durch eine sehr große Fehlstelle ein Anfangsriss initiiert worden sein, der zu einem Frühausfall im Bereich der Prüfkörperlebensdauer der NR 2 Mischung geführt hat.

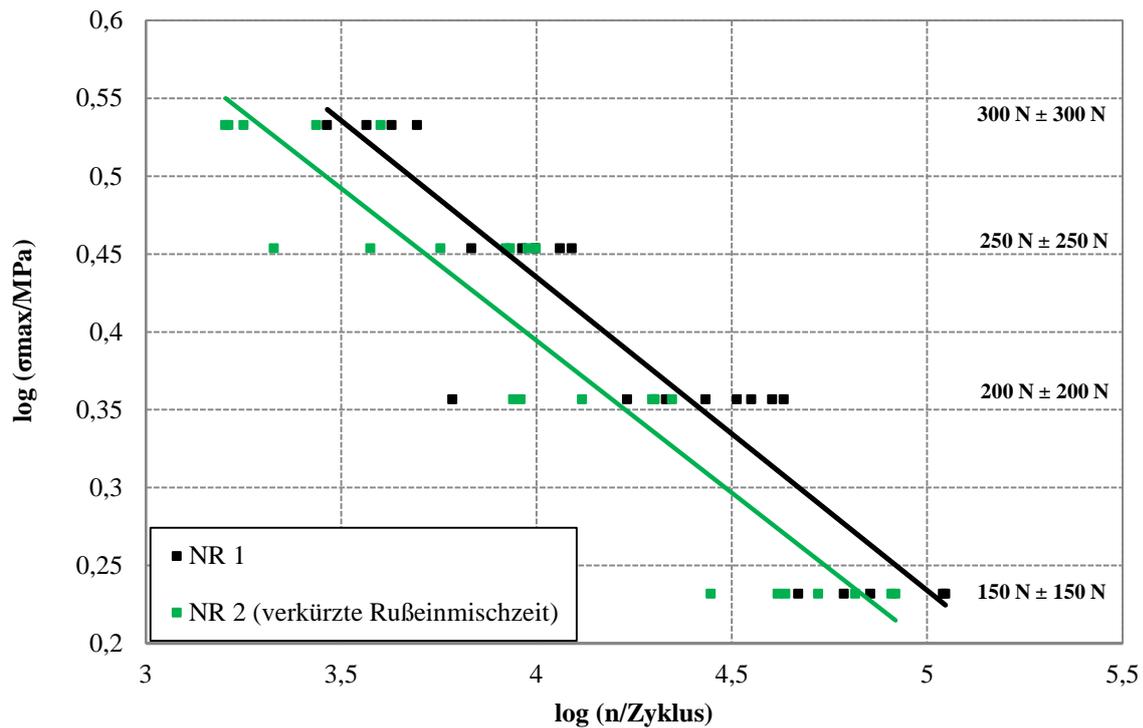


Abbildung 45: Ermittelte ertragbare Lastzyklenzahlen der einzelnen NR-Hantelprüfkörper (Typ 1)

Die Untersuchungen an den Werkstoffen der Mischvariation zeigen, dass ein gesteigertes Fehlstellenvorkommen in der Mischung zu einem größeren Risiko führt, große Fehlstellen in den Elastomerprüfkörpern zu finden. Dies erhöht die Wahrscheinlichkeit von Frühausfällen. Die hohe Lebensdauer von einigen Prüfkörpern aus den Materialien EPDM 2 und NR 2 (verkürzte Ruß-Mischzeit) sowie einzelne Frühausfälle bei den länger gemischten Materialien zeigen, dass das Auftreten von kritischen Fehlstellengrößen ein empfindlicher statistischer Effekt sein muss.

### 4.3 Untersuchungen an gestrainerten Materialien

Im vorhergehenden Kapitel wurde gezeigt, dass eine Verkürzung der Rußeinmischzeit zu einer Verschlechterung der Dispersion und somit zu einer gesteigerten Wahrscheinlichkeit von Materialfrühausfällen führen kann. Um diese Erkenntnis zu bestätigen, wurde eine EPDM-Materialserie erzeugt, die nach Fertigung der Grundmischung aufgeteilt wurde. Ein Teil dieser Mischung wurde als Referenz (EPDM SR) behalten, die andere Teilmischung (EPDM S80) mit einem Sieb (Maschenweite 80  $\mu\text{m}$  x 80  $\mu\text{m}$ ) gestrainert. Durch das Pressen der Teilmischung durch ein Sieb mit geringer Maschenweite sollten große Fehlstellen aus dem Material entfernt oder kleingeschnitten werden (siehe dazu Kapitel 3.1.3 Tabelle 6).

#### Computertomographische Untersuchungen

Die CT-Untersuchungen zeigen, dass das Fehlstellenvorkommen in der gestrainerten Mischung gegenüber der ungestrainerten Mischung für kleinere Partikel mit einem Durchmesser zwischen 50  $\mu\text{m}$  und 200  $\mu\text{m}$  leicht erhöht ist. Ab einem Partikeldurchmesser von 200  $\mu\text{m}$  zeigt die ungestrainerte Mischung eine Tendenz zu einem gesteigerten Fehlstellenvorkommen (Abbildung 46).

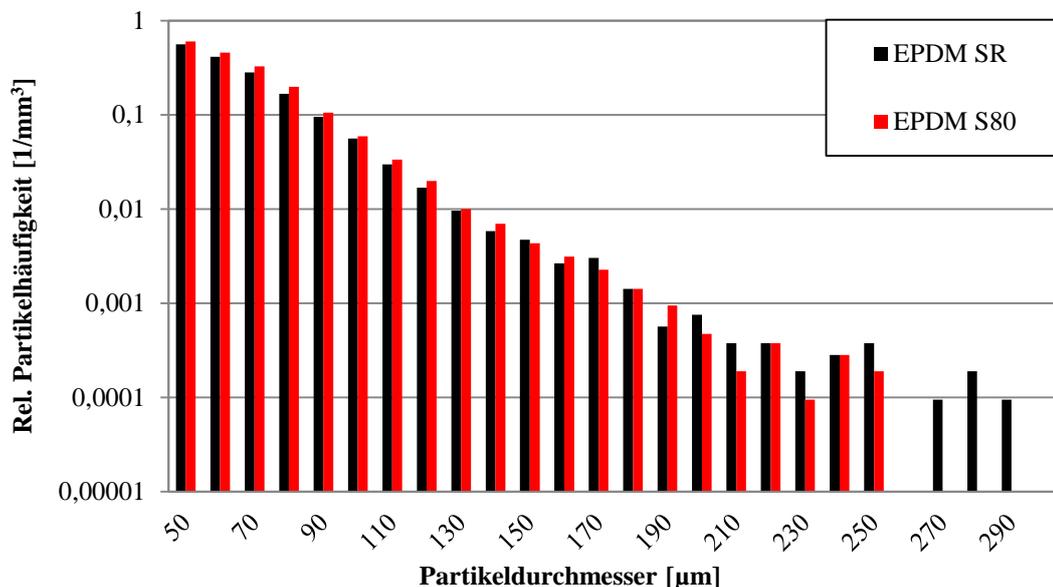
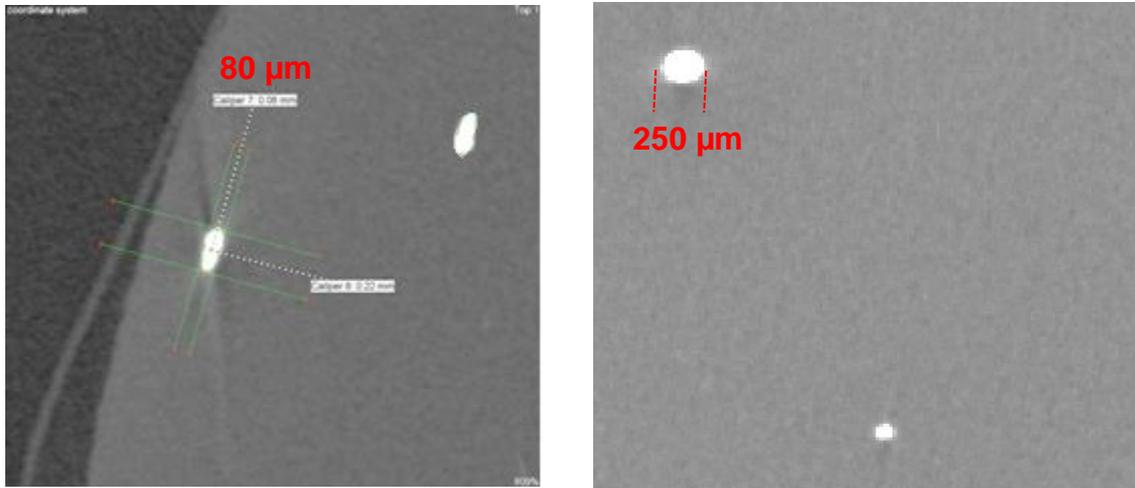


Abbildung 46: Mittels CT gemessene Partikelgrößenverteilung der Strainer-Materialserie im mikroskopischen Bereich, normiert auf das ausgewertete Messvolumen (Skalierung der X-Achse zur Darstellung bei 300  $\mu\text{m}$  abgeschnitten)

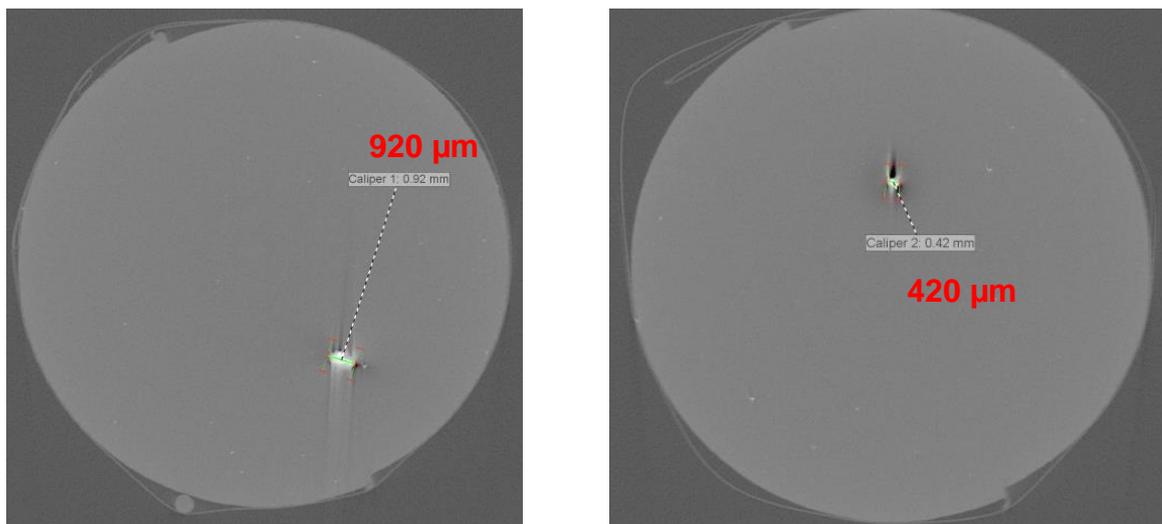
Der Grund für die Unterschiede in den Fehlstellenpartikelverteilungen ist, dass durch den Strainerprozess größere Partikel beim Durchtritt durch das Sieb zerschnitten werden. Wie die Untersuchungen mittels der Computertomographie zeigen, führt dies auch zu einem gesteigerten Vorkommen von länglichen Partikeln im Mischungsvolumen des Materials

EPDM S80, die in einer Dimension die Abmaße des verwendeten Strainersiebs besitzen, wohingegen sich in dem Material EPDM SR ausschließlich eher sphärische Partikel finden lassen (Abbildung 47).



**Abbildung 47:** Auftreten von länglichen Partikeln mit einem Durchmesser, ähnlich der Maschenweite des verwendeten Strainersiebs (links: EPDM S80), und Auftreten eher sphärischer Partikel in der ungestrainerten Referenz (EPDM SR)

Die Auswertung der CT-Rohdaten der ungestrainerten Referenz offenbart jedoch, dass das Strainern trotz der Durchlässigkeit von länglichen Fehlstellen die Mischungsgüte erhöht. In mehreren untersuchten Prüfkörpern der ungestrainerten Referenz konnten sehr große Fehlstellenpartikel mit einem Durchmesser von bis zu 920 µm gefunden werden, die in den gestrainerten Varianten nicht mehr vorkamen (Abbildung 48).



**Abbildung 48:** Auftreten von makroskopisch großen Fehlstellen in der ungestrainerten Referenz EPDM SR

## Risswachstumsuntersuchungen

In Abbildung 49 ist das Risswachstumsverhalten der zwei EPDM-Materialien der Strainerserie dargestellt. Da keine signifikanten Unterschiede zwischen der ungestrainerten Referenz und dem gestrainerten Material zu erkennen sind, kann daraus geschlossen werden, dass das Strainern die Risswachstumseigenschaften, beispielsweise durch einen Polymerkettenabbau, nicht negativ beeinflusst hat.

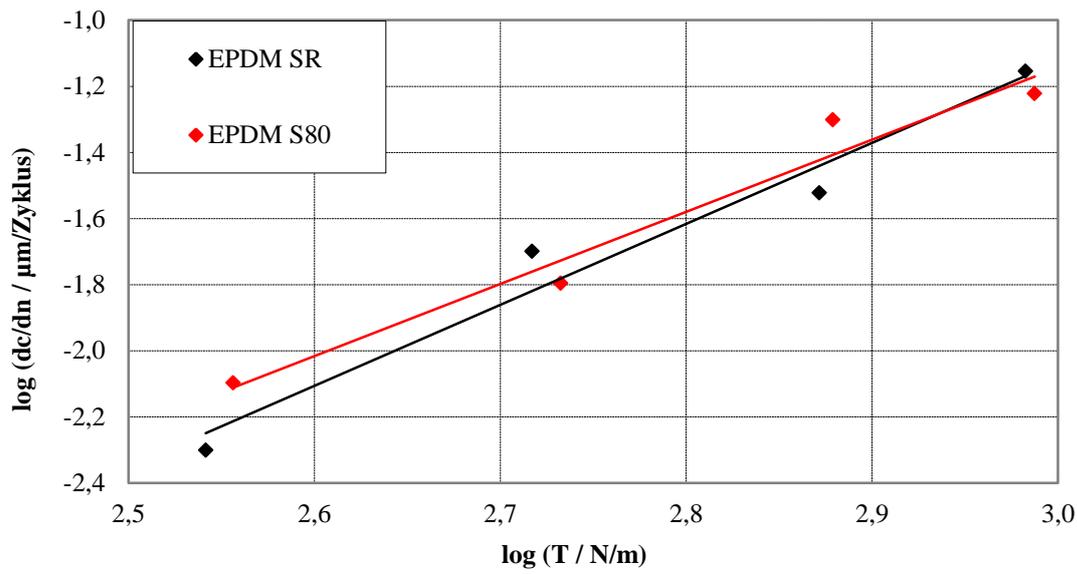


Abbildung 49: Risswachstumsuntersuchungen an der EPDM-Strainerserie

## Lebensdauer kennlinien an Hantelprüfkörper

In Abbildung 50 sind die einzelnen Prüfkörperlebensdauern für drei Lastniveaus ablesbar. Es zeigt sich ein Unterschied bei dem Vergleich der Lebensdauer kennlinien der beiden Materialien EPDM SR und EPDM S80. Die ungestrainerte Referenz liegt im Bereich niedrigerer Lastzyklenzahlen. Der Grund dafür sind die deutlich häufigeren Frühausfälle in den unteren beiden Laststufen (Ordinatenwert:  $\log(\sigma_{\text{Max}}/\text{MPa}) = 0,194$  und  $\log(\sigma_{\text{Max}}/\text{MPa}) = 0,152$ ). Verantwortlich für diese Frühausfälle sind teils die in Abbildung 48 gezeigten Fehlstellen, die zuvor durch die CT-Untersuchungen in diesen Prüfkörpern entdeckt werden konnten.

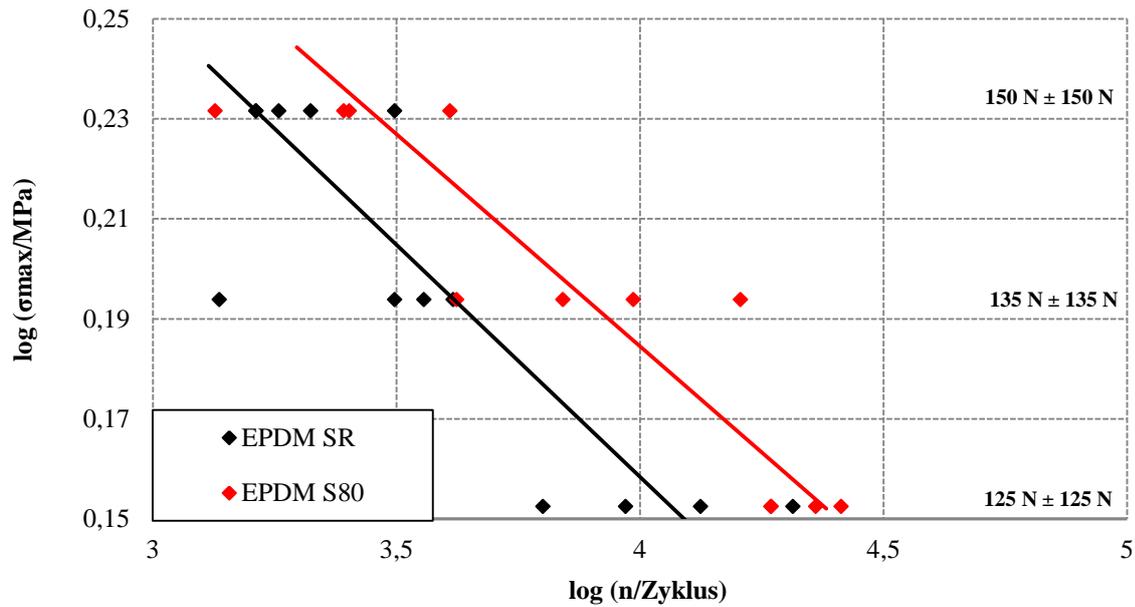


Abbildung 50: Ermittelte ertragbare Lastzyklenzahlen der einzelnen Hantelprüfkörper (Typ 1) der EPDM-Strainerserie

In dem Kapitel 4.2 führte ein durch einen verkürzten Mischprozess gesteigertes Fehlstellenvorkommen im Mischungsvolumen zu einem gesteigerten Auftreten von früher ausfallenden Lebensdauer-Prüfkörpern. Durch die gezielte Entnahme von größeren Fehlstellen durch einen Strainerprozess ließen sich Prüfkörperfrühausfälle in diesem Kapitel zu einem großen Teil vermeiden. Die Untersuchungen an den gestrainerten Materialien bestätigen somit die in Kapitel 4.2 gewonnen Erkenntnisse, dass ein direkter Zusammenhang zwischen der Häufigkeit von großen Fehlstellen im Mischvolumen und der Häufigkeit von Materialfrühausfällen existiert.

#### **4.4 Variation der Füllstoffstruktur und des Vernetzungssystems**

Es wurde eine Materialserie basierend auf der HNBR 1 Rezeptur erstellt, bei der systematisch einzelne Mischungsbestandteile variiert und deren Einflüsse auf das bruchmechanische Verhalten untersucht wurden. So wurde der Rußtyp N347 durch einen niedriger strukturierten Ruß vom Typ N326 ausgetauscht (HNBR 2), mit dem Ziel, die Polymer-Füllstoff-Wechselwirkung zu variieren und deren Einfluss auf die bruchmechanischen Eigenschaften zu untersuchen. Da sich der verwendete HNBR-Polymer Typ sowohl mit Schwefel als auch mit Peroxid vernetzen lässt, wurde zusätzlich zu den schwefelvernetzten Varianten eine Peroxid-Mischung (HNBR 3) hergestellt. Aufgrund des anderen Vernetzungsmechanismus sind Veränderungen in der Polymerkettenbeweglichkeit zu erwarten, die zu einem geänderten dynamischen Verhalten führen sollten (siehe dazu Kapitel 3.1.3 Tabelle 7).

##### **Quasistatische Charakterisierung**

Die quasistatischen Untersuchungen (Abbildung 51 und Tabelle 10) zeigen, dass das Austauschen von einzelnen Komponenten der Grundrezeptur zu großen Änderungen der Materialeigenschaften geführt hat. Die Zugversuchskurven der Materialien HNBR 2 und HNBR 3 liegen deutlich unterhalb der Kurve des Materials HNBR 1, weisen aber deutlich höhere Bruchdehnungen auf. Verantwortlich dafür sind zwei verschiedene Wechselwirkungsmechanismen.

Da Peroxide gegenüber Schwefel eine mechanisch wesentlich festere Verknüpfung der Polymerketten verursachen, ist die gegenüber dem Material HNBR 1 deutlich niedrigere Materialsteifigkeit der peroxidisch vernetzten Materialvariante nur durch eine geringere Vernetzungsdichte zu erklären. Dies führt zu einer Steigerung der Kettenbeweglichkeit und erklärt die höhere Bruchdehnung sowie die geringere Shore-A Härte.

Im Vergleich zu der HNBR 1 Referenzmischung wurde der HNBR 2-Variante die gleiche Gewichtsmenge eines niedriger strukturierten Rußes beigemischt. Dieser besitzt eine geringere Verstärkungswirkung auf die Polymerketten, was sowohl in den Zugversuchen als auch in der Shore-A Härte erkennbar wird.

Die Rückprallelastizitäts-Messungen weisen nur geringe Unterschiede in den dämpfenden Eigenschaften auf.

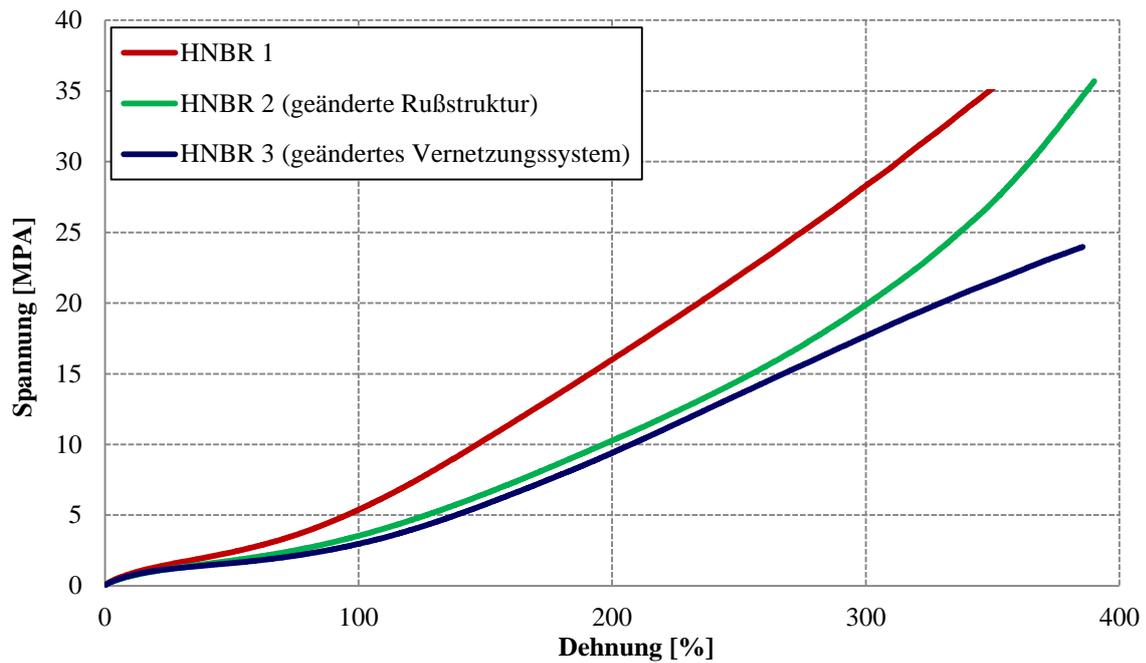


Abbildung 51: Ergebnisse der Zugversuche der HNBR-Serie

Tabelle 10: Zusammenfassung der quasistatischen Ergebnisse der HNBR-Serie

		HNBR 1		HNBR 2		HNBR 3	
		$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]	$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]	$\sigma_{\text{Riss}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{Riss}}$ [%]
Zugversuch	Mittelwert	34,6	344,0	37,1	391,8	25,2	394,0
	St. Abw.	1,7	8,0	2,5	13,7	0,6	8,9
Rückprall- Shore-A Härte elastizität	Mittelwert	74,0		70,0		69,9	
	St. Abw.	0,3		0,4		0,3	
	Mittelwert	41,6		43,3		42,4	
	St. Abw.	0,4		0,4		0,4	

## Computertomographische Untersuchungen

Für die CT-Untersuchungen wurden jeweils 5 Prüfkörper des Materials HNBR 2 sowie des Materials HNBR 3 gemessen. Die Messergebnisse des HNBR 1 wurde, wie bereits beschrieben, anhand einer Messstatistik von 10 Hantelprüfkörpern ermittelt.

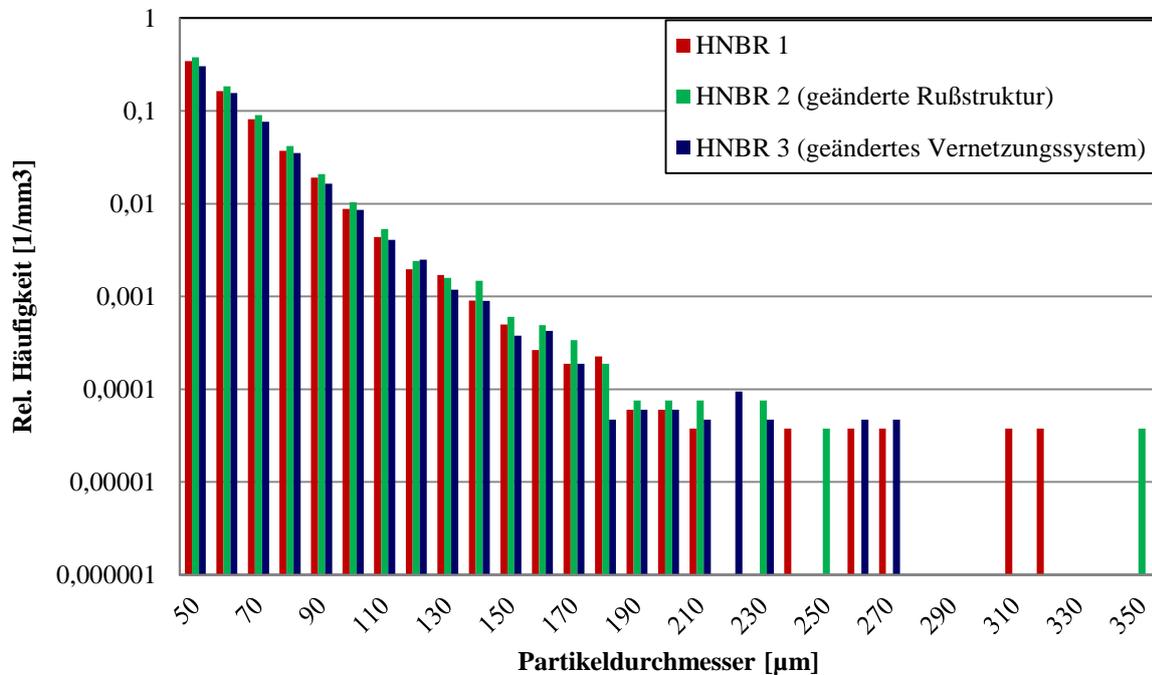


Abbildung 52: Vergleich der Partikelgrößenverteilungen der HNBR Materialien, normiert auf das ausgewertete Messvolumen

Alle drei betrachteten Materialien wurden nach demselben Verfahren hergestellt. Zwischen den beiden Materialien HNBR 1 und HNBR 3 stellen sich daher keine signifikanten Unterschiede in der Dispersionsgüte ein, da sich diese nur anhand ihres Vernetzungssystems unterscheiden, welches mit nur 2% Masseprozent in der Mischung vorliegt. Die restlichen Mischungsbestandteile sind identisch.

Wie die quasistatistischen Untersuchungen belegen, ist die Wechselwirkung des Rußes N326 mit dem Polymer niedriger als die des Rußes N347. Da die Mischzeit für beide Materialtypen die gleiche war, ist anzunehmen, dass bei HNBR 2 im Mischprozess geringere Scherkräfte auftraten, weshalb auch der Energieeintrag in das Material geringer war. Dies führt zu der leicht schlechteren Dispersion des HNBR 2 gegenüber dem HNBR 1 (Abbildung 52).

## Risswachstumsuntersuchungen

Das Risswachstumsverhalten der Materialien HNBR 2 und HNBR 1 ist annähernd gleich (Abbildung 53). Die Unterschiede machen sich nicht bemerkbar. Die Risswachstumskurve des geringer vernetzten HNBR 3 ist etwas niedriger. Durch die höhere Beweglichkeit haben die Ketten ein höheres Vermögen, sich im Belastungsfall umzuorientieren, weshalb vorhandene Risse im Material langsamer wachsen.

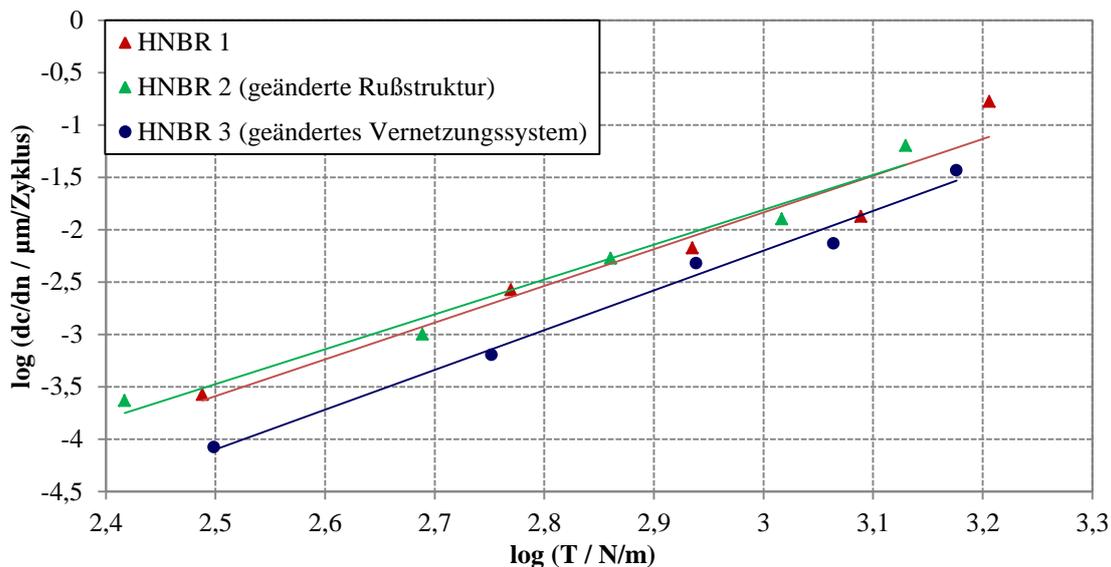


Abbildung 53: Ergebnisse der Risswachstumsuntersuchungen an den HNBR-Materialien

## Lebensdauer kennlinien an Hantelprüfkörpern

Die Lebensdauer kennlinien der HNBR-Serie geben ein differenzierteres Bild ab, als es durch die sehr ähnlichen Ergebnisse der Dispersions- und Risswachstumsuntersuchungen zu erwarten war (Abbildung 54). So ist die Lebensdauer des Materials HNBR 2, trotz sehr ähnlicher Risswachstumseigenschaften, etwa fünf Mal kleiner als die des Materials HNBR 1. Überraschend ist aber vor allem, dass die peroxidisch vernetzte Variante, die über dieselbe Dispersionsgüte und bessere Risswachstumseigenschaften verfügt, im Vergleich mit dem HNBR 1 bei geringeren Lastzyklenzahlen liegt.

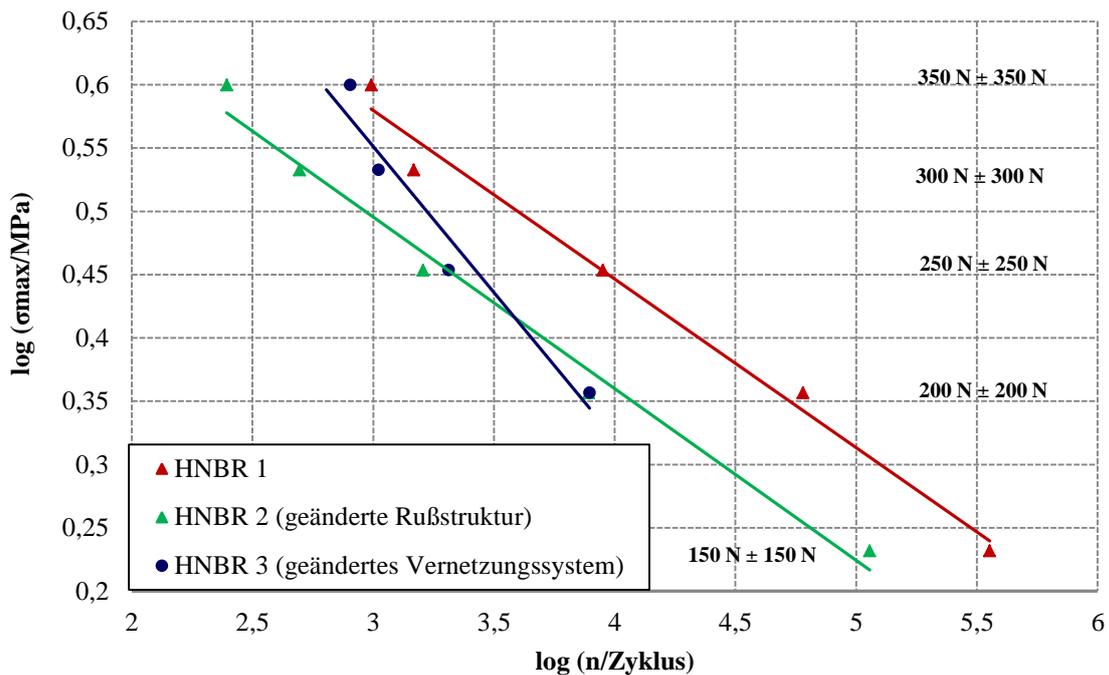


Abbildung 54: Mittlere Lebensdauer der HNBR-Serie (Hantelprüfkörper Typ 1)

Erklären lassen sich diese Unterschiede in der Lebensdauer, wenn das dynamische Materialverhalten in Betracht gezogen wird, das in Abbildung 55 exemplarisch für eine Laststufe von  $300 \text{ N} \pm 300 \text{ N}$  (Ordinatenwert  $\text{Log}(\sigma_{\text{Max}}/\text{MPa}) = 0,53$  in Abbildung 54) anhand der während der Lebensdauerexperimente aufgezeichneten Hystereseschleifen dargestellt ist. Weiterhin ist die sich bei allen verwendeten Laststufen einstellende Energiedichte bei der Prüfkörperbelastung in der Abbildung wiedergegeben. Wie auch in den quasistatischen Untersuchungen zeigen sich große Unterschiede zwischen den Materialien. Grund dafür sind die bereits ausführlich beschriebenen Änderungen in der Verstärkungswirkung und der Kettenbeweglichkeit, die sich aufgrund der Abwandlung der Grundrezeptur (HNBR 1) einstellen. Bei allen erzeugten Mischungen ist die dynamische Dehnung und daraus resultierend auch der Energieeintrag pro Zyklus höher als bei der Grundrezeptur. Im Material vorliegenden Rissen steht dadurch ein höheres Energieniveau zur Verfügung. Dadurch beschleunigt sich das Risswachstum, und das Material versagt früher.

Mit dieser Information lassen sich nun die Unterschiede in der Prüfkörperlebensdauer erklären. Im Falle der Materialien HNBR 3 und HNBR 1 besitzen beide Werkstoffe die gleiche Dispersionsverteilung, wodurch sich statistisch bei einer Belastung die gleichen Rissanfangslängen in den Hantelprüfkörpern einstellen. Die Risswachstumsuntersuchungen zeigen, dass die Risswachstumsrate des HNBR 3 bei gleichem Energieeintrag sogar unter der des HNBR 1 liegt. Durch die um den Faktor 1,5 erhöhte Dehnung (Abbildung 55) ist der

Energieeintrag in den Hantelprüfkörper für die HNBR 3 Variante jedoch wesentlich größer, was zu dem früheren Materialversagen führt.

Im Falle des HNBR 2 ist sowohl die Fehlstellenhäufigkeit als auch der Energieeintrag pro Lastzyklus höher, weshalb die Lebensdauerkennlinie auch am weitesten von der des HNBR 1 entfernt liegt.

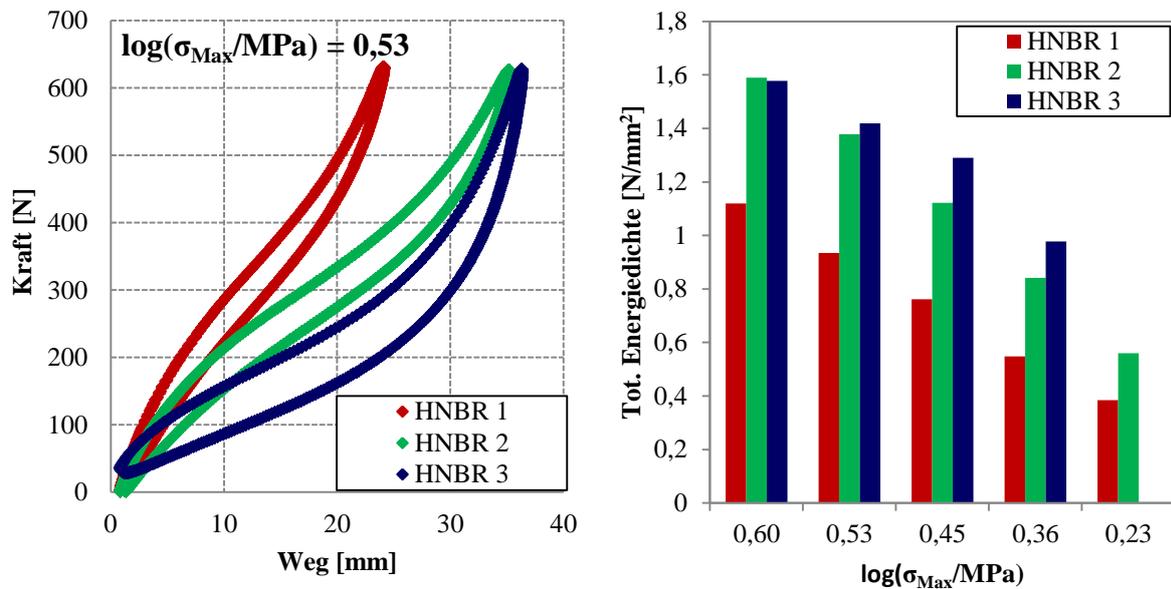


Abbildung 55: Exemplarische Darstellung der Hystereseschleifen der HNBR-Materialien bei einer dynamischen Last von  $300\text{N} \pm 300\text{N}$  (links) und sich ergebende Energiedichten für alle Laststufen (rechts)

## 4.5 Variation des Prüfkörpervolumens

Im folgenden Kapitel wird der Einfluss der Prüfkörpergeometrie auf die Lebensdauer untersucht. Durch die Mischzeitverkürzung und das Strainern in den Kapiteln 4.2 und 4.3 wurde bereits gezeigt, dass ein gesteigertes Auftreten von großen Fehlstellen im Mischvolumen die Wahrscheinlichkeit von Materialfrühausfällen erhöht und die mittlere Lebensdauer von Hantelprüfkörpern zu niedrigeren Werten verschiebt. Als wesentliche lebensdauermodifizierende Größe wird hier die Wahrscheinlichkeit angesetzt, dass große Fehlstellen im aktuellen Probekörpervolumen vorliegen [80].

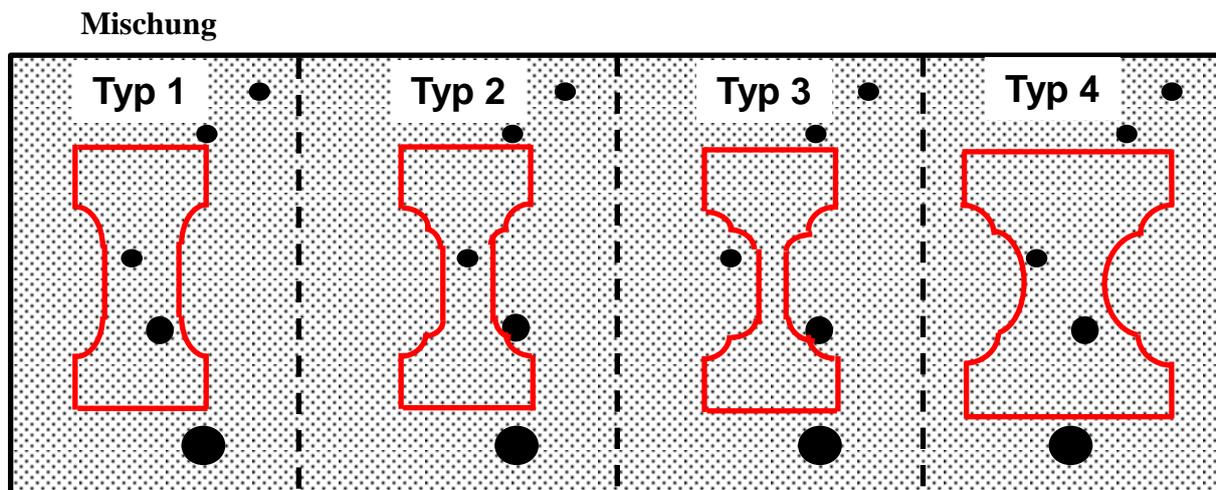


Abbildung 56: Einfluss des Prüfkörpervolumens auf die statistische Fehlstellenwahrscheinlichkeit

Daher liegt die Annahme nahe, dass neben den Mischungseigenschaften auch die Prüfkörpergeometrie und insbesondere das Prüfkörpervolumen einen Einfluss auf die gemessene Lebensdauer besitzt. Zur Herstellung eines größeren Prüfkörpers muss mehr Material aus der Mischung, in der die undispergierten Partikel bzw. Fehlstellen mit einer festen Häufigkeit vorliegen, entnommen werden (Abbildung 56). Dies bedeutet, dass die Wahrscheinlichkeit von großen Fehlstellenpartikeln im Prüfkörper steigt und somit auch das Risiko von Frühausfällen. Im Umkehrschluss sollte sich eine Reduktion des Prüfkörpervolumens positiv auf die Lebensdauer auswirken und bei Experimenten mit begrenzter Prüfkörperanzahl zu einer höheren mittleren Lebensdauer führen. Dieser angenommene Effekt sollte durch die Verwendung von unterschiedlichen Prüfkörperformen experimentell belegt werden. Dazu wurde ausgehend von dem Hantelprüfkörper Typ 1 das Prüfkörpervolumen schrittweise reduziert (Hantelprüfkörper Typ 2 und Typ 3).

Der Prüfkörper Typ 4 besitzt gegenüber der Standardhantel ein größeres Volumen, wodurch die Fehlstellen-Auftretenswahrscheinlichkeit erhöht ist. Wie in Kapitel 3.2.4 beschrieben, ist die entscheidende, kritisch beanspruchte Lastzone jedoch auf ein kleines Teilvolumen im Randbereich der Prüfkörpertaillie beschränkt. Das entscheidende, hoch belastete Prüfvolumen ist somit geringer als das Prüfvolumen der homogen deformierten Standardhantel (Typ 1). Bei gleicher Beanspruchungshöhe (nominale Maximalspannung) sollte sich daher für diesen Prüfkörper die ertragbare Lastzyklenzahl erhöhen.

Dass sich die Versagensorte aufgrund der unterschiedlichen Geometrien ändern, zeigt schon der Vergleich des Bruchbildes der in den Experimenten verwendeten Prüfkörper.

Bei den Prüfkörpern von Typ 1 bis Typ 3 ist zu erkennen, dass es keinen bevorzugten Ort für das Materialversagen gibt. Da aufgrund der homogenen Deformation alle im Material vorliegenden Fehlstellen die gleiche Beanspruchung erfahren, findet der Durchriss des Prüfkörpers an der Stelle im Prüfbereich statt, an der die größte Fehlstelle vorliegt. Bei dem Prüfkörper Typ 4 ist dies auffällig anders (Abbildung 57). Die Position des Materialversagens befindet sich immer in der Mitte, also dem Ort mit der höchsten lokalen Deformation.



Abbildung 57: Prüfkörperversagen im Falle der homogen deformierten Hanteln (Typ 1, 2 und 3) und im Falle des inhomogen deformierten Prüfkörpers Typ 4 (unten rechts)

### Lebensdauerkennlinien der unterschiedlichen Prüfkörper

In den Abbildungen 58 und 59 sind die Lebensdauerkennlinien des Hantelprüfkörpers vom Typ 1 mit denen des Typs 2 für mehrere Materialien gegenübergestellt. Der mittleren Lebensdauer pro Laststufe für die Hanteln Typ 2 liegt eine Messstatistik von mindestens 3 Prüfkörpern zu Grunde.

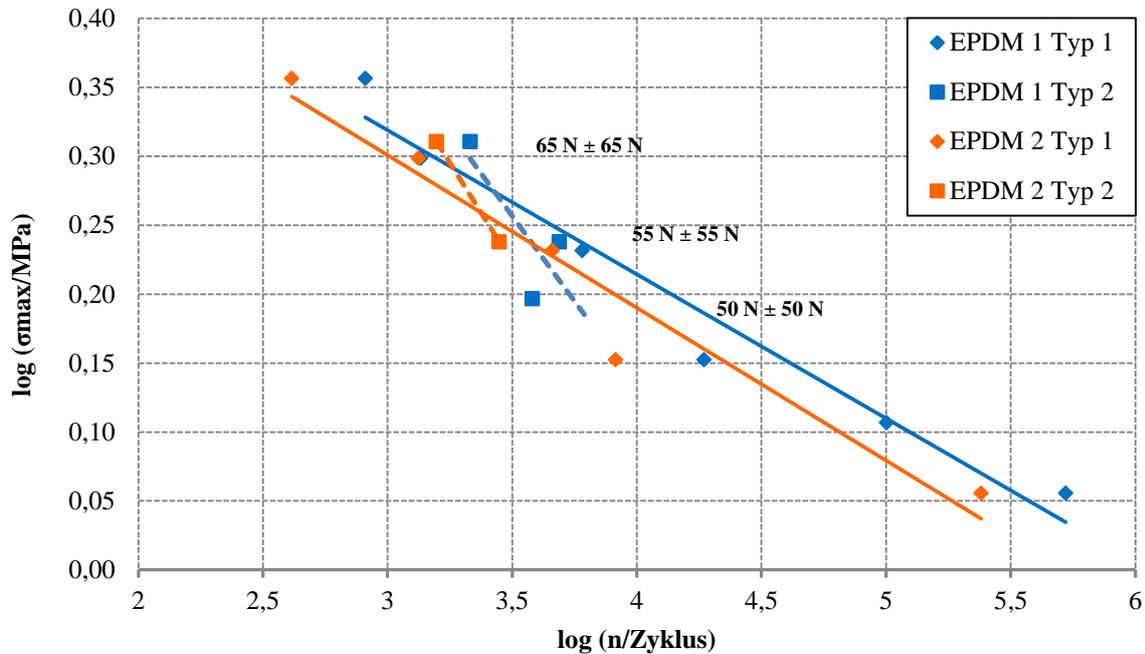


Abbildung 58: Mittlere Lebensdauer der Materialien EPDM 1 und EPDM 2 gemessen an Prüfkörpern vom Typ 1 und vom Typ 2

Für die beiden EPDM-Materialien (EPDM 1 und EPDM 2) ist keine signifikante Veränderung der Lebensdauer durch die Volumenreduktion zu beobachten. Bei einer ähnlichen Spannung, bezogen auf den undeformierten Hantelquerschnitt, stellt sich für beide Prüfkörpertypen eine ähnliche ertragbare Lastzyklenzahl ein. Anzunehmen ist, dass die Reduktion des Prüfkörpervolumens nicht ausreichend ist, um die mittlere Lebensdauer dieser Materialien zu erhöhen bzw. der Effekt zu gering ist, um ihn mit der verwendeten Anzahl von Prüfkörpern sicher nachzuweisen. Für die Naturkautschukmaterialien (NR 1 und NR 2) führt die Volumenreduktion in beiden Fällen zu einer etwa doppelt so hohen Prüfkörperlebensdauer.

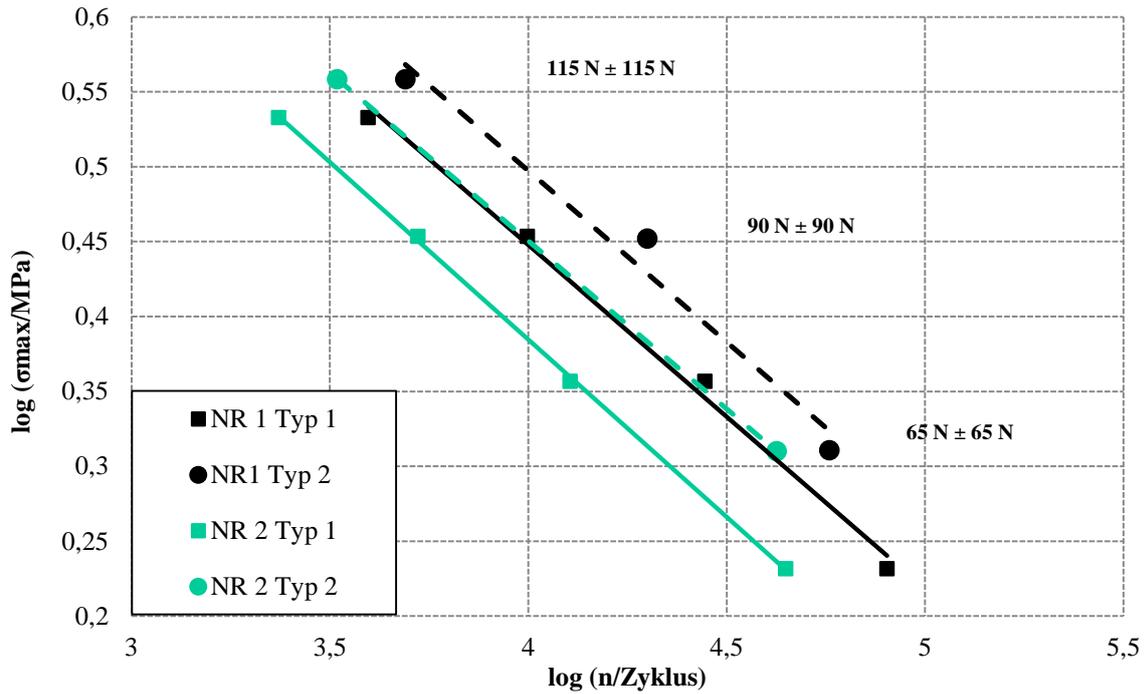


Abbildung 59: Mittlere Lebensdauer der Materialien NR 1 und NR 2 gemessen an Prüfkörpern vom Typ 1 und vom Typ 2

Der Übergang vom Hanteltyp 1 zum Hanteltyp 3 führt sowohl bei den EPDM als auch bei den NR Varianten zu einer Erhöhung der ertragbaren Lastzyklenzahl, so wie in den Abbildungen 60 und 61 dargestellt. Die Reduktion des Hantelvolumens ist so groß, dass sich in allen Fällen bei einer Belastung mit einer äquivalenten Spannung die mittlere Lebensdauer um mindestens das Fünffache erhöht.

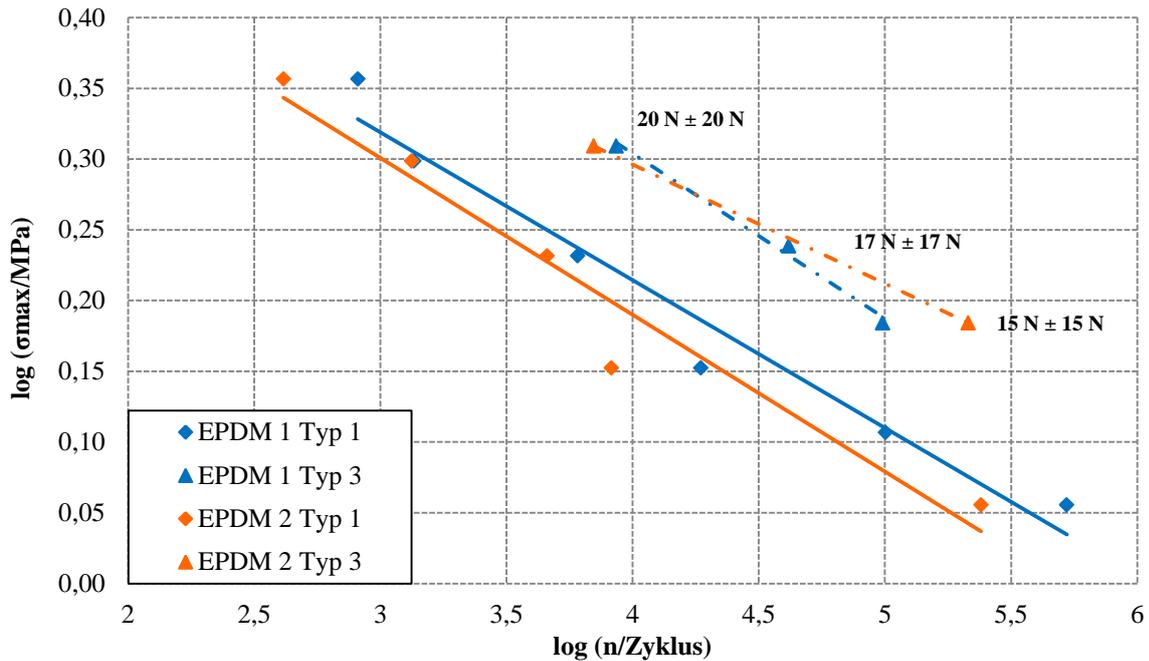


Abbildung 60: Mittlere Lebensdauer der Materialien EPDM 1 und EPDM 2 gemessen an Prüfkörpern vom Typ 1 und vom Typ 3

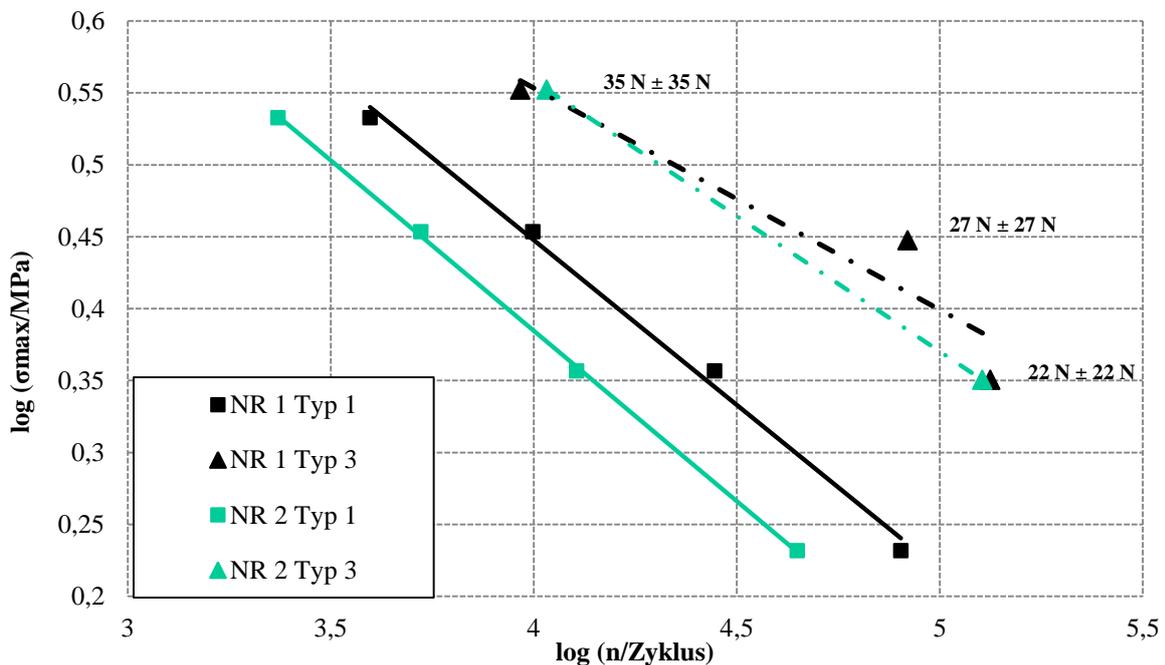


Abbildung 61: Mittlere Lebensdauer der Materialien NR 1 und NR 2 gemessen an Prüfkörpern vom Typ 1 und vom Typ 3

Für die EPDM-Werkstoffe stellt sich bei den Untersuchungen am Prüfkörper Typ 4 ein ähnliches Bild wie bei den Messungen mit dem Hanteltyp 2 ein. Die durch die Inhomogenität des Deformationsfeldes hervorgerufene Volumenreduktion ist nicht ausreichend, um die mittlere Lebensdauer für diese Werkstoffarten über das Niveau des Prüfkörpers Typ 1 zu

steigern. Im Falle der Naturkautschukvarianten tritt bei den Experimenten mit dem Prüfkörper Typ 4 der in der Einleitung dieses Kapitels beschriebene Effekt jedoch ein. Durch die geometrische Gestaltung konzentriert sich die maximale Belastung auf einen Bereich, welcher, bezogen auf das Gesamtvolumen des Prüfkörpers, sehr klein ist. Das Risiko von großen Fehlstellen ist in diesem Teilvolumen folglich gering. Daher verschieben sich die Lebensdauer kennlinien des Prüfkörpers Typ 4 im Vergleich mit denen des Prüfkörpers Typ 1 bei nominell spannungsgleicher Querschnittsbelastung für die Materialien NR 1 und NR 2 hin zu höheren ertragbaren Lastzyklenzahlen (Abbildung 62 und 63).

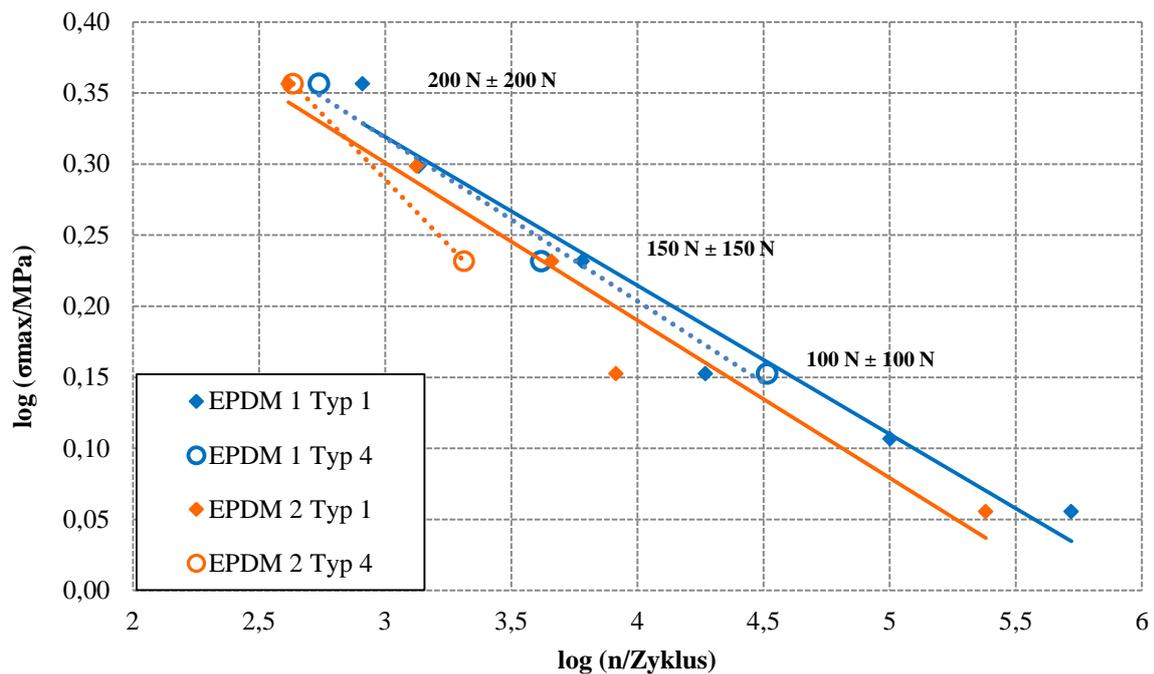


Abbildung 62: Mittlere Lebensdauer der Materialien EPDM 1 und EPDM 2 gemessen an Prüfkörpern vom Typ 1 und vom Typ 4

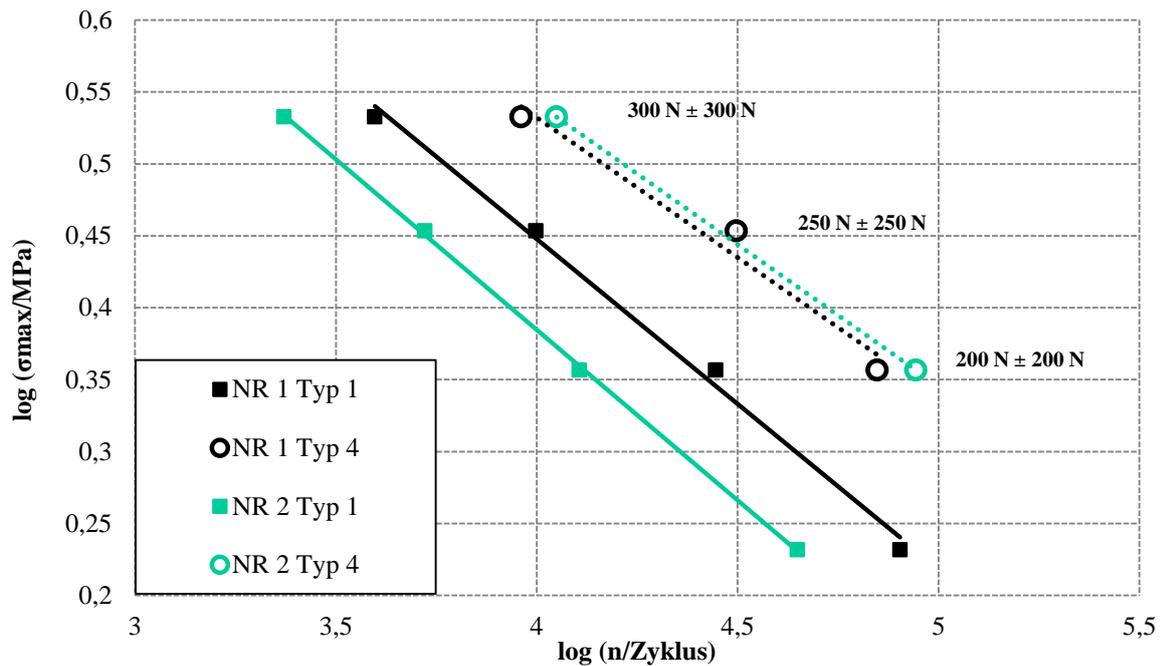


Abbildung 63: Mittlere Lebensdauer der Materialien NR 1 und NR 2 gemessen an Prüfkörpern vom Typ 1 und vom Typ 4

Die durchgeführten Experimente belegen die Annahme, dass das Auftreten von Fehlstellen ein statistischer Effekt ist (siehe dazu auch Kapitel 4.2 und 4.3), der abhängig ist von den in der Mischung vorhandenen Fehlstellenhäufigkeiten (Fehlstellen-Dichte) und dem beanspruchten Prüfkörpervolumen. Eine Reduktion des Prüfkörpervolumens führt bei allen Werkstoffarten zu einer Steigerung der mittleren Lebensdauer, da das Risiko von seltenen, großen Fehlstellenpartikeln sinkt. Wie ausgeprägt dieser Effekt ist, scheint jedoch werkstoffabhängig zu sein. Bei den Werkstoffen aus Naturkautschuk führt die Verwendung von verschiedenen Prüfkörpergeometrien in allen Fällen zu unterschiedlichen Lebensdauererkennlinien. Im Falle der EPDM-Materialien erhöht sich die mittlere Lebensdauer erst bei großen Änderungen des Prüfkörpervolumens signifikant (siehe dazu auch Kapitel 5.3.3).

## Einfluss der Prüfkörpererwärmung durch Dissipation auf die Lebensdauer

Anhand der Werkstoffe EPDM 1 und NR 1 wurde der Einfluss der Eigenerwärmung auf die zyklische Lebensdauer untersucht. Dazu wurde die Prüfkörpererwärmung während der Lebensdauerexperimente bei der jeweils höchsten gemeinsamen Belastung für die Prüfkörper vom Typ 1 und vom Typ 3 mittels einer Wärmebildkamera aufgezeichnet (siehe Abbildung 64) und unter Zuhilfenahme von Schnittversuchen die maximale Prüfkörpertemperatur zum jeweiligen Zeitpunkt ermittelt (siehe Kapitel 3.2.5).

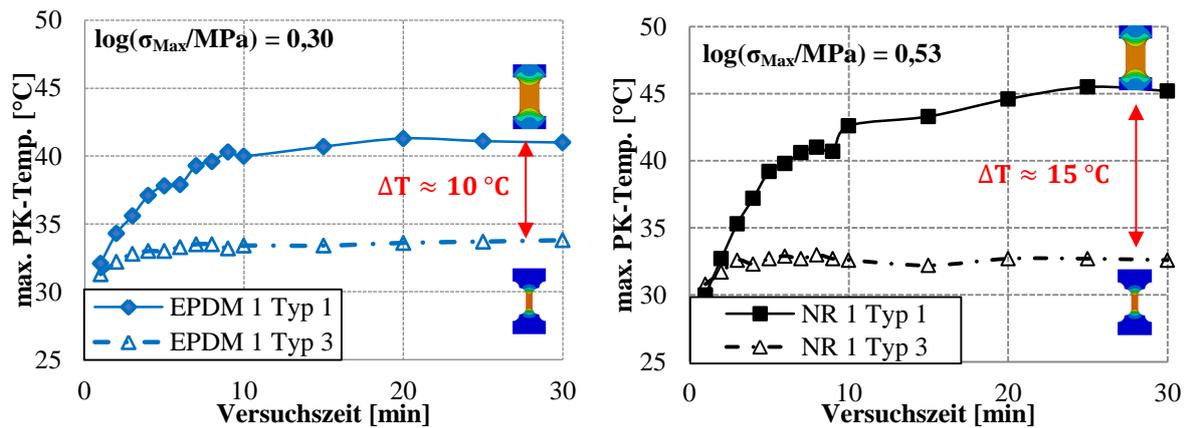
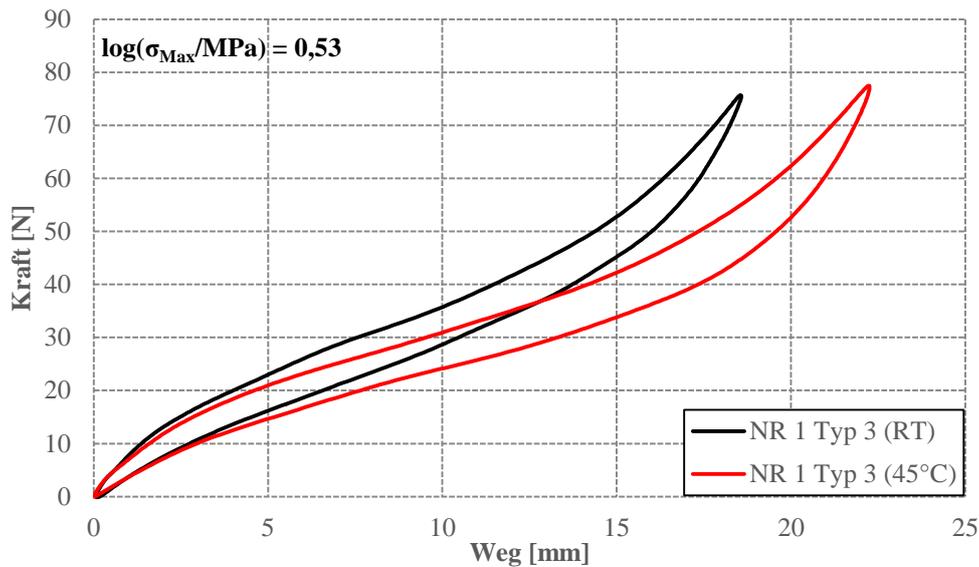


Abbildung 64: Maximale Prüfkörpertemperatur bei zyklischer Last der Prüfkörper vom Typ 1 und Typ 3 für die Materialien EPDM 1 (links) und NR 1 (rechts)

Für beide Werkstoffe weisen die Prüfkörper vom Typ 1 ein deutlich höheres Temperaturniveau gegenüber den Prüfkörpern vom Typ 3 auf. Grund dafür ist das unterschiedliche Verhältnis von Prüfkörpervolumen zur Prüfkörperoberfläche, welches bei den Prüfkörpern von Typ 1 mit einem Wert von 3,7 fast dreimal so hoch ist, wie das der Prüfkörper vom Typ 3 (Volumen/Oberfläche = 1,3). Dem Prüfkörpertyp 3 steht somit deutlich mehr Oberfläche zur Verfügung über die, die im Körper freiwerdende Wärmemenge durch Konvektion an die Umgebung abgeführt werden kann.

Ein Anstieg der Prüfkörpertemperatur führt zu einer Materialerweichung (siehe dazu Kapitel 2.3.3), was bei den durchgeführten Lebensdaueruntersuchungen in Kraftregelung zu einer größeren Prüfkörperdehnung und damit zu einer gesteigerten Energiedichte im Material führt (siehe Abbildung 65). Wie in Kapitel 4.4 bereits diskutiert, beeinflusst dies das Risswachstumsverhalten und kann zu einem früheren Prüfkörperversagen führen.



**Abbildung 65: Hystereseschleife des Prüfkörpers Typ 3 bei Raumtemperatur (RT) und bei einer Umgebungstemperatur von 45 °C (Material: NR 1)**

Um sicherzustellen, dass die höhere Lebensdauer von volumenreduzierten Prüfkörpern auf die Auftretenswahrscheinlichkeiten von Fehlstellen zurückzuführen ist und sich nicht durch ein unterschiedliches Temperaturniveau der verschiedenen Prüfkörpertypen begründen lässt, wurden Lebensdaueruntersuchungen für den kleinsten Prüfkörpertypen (Typ 3) in einer Temperatorkammer durchgeführt. Durch eine Steigerung der Umgebungstemperatur wurden die Prüfkörper vom Typ 3 auf das Temperaturniveau gebracht, welches die Prüfkörper vom Typ 1 bei Raumtemperatur durch Eigenerwärmung einnehmen. Wie in den Abbildungen 66 und 67 zu sehen, sinkt die mittlere Lebensdauer der Prüfkörper Typ 3 durch die gesteigerte Umgebungstemperatur im Vergleich zu den Untersuchungen bei Raumtemperatur. Jedoch fällt die erreichte Lastzyklenzahl nicht auf das Niveau der Prüfkörper vom Typ 1 ab. Der größte Anteil des Unterschiedes in den ertragbaren Lastzyklenzahlen zwischen den Prüfkörpern vom Typ 3 und den Prüfkörpern vom Typ 1 kann somit nur durch die unterschiedliche Auftretenswahrscheinlichkeit von Fehlstellen erklärt werden.

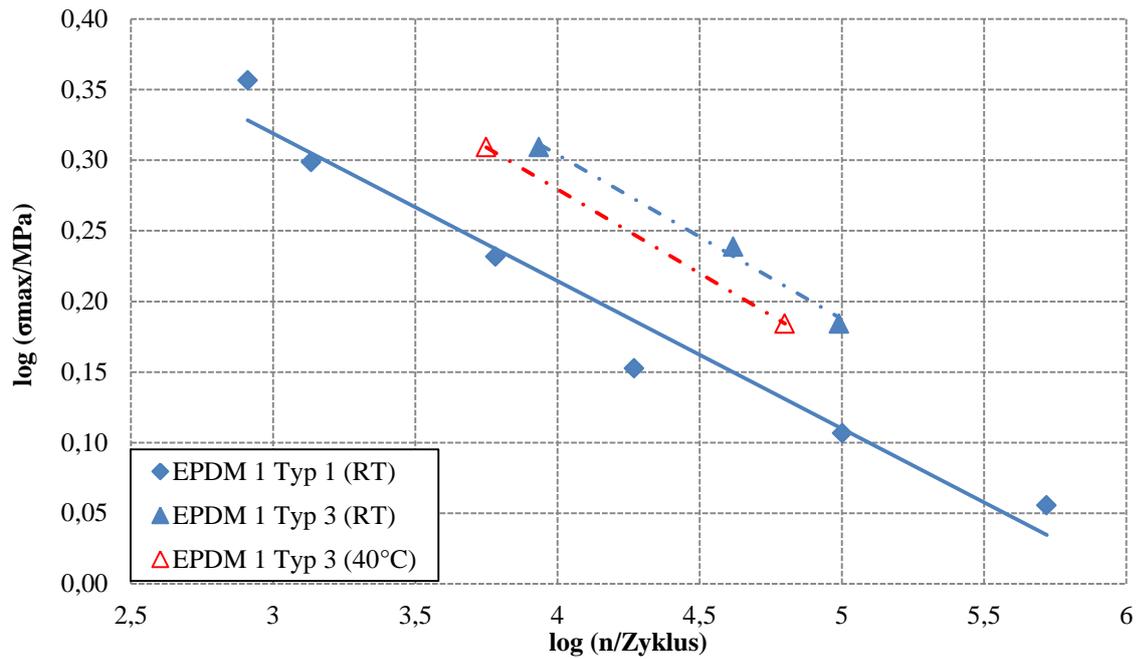


Abbildung 66: Änderung der mittleren Lebensdauer des Prüfkörpers Typ 3 bei einer Erhöhung der Umgebungstemperatur für das Material EPDM 1

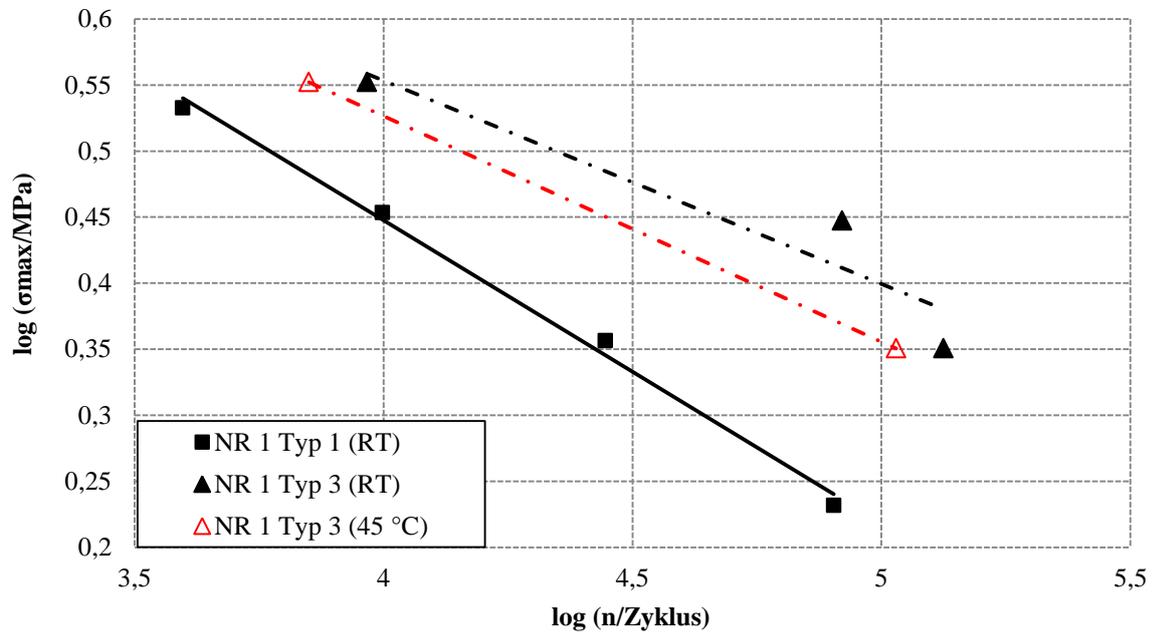


Abbildung 67: Änderung der mittleren Lebensdauer des Prüfkörpers Typ 3 bei einer Erhöhung der Umgebungstemperatur für das Material NR 1

## 4.6 Zusammenfassung der experimentellen Untersuchungen

Durch die systematische Variation einzelner Mischungsbestandteile und Herstellungsprozeduren wurde ersichtlich, dass viele Faktoren Einfluss auf die Lebensdauer von Elastomerbauteilen besitzen. In den durchgeführten Untersuchungsserien wurden diese Einflüsse einzeln herausgearbeitet. Die Verwendung von mehreren Polymertypen in Kapitel 4.1 zeigt den immensen Einfluss der Risswachstumsrate auf die Lebensdauer von Elastomerbauteilen. Die Hantelprüfkörper der Materialien mit der höchsten Risswachstumsrate sind in der Regel diejenigen, die auch am frühesten ausfallen. In Kapitel 4.2 und Kapitel 4.3 wurden durch eine Verkürzung der Ruß-Einmischzeiten sowie durch das Strainern von Kautschukmischungen gezielte Änderungen in der Füllstoff-Dispersion hervorgerufen. Dadurch wurde ersichtlich, dass das dadurch resultierende, höhere Vorkommen von großen Fehlstellen im Mischvolumen zu einem gesteigerten Auftreten von Materialfrühausfällen führt. Durch die Änderungen in der Füllstoff-Polymer-Wechselwirkung sowie der Änderung der Vernetzungssysteme (Netzknottenstrukturen) in Kapitel 4.4 stellte sich heraus, dass auch Elastomerbauteile aus Materialien mit ähnlicher Füllstoffdispersion und ähnlichen Risswachstumseigenschaften bei gleicher Spannungslast unterschiedlich ausfallen können. Der Energieeintrag pro Lastzyklus scheint hier die entscheidende Rolle zu spielen.

Die Experimente mit unterschiedlichen Prüfkörpergeometrien in Kapitel 4.5 zeigen, dass nicht nur die durch die Zusammensetzung und die Herstellung bestimmten Werkstoffeigenschaften die Lebensdauer beeinflussen. Auch die Gestaltung der Prüfkörper ist entscheidend. Eine Reduktion des kritisch beanspruchten Volumens steigert die ertragbare Lastzyklenzahl der Prüfkörper, da die Auftretenswahrscheinlichkeit von kritischen Fehlstellengrößen im Prüfvolumen sinkt.

Im experimentellen Abschnitt dieses Projektes wurde der Einfluss der Fehlstellen-Häufigkeit, der Einfluss der Risswachstumseigenschaften im Zusammenhang mit den Wöhlerkurven einer Vielzahl von Werkstoffen qualitativ diskutiert. Im nächsten Schritt soll nun ein allgemeingültiges Vorhersagemodell entwickelt werden, welches dieses Verhalten quantitativ wiedergeben kann. Dazu ist es entscheidend, einen Weg zu finden, die gefundenen Einflussfaktoren (Risswachstumseigenschaften, Fehlstellenvorkommen, Energieeintrag und beanspruchtes Prüfkörpervolumen) in der Modellbildung zu berücksichtigen.

## 5 Modellentwicklung

Um ein Lebensdauer-Vorhersagemodell zu entwickeln, welches in der Lage ist, die Ausfallstreuung von Elastomerteilen wiederzugeben, müssen die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen (Kapitel 4) berücksichtigt werden, bei denen Faktoren ermittelt wurden, die das Ausfallverhalten aktiv beeinflussen.

Dazu soll sich das angedachte Modell aus zwei Hauptelementen zusammenfügen. Ein bereits bestehender bruchmechanischer Ansatz [13] soll genutzt werden, mit dem sich der Rissfortschritt in Elastomermaterialien in Abhängigkeit der Risswachstumscharakteristik des Materials und des aktuellen Beanspruchungszustands beschreiben lässt. Da der Prozess der Rissinitiierung in diesem Verfahren nicht berücksichtigt wird, ist es jedoch nicht möglich, das Ausfallverhalten ganzer Elastomerkörper zu bestimmen. Daher soll dieser bruchmechanische Ansatz um eine noch zu entwickelnde, mathematische Formulierung erweitert werden, mit der sich die Auftretenswahrscheinlichkeit der rissinitiierenden Fehlstellenpartikel im kritischen Prüfkörpervolumen beschreiben lässt.

Die Kombination von Bruchmechanik und beschreibender Statistik soll zu einem Lebensdauermodell führen, mit dem sich die Ausfallwahrscheinlichkeit verschiedener Elastomerkörpergeometrien in Abhängigkeit des Belastungszustands und der Materialeigenschaften bestimmen lässt. Ein Abgleich der Vorhersageberechnungen mit den Ergebnissen aus den Lebensdauerexperimenten soll zur Überprüfung der Berechnungsgüte und der allgemeinen Anwendbarkeit der Methode dienen.

### 5.1 Bruchmechanische Berechnungen nach Paris und Erdogan

Wie aus den Ergebnissen der Risswachstumsuntersuchungen bereits ersichtlich wurde, besteht eine Abhängigkeit der Risswachstumsrate ( $dc/dn$ ) von der Risswachstumsenergie  $T$ . Im betrachteten Lastbereich kann dieser Zusammenhang durch die folgende Formulierung [13, 47] beschrieben werden (Siehe auch Kapitel 2.4.2):

$$\frac{dc}{dn} = BT^\beta \quad (6)$$

Für die in dieser Arbeit verwendeten Prüfkörper ist  $T$  wieder über die Formeln (8) und (9) beschrieben (Kapitel 3.2.2), die Funktionsparameter  $B$  und  $\beta$  sind Materialparameter und können verwendet werden, um das Risswachstum des betrachteten Materials zu charakterisieren. Man erhält sie aus den bereits gezeigten Risswachstumsdiagrammen (Abbildung 68). Bei einer doppelt logarithmischen Auftragung der Risswachstumsrate über

die Rissenergie stellt  $B$  den Ordinatenabschnitt der Ausgleichsgeraden und  $\beta$  deren Steigung dar.

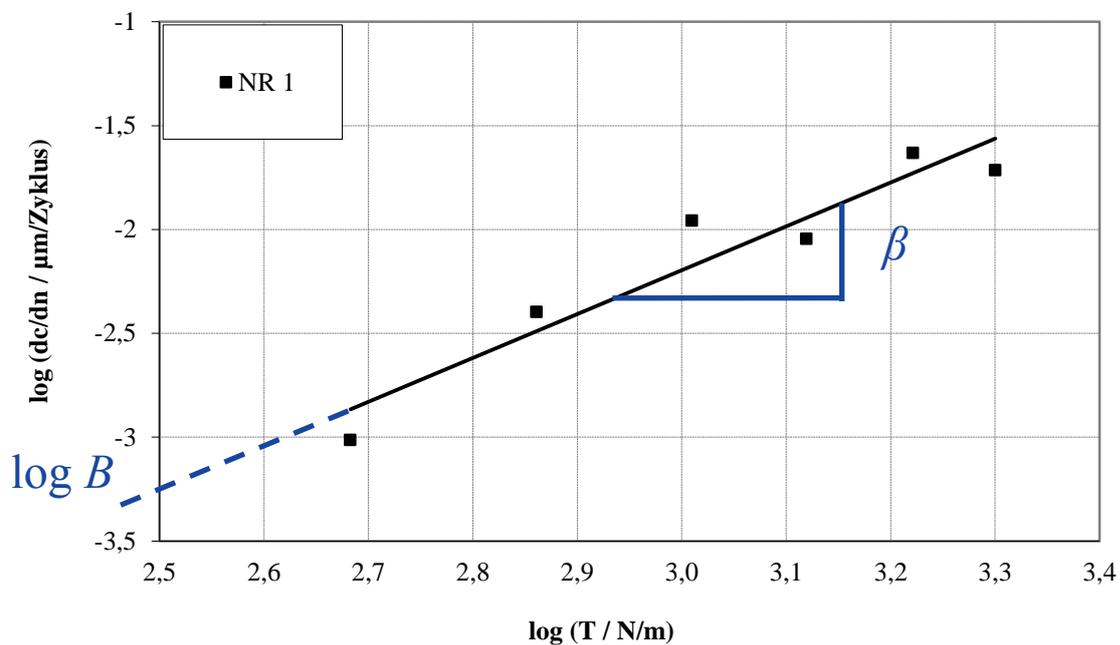


Abbildung 68: Ermittlung der Risswachstumsparameter. In der doppelt logarithmischen Darstellung beschreibt  $\beta$  die Steigung der Ausgleichsgeraden und  $B$  den Ordinatenabschnitt

Die Werte der für die vier Grundmischungen ermittelten Materialkonstanten  $B$  und  $\beta$  sind in Tabelle 11 aufgelistet.

Tabelle 11: Materialkonstanten  $B$  und  $\beta$  der vier Grundwerkstoffe

Material	$\log B$	$\beta$
EPDM 1	- 10,6580	3,1561
HNBR 1	- 11,0220	3,0629
NR 1	- 8,5270	2,1103
SBR	- 11,4260	3,3639

Eine Integration dieses funktionellen Zusammenhangs (6) führt zu einer Formulierung, mit der es möglich ist, die Zyklenzahl  $n(c_0)$  zu berechnen, die nötig ist, damit ein Riss bzw. eine Fehlstelle von der Anfangslänge  $c_0$  bis zu einer finalen Risslänge  $c_n$  wächst [13]. Der aktuelle

Belastungszustand wird durch den Deformationsparameter  $k$  sowie durch die Energiedichte  $W_{el}$  erfasst.

$$n(c_0) = \frac{1}{\beta-1} \cdot \frac{1}{B(2kW_{el})^\beta} \cdot \left( \frac{1}{c_0^{\beta-1}} - \frac{1}{c_n^{\beta-1}} \right) \quad (14)$$

Diese Formulierung kann verwendet werden, um die Lebensdauer von Elastomermaterialien unter Berücksichtigung des vorherrschenden Belastungszustands und in Abhängigkeit der Rissanfangslänge zu berechnen. Dies soll am Beispiel der Hantelprüfkörper Typ 1 für das Material NR 1 gezeigt werden. Sämtliche für die Berechnung notwendigen Informationen können den bereits durchgeführten experimentellen Untersuchungen entnommen werden.

Da die Hantelexperimente erst beim Prüfkörperbruch endeten, entspricht die finale Risslänge  $c_n$  dem Prüfkörperdurchmesser ( $d = 15 \text{ mm}$ ). Die Risswachstumsparameter  $B$  und  $\beta$  sind durch die Tear-Analyzer-Experimente bekannt. Die lastabhängige Probendeformation sowie die Energiedichte wurden während der Lebensdauerexperimente aufgezeichnet. Für die Berechnung wurde die mittlere Prüfkörperdehnung, bzw. Energiedichte verwendet, die sich bei der Hälfte der erreichten Lastzyklenzahlen einstellte. Alternativ können diese beiden Werte auch ermittelt werden, indem der Lastfall mittels FEM simuliert wird.

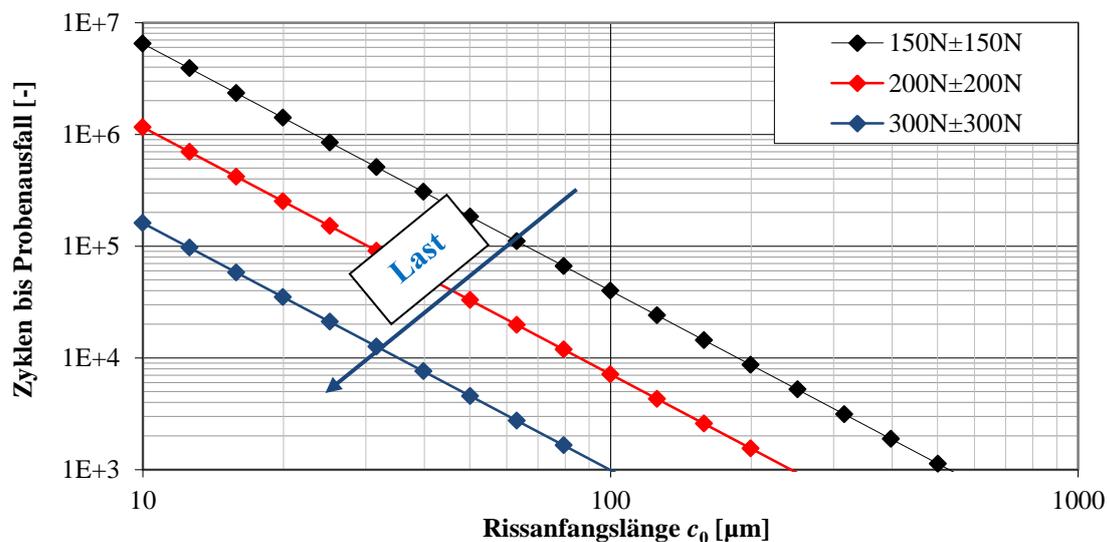


Abbildung 69: Berechnete Zyklenzahlen bis zum Prüfkörperausfall für die Standardhantel Typ 1 (Material: NR 1) für drei Lastfälle

Abbildung 69 zeigt die Berechnungsergebnisse für drei Laststufen. Unverkennbar ist die starke Abhängigkeit des Berechnungsergebnisses von der anfänglichen Risslänge  $c_0$ . So fallen die berechneten Zyklenzahlen um über zwei Dekaden ab, wenn anstatt einer Rissinitiiierungslänge von  $10 \mu\text{m}$  eine Länge von  $100 \mu\text{m}$  angenommen wird. Eine Erhöhung der Probenbelastung verschiebt die Ausfallkurven zu geringeren Zyklenzahlen.

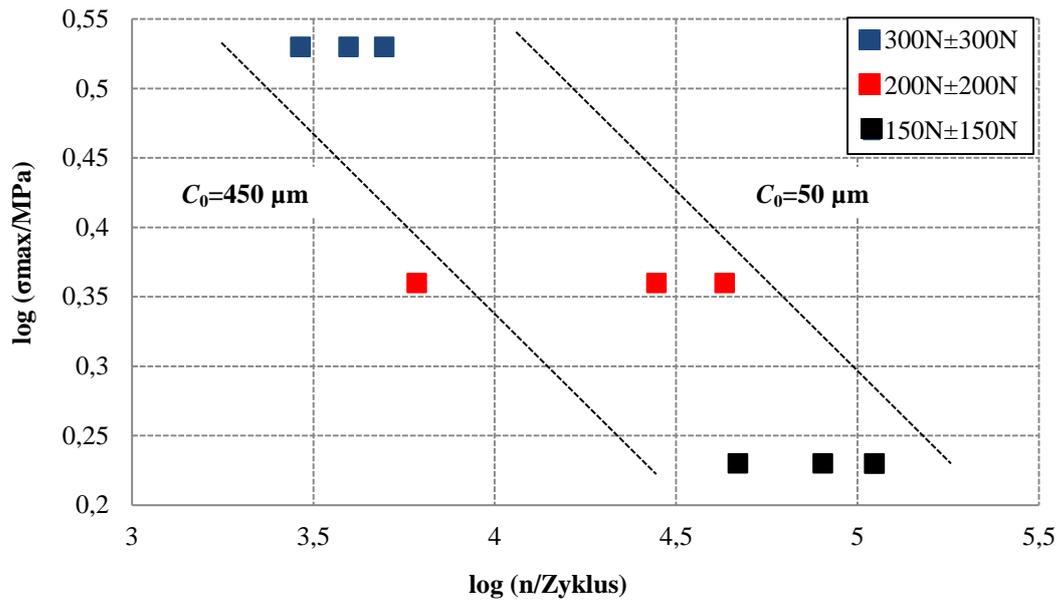


Abbildung 70: Vergleich der Berechnungsergebnisse (Linien) mit den Hantelexperimenten (Typ 1) für das Material NR 1

In Kapitel 4.2 wurde gezeigt, dass sich im Material NR 1 Fehlstellenpartikel mit Größen zwischen 50  $\mu\text{m}$  und 450  $\mu\text{m}$  finden lassen. Diese Werte können als Rissanfangslänge  $c_0$  in den Lebensdauerberechnungen verwendet werden, um den frühestmöglichen ( $c_0 = 450 \mu\text{m}$ ) und den spätestmöglichen ( $c_0 = 50 \mu\text{m}$ ) Materialausfall zu bestimmen. Wie in Abbildung 70 zu sehen ist, lässt sich auf diese Weise die zu erwartende Ausfallstreuung der Hantelprüfkörper für die drei gezeigten Laststufen sehr gut abschätzen. Die berechneten Lastzyklenzahlen für eine Rissinitiiierungslänge von 450  $\mu\text{m}$  liegen sehr nahe an den gemessenen Zykluszahlen der Materialfrühausfälle. Mit einer Rissinitiiierungslänge von 50  $\mu\text{m}$  werden die erreichten Lastwechsel der langlebigsten Prüfkörper gut angenähert.

Dies zeigt, dass die Verwendung der bruchmechanischen Formulierung von Paris und Erdogan in Kombination mit der Kenntnis über die Fehlstellengrößenverteilung ein guter Ansatz zur Bestimmung der Lebensdauer von im Zugschwellbereich belasteten Elastomerteilen ist. Allerdings muss eine solche Methodik weiter ausgearbeitet werden. Das verwendete Berechnungskonzept berücksichtigt zwar die bruchmechanisch relevanten materialspezifischen Eigenschaften (Risswachstum und sich im Belastungsfall einstellende Energiedichte) und kann genutzt werden, um die mögliche Streuung der Prüfkörper bei einer bestimmten schwellenden Zuglast abzuschätzen, es liefert aber noch keine Information über die Lage der mittleren Lebensdauer oder die Häufigkeit von Frühausfällen. Um dieses zu leisten, muss die Berechnung um einen Ansatz erweitert werden, welcher die statistischen

Auftretenswahrscheinlichkeiten von verschiedenen Rissinitiierungsgrößen im Prüfkörpervolumen berücksichtigt.

## **5.2 Beschreibung der Partikelaufttrittswahrscheinlichkeit**

Bereits in den Experimenten mit Materialien von unterschiedlicher Dispersionsgüte (Kapitel 4.2 und Kapitel 4.3) wurde ersichtlich, dass die im Mischvolumen vorliegende Häufigkeit von undispergierten Partikeln bzw. Fehlstellen die mittlere Lebensdauer und die Ausfallstreuung von Elastomerteilen beeinflusst. Folglich muss ein Weg gefunden werden, diese Auftretenswahrscheinlichkeit mathematisch zu erfassen, um sie anschließend mit den bruchmechanischen Berechnungen von Paris und Erdogan (Kapitel 5.1) kombinieren zu können. Auch die in Kapitel 4.5 gezeigte Abhängigkeit der Lebensdauer vom Prüfkörpervolumen muss von einem solchen Ansatz berücksichtigt werden.

Die Entwicklung einer solchen Methodik bedarf mehrerer Schritte. Zunächst wird eine Funktion benötigt, mit der es möglich ist, die diskret gemessene Partikelgrößenverteilung kontinuierlich zu beschreiben. Dazu muss erforscht werden, wie viel Material untersucht werden muss, bis das Fehlstellenpartikelvorkommen einer Elastormischung mit ausreichender Sicherheit bestimmt ist. Erst dann kann in einem finalen Schritt ein mathematisches Konzept angewandt werden, mit dem sich die statistische Auftretenswahrscheinlichkeit von Fehlstellen in einem bestimmten Volumen beschreiben lässt.

### **5.2.1 Ermittlung des notwendigen Messvolumens und funktionelle Beschreibung der Partikelgrößenverteilung**

Dass das Auftreten von Fehlstellen ein statistischer Effekt ist, wirkt sich nicht nur auf die Ermittlung von Lebensdauerkenndaten aus, sondern muss auch bei der Dispersionscharakterisierung beachtet werden. Da die Häufigkeit der einzelnen Fehlstellengrößen von Prüfkörper zu Prüfkörper variiert, stellt sich die Frage, wie viel Volumen vermessen werden muss, bis von den stichprobenartigen Messungen auf die Fehlstellenverteilung der gesamten Mischung geschlossen werden kann. Dies wurde für die Materialien EPDM 1 und NR 1 untersucht, indem auf Grundlage der CT-Untersuchungen eine statistische Auswertung erfolgte. Dafür wurden für beide Materialvarianten jeweils 10 Hantelprüfkörper im Computer-Tomographen charakterisiert, was in etwa einem Messvolumen von  $50.000 \text{ mm}^3$  entspricht. Anschließend wurden die undispergierten Partikel, wie üblich, nach ihrem Durchmesser in Klassen unterteilt. Für jede einzelne Partikelklasse wurde anschließend ermittelt, wie viele Prüfkörper untersucht werden müssen.

Die minimal benötigte Menge an Prüfkörpern  $N_s$  in Abhängigkeit von der Standardabweichung  $s$ , dem Wahrscheinlichkeitsquantil  $z$  und dem tolerierbaren Fehler  $e$  ergibt sich wie folgt [81, 82]:

$$N_s \geq \frac{z^2 \cdot s^2}{e^2} \quad (15)$$

Die Standardabweichung der Häufigkeiten je Partikelklasse wurde aus den Messwerten der 10 Hantelprüfkörper ermittelt. Für  $z$  wurde das 95 %-Quantil gewählt (2,262) und es wurde festgelegt, dass ein Fehler in der Häufigkeit von 10 % tolerierbar ist. Mit diesen Annahmen ergaben sich die in Abbildung 71 dargestellten Stichprobengrößen je Durchmesserklasse.

Für beide Materialien gilt, dass man weniger als 10 CT-Proben benötigt, um die Partikelklassen bis 150  $\mu\text{m}$  mit ausreichender Statistik abzusichern. Das liegt daran, dass diese Partikel mit einer sehr hohen Anzahl in den Probekörpern vorliegen und somit wenig Volumen benötigt wird, um die zu erwartende Auftretenshäufigkeit zu bestimmen. Die Partikel ab einem Durchmesser von 150  $\mu\text{m}$  sind deutlich seltener und die Streuung der in den Einzelmessungen ermittelten Häufigkeiten ungleich größer, weshalb der notwendige Stichprobenumfang auf einen Wert von über 50 Prüfkörpern ansteigt. Ein solcher Stichprobenumfang ist unrealistisch, da er einen immensen Messaufwand erfordern würde. Daher ist es nötig, das gemessene Partikelvorkommen über eine Anpassungsfunktion zu beschreiben und mit Hilfe einer solchen Funktion auf die Häufigkeiten in den selteneren Partikelgrößenbereichen zu schließen, die durch die begrenzte Anzahl an Messungen nicht ausreichend (repräsentativ) charakterisiert werden können.

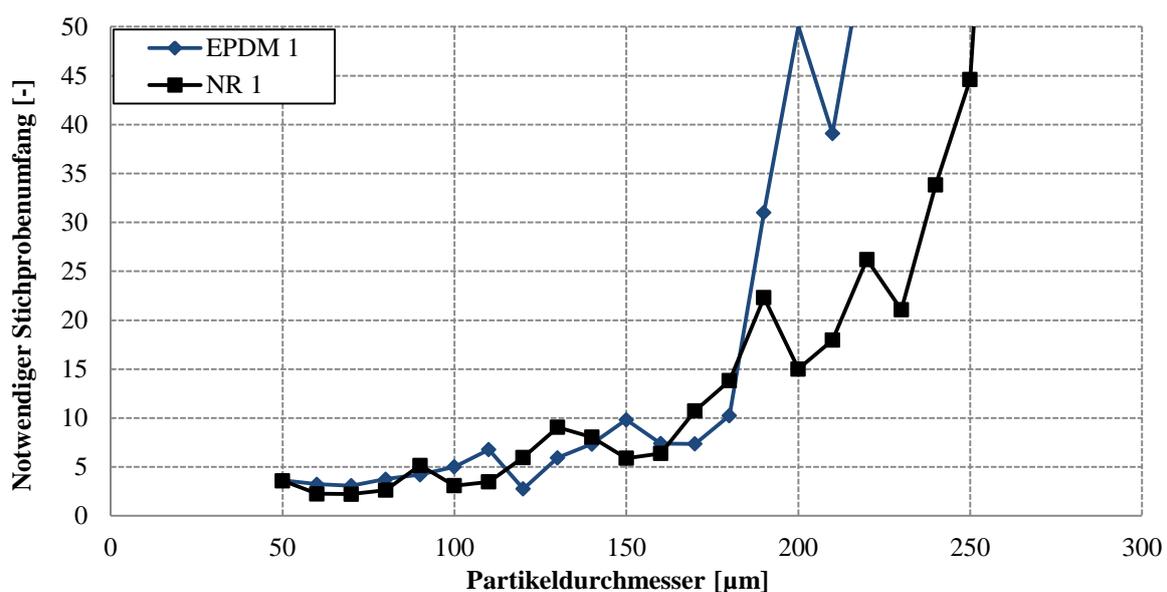


Abbildung 71 : Benötigter Stichprobenumfang je Partikelklasse für die Materialien EPDM 1 und NR 1. Eine Stichprobe entspricht einem ausgewerteten Volumen von etwa  $5000 \text{ mm}^3$ .

## Auswahl einer geeigneten Verteilungsfunktion zur Beschreibung der Partikelgrößenverteilung

Da die ermittelten Partikelgrößenverteilungen sämtlicher Werkstoffe nicht zwangsläufig auf eine Normalverteilung schließen lassen (siehe dazu Kapitel 4), wurden mehrere beschreibende Funktionen zur Anpassung verwendet und deren Anpassungsgüten an die gemessenen Partikel-Häufigkeiten miteinander verglichen. Dazu wurden neben der Normalverteilung zwei weitere Funktionen ausgewählt, von denen bekannt ist, dass durch eine Änderung der Funktionsparameter ein breites Spektrum an unterschiedlichen Verteilungsverläufen beschrieben werden kann. Dies ist zum einen die im technischen Bereich oft zum Einsatz kommende Weibull-Verteilung [83] sowie die logarithmische Normalverteilung, die auch Anwendung findet, um in Stahlwerkstoffen vorliegende Partikelgrößenverteilungen zu beschreiben [2, 84, 85].

Normalverteilung:

$$f(x) = \frac{A}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{\left(-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right)} \quad (16)$$

Weibull-Verteilung

$$f(x) = \lambda k_W (\lambda x)^{k_W-1} e^{-(\lambda x)^{k_W}} \quad (17)$$

Logarithmische Normalverteilung:

$$f(x) = \frac{A}{\sigma x \sqrt{2\pi}} e^{\left(-\frac{\ln\left(\frac{x}{\mu}\right)^2}{2\sigma^2}\right)} \quad (18)$$

Die Funktionen wurden über die Variation ihrer Parameter, im Falle der Normalverteilung und der logarithmischen Normalverteilung  $A$  (Flächeninhalt),  $\sigma$  (Standardabweichung) und  $\mu$  (Erwartungswert) sowie im Falle der Weibull-Verteilung über den Skalenparameter  $\lambda$  und den Formparameter  $k_W$  mit folgendem Regressions-Kriterium an die Messwerte  $y$  angepasst:

$$\varphi = \min \sum \left( \frac{y-f(x)}{f(x)} \right)^2 \quad (19)$$

In Tabelle 12 sind die Bestimmtheitsmaße  $r_f^2$  der so erstellten Anpassungsfunktionen für die vier Grundwerkstoffe dargestellt. In allen Fällen liefert die Normalverteilung die niedrigsten Bestimmtheitsmaße und hat somit die geringste Anpassungsgüte. Aufgrund ihres Vermögens, auch schiefe Verläufe abzubilden, lassen sich die gemessenen Verteilungsfunktionen sowohl mit der Weibull-Verteilung als auch mit der logarithmischen Normalverteilung besser annähern. Im Vergleich zur Normalverteilung sind die Bestimmtheitsmaße deutlich größer. Mit Hilfe der logarithmischen Normalverteilung können die Partikelgrößenverteilungen aller

Materialien mit dem höchsten Bestimmtheitsmaß beschrieben werden, weshalb für die weitergehende Vorhersagemodell-Entwicklung diese Funktion ausgewählt wurde.

Tabelle 12: Bestimmtheitsmaße ( $r_f^2$ ) der Anpassungsfunktionen

Funktionstyp	EPDM 1	HNBR 1	NR 1	SBR
Normalverteilung	0,8979	0,9095	0,8926	0,9184
Weibull-Verteilung	0,9580	0,9636	0,9824	0,9532
Log. Normalverteilung	0,9998	0,9979	0,9967	0,9997

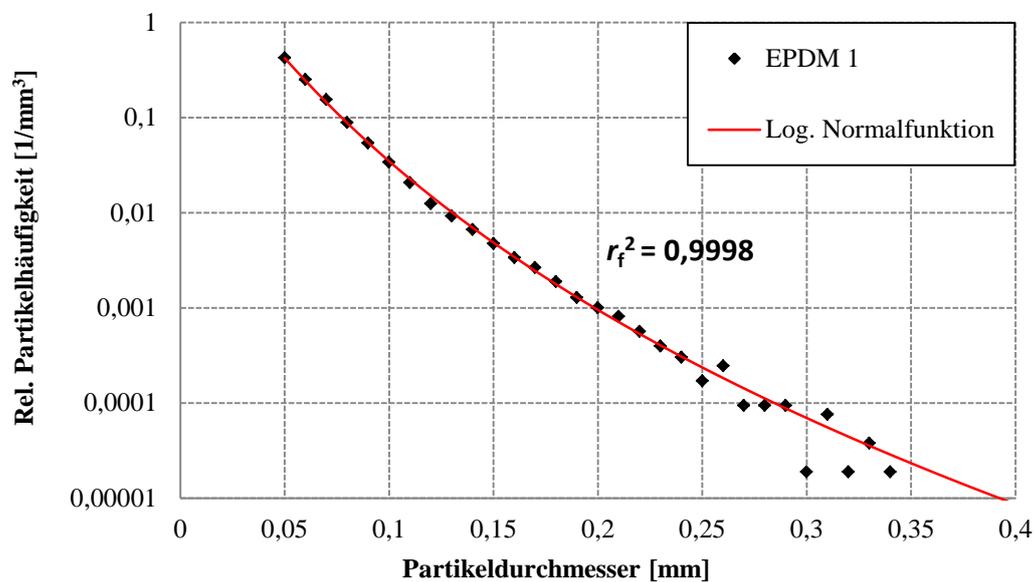


Abbildung 72: Beschreibung der gemessenen Partikelgrößenverteilung des EPDM-Materials mit der logarithmischen Normalverteilung

**Tabelle 13: Funktionsparameter der log. Normalfunktion bei einer Anpassung an die jeweilige Partikelgrößenverteilung**

Material	$A$	$\sigma$	$\mu$	$r_f^2$
EPDM 1	0,070	0,659	0,023	0,9998
HNBR 1	1,700	0,810	0,005	0,9979
NR 1	0,034	0,640	0,037	0,9966
SBR	1,000	0,825	0,005	0,9997

### **Ermittlung des zur Funktionsanpassung notwendigen Messvolumens**

Mit Hilfe der logarithmischen Normalverteilung lassen sich die gemessenen Partikelgrößenverteilungen mit hoher Güte beschreiben. Eine Fragestellung, die es bei der Funktionsanpassung zu beachten gilt, ist die, wie viel Mischungsvolumen mittels Computertomographie charakterisiert werden muss, um die Partikelgrößenverteilungen zu beschreiben. Dazu wurde das der Funktionsanpassung zugrundeliegende Messvolumen für die vier Grundwerkstoffe schrittweise gesteigert und beobachtet, ab wann sich der Verlauf der Anpassungsfunktion nicht mehr signifikant ändert.

Da über das verwendete Regressionskriterium (Formel (19)) alle Durchmesserklassen bei der Funktionsanpassung gleichmäßig gewichtet werden, sind, wie bereits gezeigt wurde, die kleineren Durchmesserklassen mit wesentlich geringeren Stichprobenumfang statistisch abgesichert. Folglich ist ein großer Abschnitt der Anpassungsfunktion (bis etwa 150  $\mu\text{m}$  Partikeldurchmesser) bereits mit vergleichsweise kleinem Messvolumen ausreichend definiert. Es gilt noch zu ermitteln, ab wie vielen untersuchten Probekörpern die Schwankungen der Häufigkeitswerte der größeren Partikeldurchmesserklassen den Funktionsfit nicht mehr beeinflussen. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist in den Abbildungen 73 und 74 für die Materialien EPDM 1 und NR 1 zu sehen.

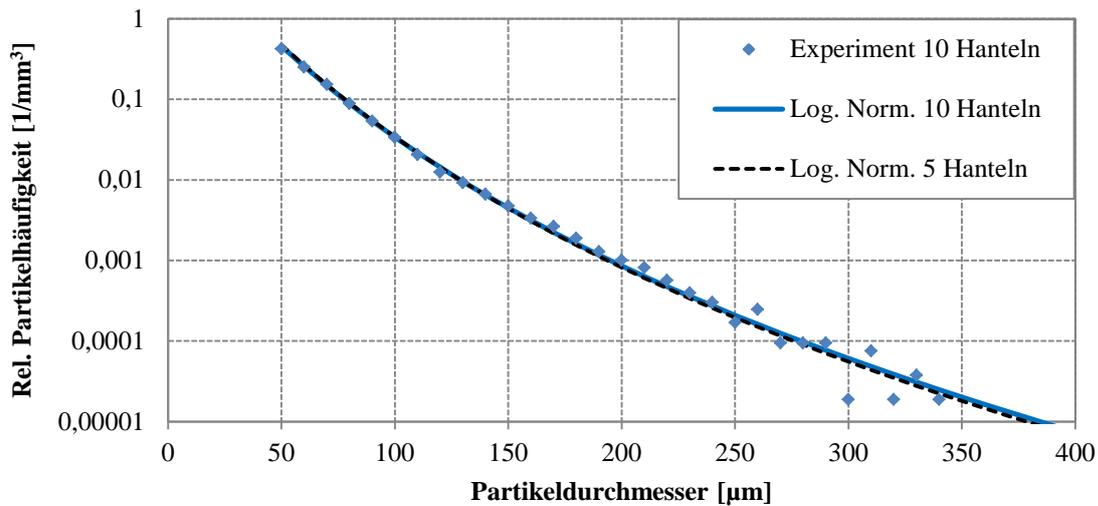


Abbildung 73: Gegenüberstellung der log. Normalfunktionen für das Material EPDM 1 bei einer Messstatistik von 5 Hantelprüfkörpern (gestrichelte Linie, Funktionsparameter:  $A: 0,070$   $\sigma: 0,658$   $\mu: 0,024$   $r_f^2: 0,998$ ) und bei einer Messstatistik von 10 Hantelprüfkörpern (durchgezogene Linie, Funktionsparameter:  $A: 0,070$   $\sigma: 0,659$   $\mu: 0,023$   $r_f^2: 0,998$ )

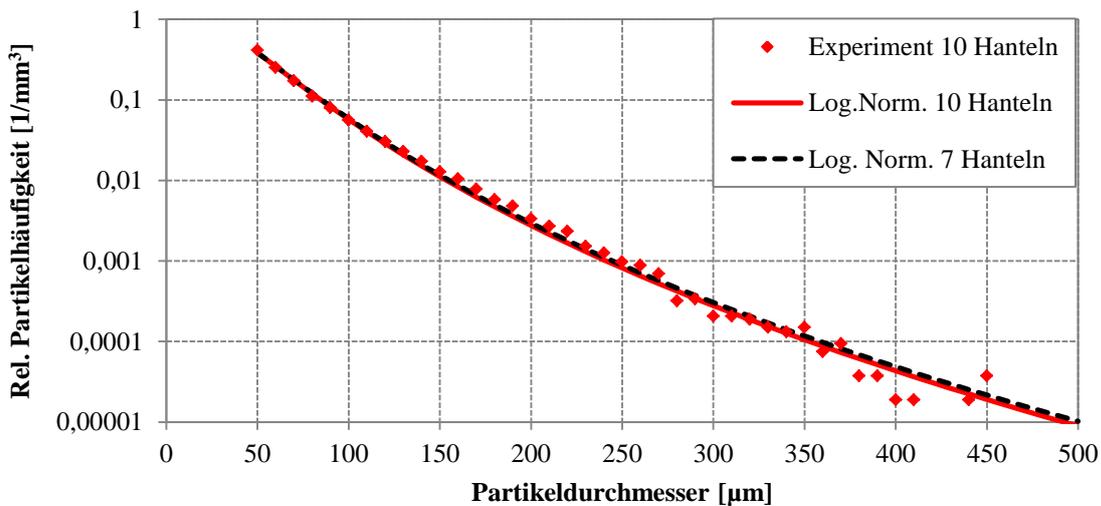


Abbildung 74: Gegenüberstellung der log. Normalfunktionen für das Material NR 1 bei einer Messstatistik von 7 Hantelprüfkörpern (gestrichelte Linie, Funktionsparameter:  $A: 0,034$   $\sigma: 0,644$   $\mu: 0,038$   $r_f^2: 0,9960$ ) und bei einer Messstatistik von 10 Hantelprüfkörpern (durchgezogene Linie, Funktionsparameter:  $A: 0,034$   $\sigma: 0,640$   $\mu: 0,037$   $r_f^2: 0,9966$ )

Dargestellt sind für die beiden Materialien die mittleren Häufigkeiten von 10 Hanteln und die jeweils dazugehörige Anpassungsfunktion. Weiterhin findet sich in jedem der beiden Diagramme eine Funktion desselben Typs, die an die mittlere Häufigkeit eines geringeren Stichprobenumfangs angepasst wurden. Es ist zu erkennen, dass ab einer Messstatistik von fünf Prüfkörpern für das EPDM 1 keine signifikanten Unterschiede mehr zwischen den beiden Funktionen bestehen (siehe dazu die angegebenen Funktionsparameter in den Abbildungen 73 und 74). Folglich bietet eine Messstatistik von 5 Prüfkörpern, was in etwa

einem Messvolumen von 25.000 mm<sup>3</sup> entspricht, eine ausreichende Sicherheit, um die Verteilungsfunktion zu definieren.

Die größten Partikel, die im EPDM 1 gefunden werden konnten, besitzen einen Durchmesser von 350 µm. Da im Werkstoff NR 1 Partikel bis zu einem Durchmesser von 450 µm gefunden wurden, muss die Verteilungsfunktion über einen größeren Wertebereich an die Messdaten angepasst werden, weshalb erst ab der Messstatistik von 7 Prüfkörpern (35.000 mm<sup>3</sup>) keine wesentliche Änderung im Funktionsverlauf mehr auftritt.

Die Materialien der HNBR-Serie sowie das SBR besitzen gegenüber dem EPDM und dem NR eine wesentlich höhere Dispersionsgüte (Kapitel 4.1). Die dazugehörigen Ausgleichsfunktionen müssen somit einen vergleichsweise kleinen Bereich beschreiben. Die Partikelhäufigkeit ist dadurch ebenfalls ab einem Messvolumen von 25.000 mm<sup>3</sup> ausreichend charakterisiert.

In Tabelle 14 ist das benötigte Messvolumen für die vier Grundmaterialien unter den gegebenen Messbedingungen zusammengefasst.

**Tabelle 14: Benötigtes Messvolumen zur verlässlichen Funktionsanpassung für die vier Grundmischungen**

Material	Anzahl an Prüfkörpern	Äquivalentes Volumen
EPDM 1	5	25.000 mm <sup>3</sup>
HNBR 1	5	25.000 mm <sup>3</sup>
NR 1	7	35.000 mm <sup>3</sup>
SBR	5	25.000 mm <sup>3</sup>

### 5.2.2 Beschreibung der Auftretenswahrscheinlichkeit

In den vorhergegangenen Kapiteln wurde ein Weg gezeigt, mit dem die Partikelgrößenverteilung im Mischvolumen mit ausreichender Sicherheit beschrieben werden kann. Daran anschließend muss nun eine Lösung für die Fragestellung gefunden werden, wie hoch die Wahrscheinlichkeit von Partikeln einer bestimmten Größe in einem Teilvolumen ist, welches dieser Mischung entnommen wird.

Um die Auftretenswahrscheinlichkeiten zu beschreiben, wurde ein einfacher kombinatorischer Ansatz gewählt (Multinomialverteilung) [86, 87]. Mit diesem ist es möglich, die Wahrscheinlichkeit  $W(N_1, \dots, N_K)$  für den Besetzungszustand eines Systems zu berechnen, in dem sich eine Menge von gleichartigen Elementen  $N_K = \sum_k N_i$  auf mehrere unterschiedlich große Teilbereiche aufteilt. Die Wahrscheinlichkeit  $P_k$  mit der ein einzelnes Element in einem Bereich vorliegen kann, kann dabei variieren.

$$W(N_1, \dots, N_K) = \frac{N!}{N_1! \dots N_K!} \cdot P_1^{N_1} \dots P_K^{N_K} \quad (20)$$

Diese Formulierung kann nun angewendet werden, um die Wahrscheinlichkeit von Partikeln mit einem Durchmesser  $\emptyset X$  in den Probekörpern zu berechnen. Mit welcher Häufigkeit  $N_{\emptyset X}$  die Partikel dieses Durchmessers in der Mischung auftreten, kann durch die vorhergegangenen Untersuchungen in Kapitel 5.2.1 als bekannt angenommen werden. Die Bereiche, die die Partikel besetzen können, sind lediglich das gesamte Mischungsvolumen  $V_{\text{Mischung}}$  oder das geprüfte Teilvolumen des Probekörpers  $V_{\text{Prüfung}}$ , der dieser Mischung entnommen wird. Die Einzelwahrscheinlichkeit des Partikelauftretens in den unterschiedlichen Bereichen ist über das Volumenverhältnis gegeben.

Rechnerisch ist es effizienter, zunächst die Wahrscheinlichkeit des Falles zu bestimmen, bei dem alle Partikel im Mischungsvolumen vorliegen, da sich die Formulierung wie folgt vereinfacht:

$$W(N_{\emptyset X}, \mathbf{0}) = \frac{N!}{N_{\emptyset X}! \cdot 0!} \cdot \left( \frac{V_{\text{Mischung}} - V_{\text{Prüfung}}}{V_{\text{Mischung}}} \right)^{N_{\emptyset X}} \cdot \left( \frac{V_{\text{Prüfung}}}{V_{\text{Mischung}}} \right)^0 \quad (21)$$

$$W(N_{\emptyset X}, \mathbf{0}) = \left( \frac{V_{\text{Mischung}} - V_{\text{Prüfung}}}{V_{\text{Mischung}}} \right)^{N_{\emptyset X}} \quad (22)$$

Über die Bildung des komplementären Ereignisses erhält man anschließend die Wahrscheinlichkeitsfunktion für den Fall, dass mindestens ein Partikel mit dem Durchmesser  $\phi X$  im Mischungsvolumen vorliegt:

$$\bar{W}(N_{\phi X}) = 1 - W(N_{\phi X}, 0) \quad (23)$$

Durch die Ableitung nach dem Partikeldurchmesser  $\phi X$  ergibt sich die dazugehörige Wahrscheinlichkeitsdichte:

$$\bar{W}'(N_{\phi X}) = (\bar{W}(N_{\phi X}))' \quad (24)$$

Dieses Vorgehen kann auf alle Durchmesser der Partikelgrößenverteilung der jeweiligen Mischung angewandt werden und führt zu einem Ergebnis, wie es in Abbildung 75 für das Material NR 1 dargestellt ist.

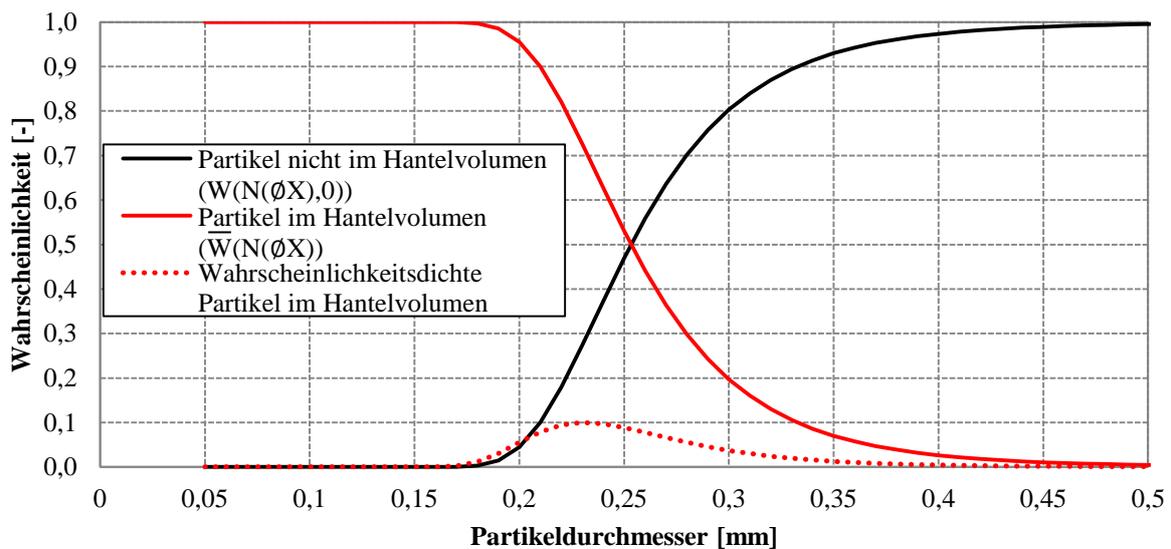


Abbildung 75: Berechnete Partikelwahrscheinlichkeiten im Hantelvolumen für den Hantelprüfkörper Typ 1 in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers (Material: NR 1)

Zu sehen ist sowohl die Wahrscheinlichkeitsfunktion für den Fall, dass sämtliche Partikel im Mischungsvolumen vorliegen, als auch die Funktion des dazugehörigen Gegenereignisses. Die Wahrscheinlichkeit, ein Partikel mit großem Durchmesser im Prüfkörpervolumen zu finden, ist aufgrund der geringen Häufigkeit nahe null. Mit sinkendem Durchmesser steigt die Häufigkeit der in der Mischung befindlichen Partikel und damit auch die Wahrscheinlichkeit, dass diese Partikel im Prüfkörper auftreten. Ab einem gewissen Durchmesser sind die Partikel

so häufig, dass diese mit absoluter Sicherheit im Prüfkörper vorkommen und die Funktion nimmt den Wert von 1 an.

Da das Verhältnis vom gesamten Mischvolumen zum Probekörpervolumen mit in die Berechnung einfließt, kann die Auftretenswahrscheinlichkeit der Partikel für alle verwendeten Prüfkörpertypen berechnet werden (Abbildung 76). Es ist zu erkennen, dass sich mit einem sinkenden Prüfkörpervolumen die Wahrscheinlichkeitskurve zu kleineren Partikeldurchmessern verschiebt. Die in den Experimenten gemachte Beobachtung, dass die Wahrscheinlichkeit, größere Partikel im Prüfkörper zu finden, zusammen mit dem Prüfkörpervolumen sinkt, wird durch die Berechnungen wiedergegeben.

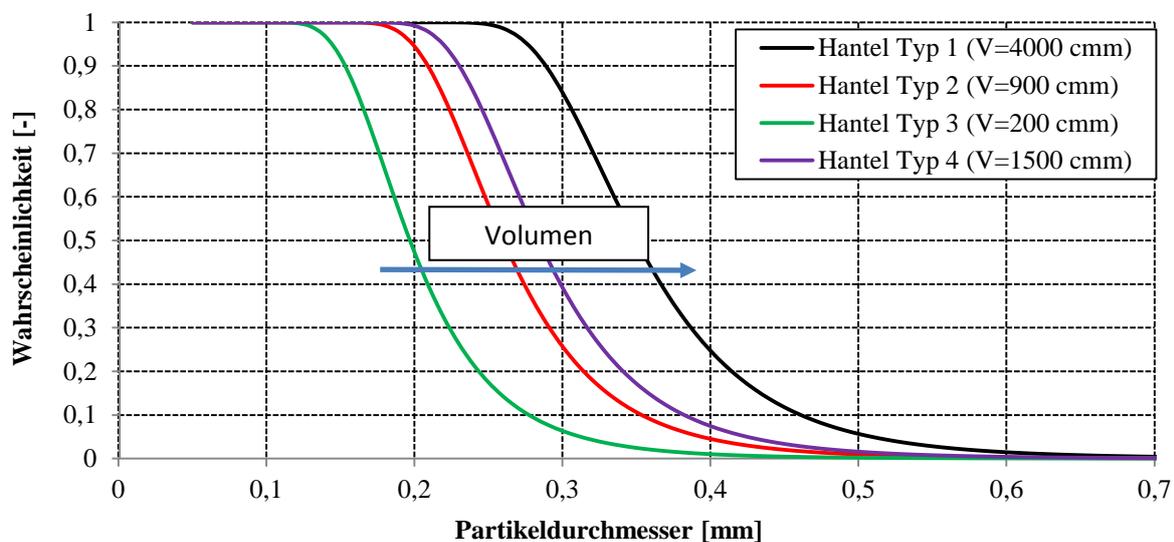


Abbildung 76: Berechnete Auftretenswahrscheinlichkeiten in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers für die unterschiedlichen Prüfvolumen (siehe Kapitel 3.2.4) der Hantelprobekörper (Material: NR 1)

### 5.3 Vorausberechnung der Ausfallwahrscheinlichkeiten von homogen beanspruchten Prüfkörpern

In Kapitel 5.1 wurde mit Hilfe der Formulierung von Paris und Erdogan ein Weg gefunden, um die ertragbare Lastzyklenzahl  $n$  von Prüfkörpern in Abhängigkeit der Rissinitiierungslänge  $c_0$  zu berechnen. In Kapitel 5.2 wurde eine Methode präsentiert, mit der sich die Auftretenswahrscheinlichkeit  $\bar{W}(N_{\phi X})$  von Partikeln im Prüfkörpervolumen bestimmen lässt. Im folgenden Abschnitt soll nun gezeigt werden, wie sich die beiden Ansätze zusammenführen lassen, um die zu erwartende ertragbare Lastzyklenzahl von Prüfkörpern vorherzusagen. Die Anwendung der Berechnungsmethode wird am Beispiel des Materials NR 1 für den Prüfkörper Typ 1 exemplarisch vorgeführt. Anschließend erfolgt eine Parameterstudie, bei der die zur Berechnung notwendigen Eingabedaten systematisch variiert

werden und die so erzeugten Berechnungsergebnisse auf ihre logische Nachvollziehbarkeit überprüft werden. Abschließend soll mit dem Vorhersagekonzept das Ausfallverhalten von mehreren in dieser Arbeit verwendeten Materialien vorhergesagt werden und ein Vergleich mit den experimentell ermittelten Lebensdauerzyklen der Prüfkörper erfolgen.

Sämtliche zur Berechnung notwendigen Materialdaten (Risswachstumseigenschaften, Dispersionscharakteristiken) sind aus den bereits erfolgten Experimenten bekannt. Die sich bei einer Belastung einstellende Prüfkörperdeformation und die dazugehörige Energiedichte können aus den Wöhler-Experimentaldaten ermittelt oder alternativ Finite-Elemente-Simulationen entnommen werden.

### 5.3.1 Berechnung der zu erwartenden Lebensdauer

Mit der Annahme, dass der Durchmesser der im Mischungsvolumen vorliegenden Fehlstellen die Rissinitiierungslänge darstellt, kann die Partikel-Verteilungsfunktion (Kapitel 5.2.1) auch wie folgt formuliert werden:

$$N(c_0) = \frac{A}{\sigma c_0 \sqrt{2\pi}} e^{\left(-\frac{\ln\left(\frac{c_0}{\mu}\right)^2}{2\sigma^2}\right)} \quad (25)$$

Die sich aus der Partikelhäufigkeit  $N(c_0)$  ergebende Wahrscheinlichkeit, dass die Fehlstellengröße  $c_0$  im Prüfkörpervolumen vorliegt, ergibt sich dann auf diese Weise:

$$\bar{W}(c_0) = 1 - \left(\frac{V_{\text{Mischung}} - V_{\text{Prüfung}}}{V_{\text{Mischung}}}\right)^{N(c_0)} \quad (26)$$

Durch ein Umformen der Paris und Erdogan Gleichung kann die Fehlstellengröße  $c_0$  in Abhängigkeit der zugehörigen ertragbaren Lastzyklenzahl  $n$  angegeben werden:

$$c_0(n) = \left(\frac{n}{C} + D\right)^{\frac{1}{1-\beta}} \quad (27)$$

Mit den Konstanten:

$$C = \frac{1}{(\beta-1)B(2kW_{e1})^\beta} \quad (28)$$

$$D = \frac{1}{c_n^{\beta-1}} \quad (29)$$

Über das Einsetzen von  $c_0(n)$  in Formel (25) und Formel (26) kann dann die Wahrscheinlichkeit für den Prüfkörperausfall in Abhängigkeit der Lastzyklenzahl bestimmt werden:

$$\bar{W}(n) = 1 - \left(\frac{V_{\text{Mischung}} - V_{\text{Prüfung}}}{V_{\text{Mischung}}}\right)^{N(c_0(n))} \quad (30)$$

Abbildung 77 zeigt die so errechnete Ausfallwahrscheinlichkeit des Hantelprüfkörpers Typ 1 für das Material NR 1 bei einer sinusförmig zwischen 0 N und 400 N schwingenden Last. Für niedrige Lastzyklenzahlen ist der Funktionswert 0, der Prüfkörper fällt nicht aus. Ab etwa 5.000 Lastzyklen steigt die Wahrscheinlichkeit des Materialversagens an, bis bei einer Lastzyklenzahl von etwa 17.000 der Funktionswert 1 erreicht ist und die Hantel sicher gebrochen ist. Der Funktionsbereich mit dem Funktionswert  $0 < \bar{W}(n) < 1$  gibt somit Auskunft über die mögliche Ausfallstreibreite der Hantelprüfkörper. Bildet man die Ableitung der Wahrscheinlichkeitsfunktion, erhält man die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion, die die Ausfallverteilung in diesem Intervall wiedergibt und mit der der Erwartungswert  $E_n(n)$  bestimmt werden kann.

$$\bar{W}'(n) = (\bar{W}(n))' \quad (31)$$

$$E_n(n) = \int n \bar{W}'(n) dn \quad (32)$$

Das Ausfallverhalten der Probekörper ist somit für diese Laststufe vollständig bekannt. Die errechneten Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen weisen nicht den Verlauf einer Standardnormalverteilung auf (siehe dazu Abbildung 78 und die Berechnungsergebnisse im Anhang), weshalb es nicht gelingt, den möglichen errechneten Ausfallbereich der Prüfkörper über den Erwartungswert  $E_n(n)$  in Kombination mit der Standardabweichung  $\sigma(n)$  zu definieren, wie es in einem solchen Falle übliche Praxis wäre [86, 87]. In Anlehnung an das  $E_n(n) \pm 3\sigma(n)$ -Konfidenzintervall der Standardnormalverteilung, in dem 99,73 % aller möglichen Ereignisse liegen, wurde zur weiteren Darstellung der Berechnungsergebnisse als möglicher Ausfallbereich der Elastomerprüfkörper der Lastzyklenzahlbereich gewählt, in dem, ausgehend vom Erwartungswert  $E_n(n)$ , 99,9 % der von der Dichtefunktion eingeschlossenen Fläche liegen.

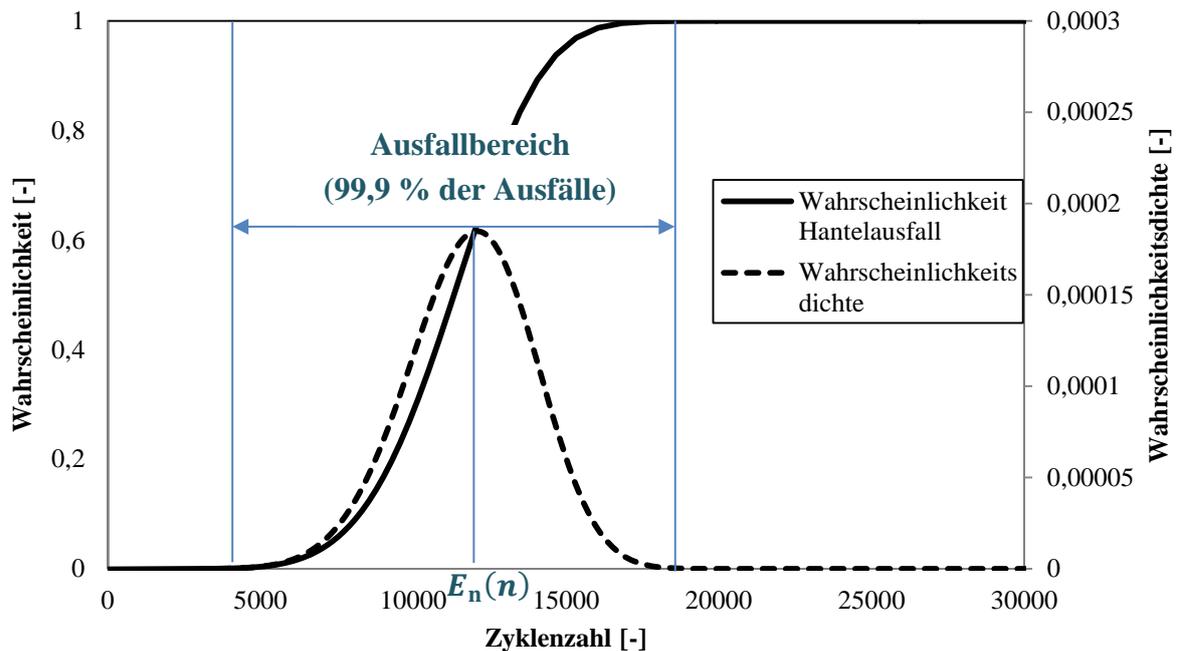


Abbildung 77: Berechnete wahrscheinliche ertragbare Lastzyklenzahl des Hantelprüfkörpers Typ 1 bei der Laststufe  $200\text{N} \pm 200\text{N}$  (Material: NR 1)

In Abbildung 78 sind die auf diese Weise berechneten Wahrscheinlichkeitsdichten aller verwendeten Laststufen für das Material NR 1 dem experimentellen Ausfallverhalten der Prüfkörper (Typ 1) gegenübergestellt. Anders als bisher sind die erreichten Lastzyklenzahlen der Prüfkörper zunächst zusammen mit der, zur jeweiligen Laststufe gehörenden, bruchmechanisch relevanten Energiedichte dargestellt (siehe dazu Kapitel 5.1). Es ist zu sehen, dass die Wahrscheinlichkeitsdichten der jeweiligen Laststufe im selben Lastzyklenbereich liegen, in dem die Prüfkörper während der Experimente ausgefallen sind.

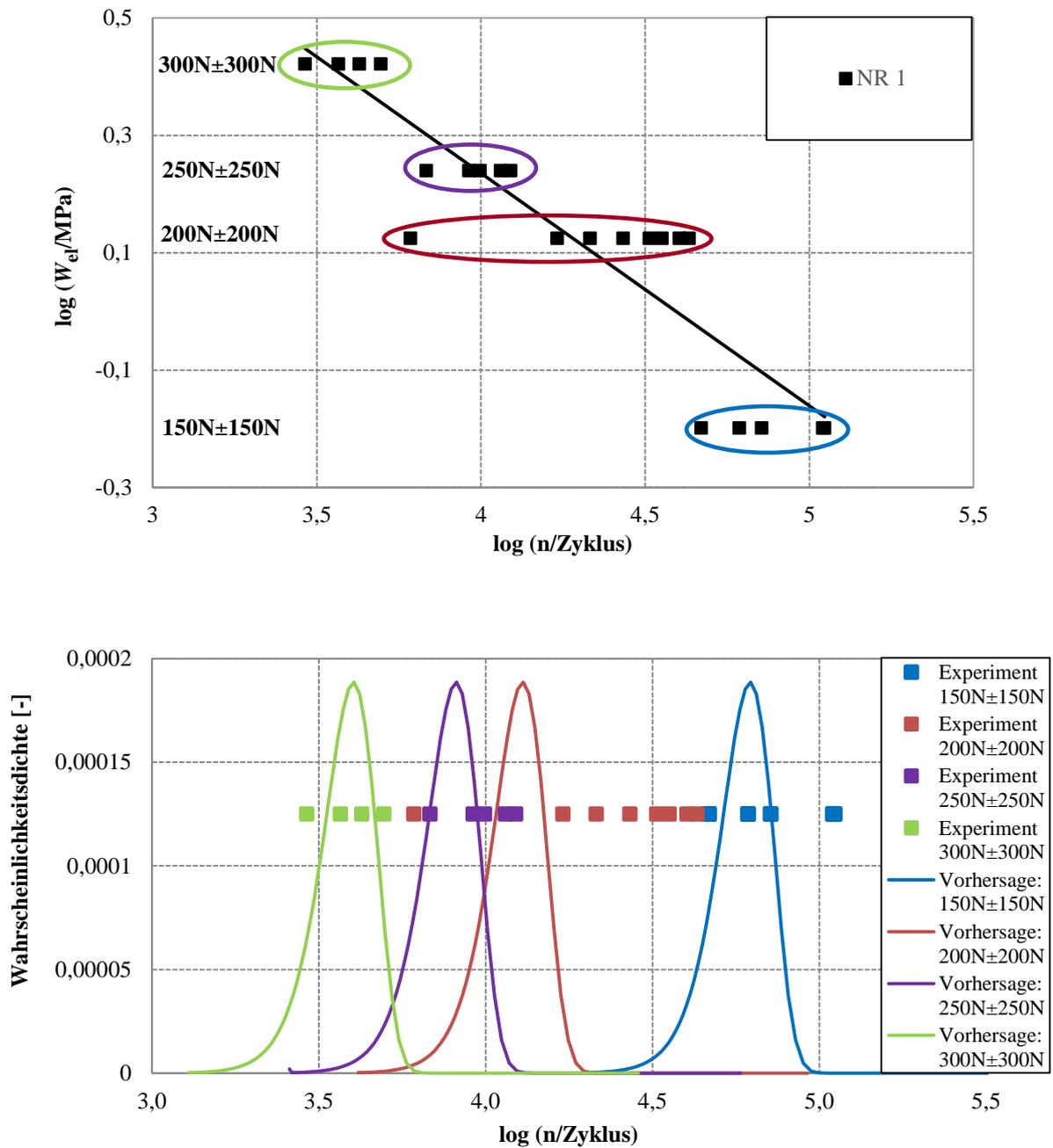


Abbildung 78: Gegenüberstellung der experimentell ermittelten Prüfkörperausfälle mit den vorausberechneten Ausfallwahrscheinlichkeiten für das Material NR 1 (Prüfkörper Typ 1, Darstellung der Lastzyklenzahlen in Abhängigkeit der elastischen Energiedichte. Die experimentell ermittelten Werte in der unteren Abbildung sind zu Darstellungszwecken auf den Wert 0,000125 gesetzt.

In Abbildung 79 ist die errechnete Lebensdauerkennlinie der experimentell ermittelten Lebensdauerkennlinie in einem gemeinsamen Wöhlerdiagramm gegenübergestellt. Dargestellt ist die Prüfkörperlebensdauer in Abhängigkeit der elastischen Energiedichte. In Bezug auf die Lage im Wöhlerdiagramm besteht eine hohe Übereinstimmung zwischen den beiden Kennlinien, mit leichten Unterschieden in der Geradensteigung. (Die Gegenüberstellung der Vorhersageergebnisse mit den experimentellen Untersuchungen unter Verwendung der elastischen Energiedichte ist für die übrigen drei Grundwerkstoffe im Anhang zu finden).

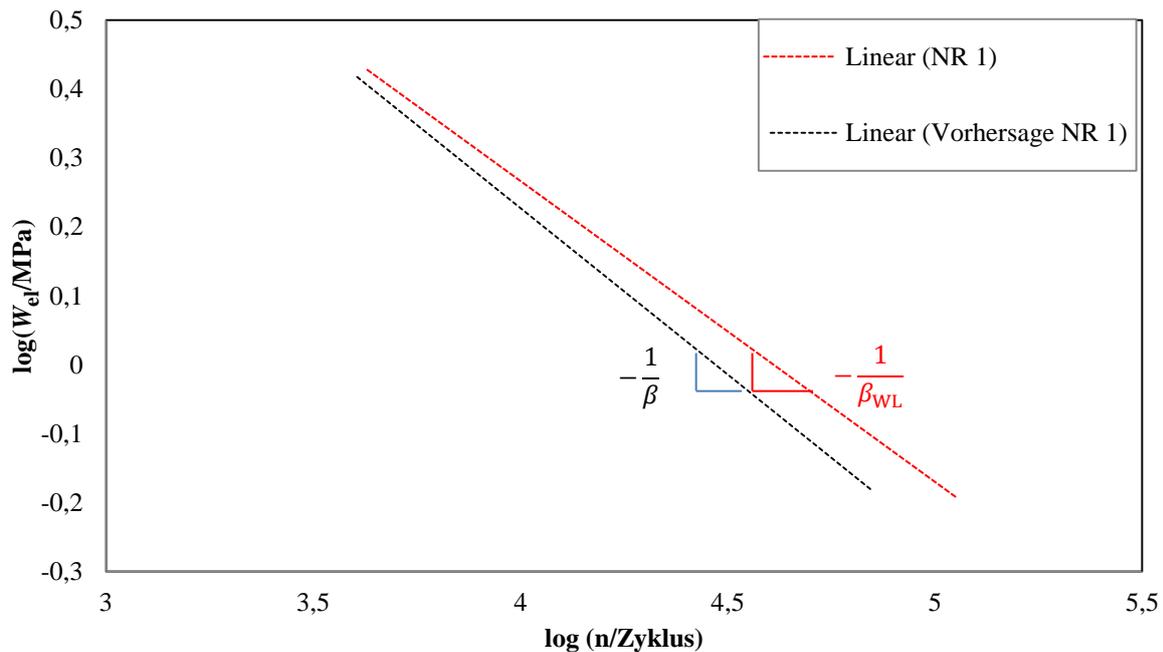


Abbildung 79: Gegenüberstellung der experimentell ermittelten Lebensdauerkennlinie mit der errechneten Lebensdauerkennlinie (Material NR 1, Prüfkörper Typ 1, Darstellung der Lastzyklenzahlen in Abhängigkeit der elastischen Energiedichte)

In der in Abbildung 79 gewählten Darstellung ergibt sich die Steigung der Lebensdauerkennlinie gemäß Formel (14) aus der Inversen des, in den Risswachstumsuntersuchungen ermittelten, Parameters  $\beta$ .

Stellt man den aus der Steigung der Lebensdauerkennlinien der Hantelexperimente ermittelten bruchmechanischen Parameter ( $\beta_{WL} = 2,2041$ ) dem aus den Risswachstumsuntersuchungen ermittelten Parameter ( $\beta = 2,1103$ ) gegenüber, sind Abweichungen zu erkennen (siehe dazu Abbildung 115 bis Abbildung 118 im Anhang sowie Tabelle 15).

**Tabelle 15: Gegenüberstellung des Risswachstumsparameters  $\beta$  der Risswachstumsuntersuchungen und der Lebensdauerexperimente**

Material	$\beta$ (Risswachstum)	$\beta_{WL}$ (Wöhlerlinie)
EPDM 1	3,1561	4,0032
HNBR 1	3,0629	3,5448
NR 1	2,1103	2,2041
SBR	3,3639	2,3283

Clamroth und Eisele zeigten in ihrer Veröffentlichung von 1975 [88] ebenfalls, dass Unterschiede in dem aus Risswachstumsuntersuchungen und aus Lebensdauerexperimenten ermittelten  $\beta$ -Parameter bestehen können und führten als Ursache dafür auf, dass sich das gemessene Risswachstumsverhalten abschnittsweise ändern kann. Da bei den Lebensdauerexperimenten an Hantelprüfkörpern üblicherweise in einem Last- und Deformationsbereich gemessen wird, der deutlich größer ist als der Messbereich der Risswachstumsuntersuchungen, kann es zu Abweichungen zwischen dem  $\beta$ -Parameter der Risswachstumsexperimente und dem der Lebensdauerexperimente ( $\beta_{WL}$ ) kommen.

Eine abschnittsweise Veränderung des Risswachstumsverhaltens ist auch an einigen der in dieser Arbeit verwendeten Werkstoffe zu erkennen. So ist der Anstieg der Risswachstumskurve des Werkstoffs NR 1 im Bereich hoher Rissenergie (entspricht hoher Prüfkörperdehnung), bei dem es verstärkt zur Dehnungskristallisation kommt, deutlich flacher als im Bereich niedriger Rissenergiebeträge. Auch im Falle der Risswachstumskurve des Werkstoffs EPDM 1 ist eine Änderung des Risswachstumsverhaltens zu beobachten. Bei niedrigeren Rissenergiebeträgen fällt die Risswachstumsrate deutlich ab (siehe Abbildung 80).

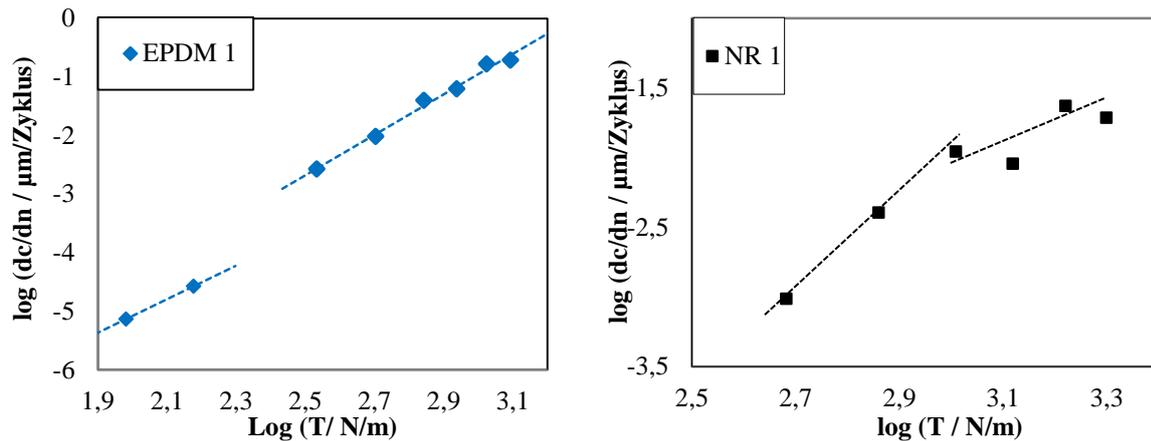


Abbildung 80: Unterschiede in den Ausgleichsgeraden bei abschnittsweiser Anpassung an die Ergebnisse der Risswachstumsuntersuchungen (links: EPDM 1, rechts: NR 1)

Ein Ansatz zur Optimierung der Lebensdauervorhersage, der bereits von Clamroth und Eisele angeführt wird, ist die abschnittsweise Ermittlung des  $\beta$ -Parameters aus den Risswachstumsuntersuchungen und eine anschließende Übertragung der  $\beta$ -Parameter auf die Lebensdauerexperimente, wie es in den Abbildungen 80 und 81 exemplarisch dargestellt ist.

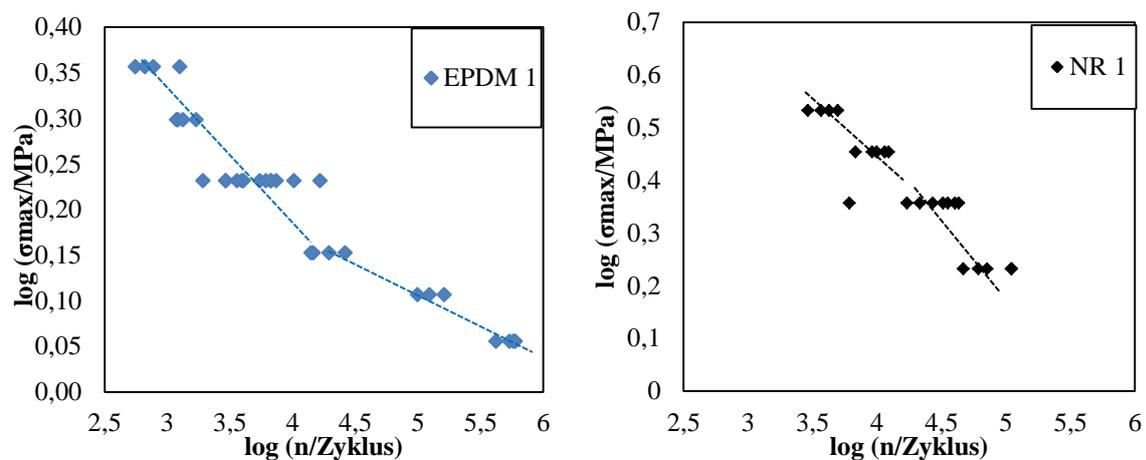


Abbildung 81: Unterschiede in den Ausgleichsgeraden bei abschnittsweiser Anpassung an die Ergebnisse der Lebensdaueruntersuchungen am Beispiel EPDM 1 und NR 1

Für eine abschnittsweise Lebensdauervorhersage müssen gezielte Risswachstumsuntersuchungen in unterschiedlichen Rissenergieregionen durchgeführt werden. Weiterhin ist eine genaue Kenntnisse darüber erforderlich, für welchen Bereich im Lebensdauerdiagramm welcher der ermittelten  $\beta$ -Parameter Gültigkeit besitzt. Da diese Informationen nur durch einen sehr hohen zusätzlichen experimentellen Aufwand zu ermitteln sind, soll im Rahmen dieser Arbeit zunächst überprüft werden, in wieweit sich die in Kapitel

4 ermittelten und in Tabelle 11 (Kapitel 5.1) aufgeführten Risswachstumsparameter zur Lebensdauervorhersage eignen.

Unter der Annahme von linearer Elastizität kann der in Formel (33) dargestellte Zusammenhang zwischen Energie und Spannung genutzt werden, um die Vorhersageergebnisse wieder in die, im ingenieurtechnischen Bereich übliche, maximalspannungsabhängige Wöhlerdarstellung zu überführen.

$$W_N = \int_0^\varepsilon \sigma_N(\varepsilon') d\varepsilon' \approx \frac{1}{2} \sigma_N \varepsilon \quad (33)$$

Da aus den experimentellen Untersuchungen die zu den Energien gehörigen maximalen Prüfkörperspannungen bekannt sind, können diese direkt zugeordnet werden. Ein Vergleich der vorhergesagten Lastzyklenzahlen mit experimentell ermittelten Werten in der bisher verwendeten maximalspannungsabhängigen Wöhlerdarstellung ist somit auch ohne die beschriebene Näherung in Formel (33) möglich. Wie in der energieabhängigen Wöhlerdarstellung zeigt sich auch in der Maximalspannungs-Darstellung eine hohe Übereinstimmung von vorhergesagter und experimentell Ermittelter Lastzyklenzahl (Abbildung 82). Der Bereich der vorhergesagten Messwertstreuung, in dem 99,9 % der Prüfkörperausfälle zu erwarten sind, ist durch Fehlerbalken gekennzeichnet. Es ist erkennbar, dass die vorhergesagte Messwertstreuung zu großen Teilen mit dem Ausfallverhalten der Prüfkörper übereinstimmen. Das Ausfallverhalten des Materials NR 1 kann somit mit der entwickelten Berechnungsmethode mit hoher Güte vorhergesagt werden.

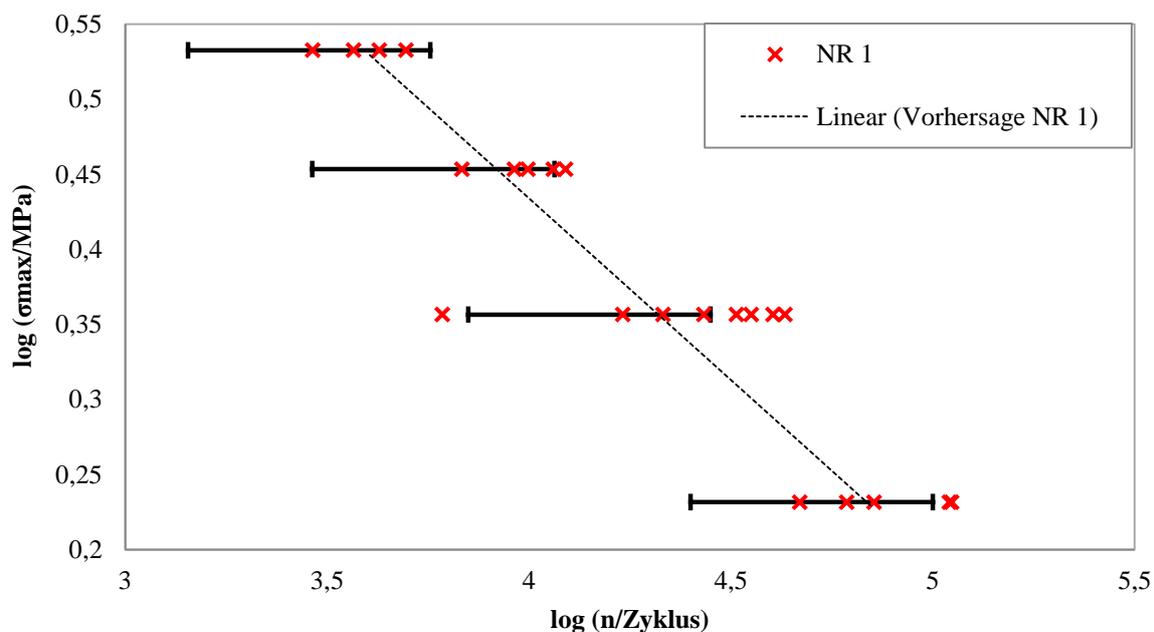


Abbildung 82: Gegenüberstellung der experimentell ermittelten Lastzyklenzahlen mit der errechneten Lebensdauerkennlinie und der vorhergesagten Messwertstreuung (Fehlerbalken) (Material NR 1, Prüfkörper Typ 1, Darstellung der Lastzyklenzahlen in Abhängigkeit der maximalen Normalspannung)

### **5.3.2 Parameterstudie der Eingabegrößen**

Im vorhergegangenen Kapitel 5.3.1 wurde gezeigt, dass es mit dem entwickelten Berechnungskonzept gelingt, sowohl die Lebensdauerkennlinie als auch die zu erwartende Ausfallstreuung des Prüfkörpers Typ 1 für das Material NR 1 mit hoher Güte vorherzusagen. Bevor nun überprüft wird, ob es mit diesem Modell auch gelingt, die Lebensdauercharakteristik der anderen Werkstoffserien vorherzusagen, soll anhand einer theoretischen Studie überprüft werden, welchen Einfluss die bruchmechanischen Eingangsgrößen auf die Berechnungsergebnisse des Vorhersagemodells besitzen. Dazu werden ausgehend von den Materialdaten des Werkstoffs NR 1 die berechnungsrelevanten Werkstoffeigenschaften systematisch variiert und die sich einstellende Änderung der vorhergesagten Lebensdauer auf logische Relevanz hin überprüft.

#### **Variation der Risswachstumsparameter**

Bereits in den experimentellen Untersuchungen an Hantelprüfkörpern in Kapitel 4 wurde die Bedeutung des dynamischen Reißverhaltens eines Werkstoffs auf die zu erwartende Lebensdauer von Laborprüfkörpern oder Elastomerbauteilen deutlich. Daher gilt es zu überprüfen, ob dieser Einfluss auch durch die Berechnungen wiedergegeben wird. Dazu wird das ermittelte Risswachstumsverhalten des NR 1 auf mehrere Arten virtuell variiert und die Änderung der berechneten Lebensdauer analysiert. Ziel ist es dabei, den Einfluss der Parameter  $B$  und  $\beta$  auf die Lebensdauer besser zu verstehen. Die übrigen zur Berechnung notwendigen Daten, wie die Partikelgrößenverteilung, das Prüfkörpervolumen (Hantelprüfkörper Typ 1) oder der sich beim Angriff einer äußeren Kraft einstellende Belastungszustand des Prüfkörpers bleiben unverändert.

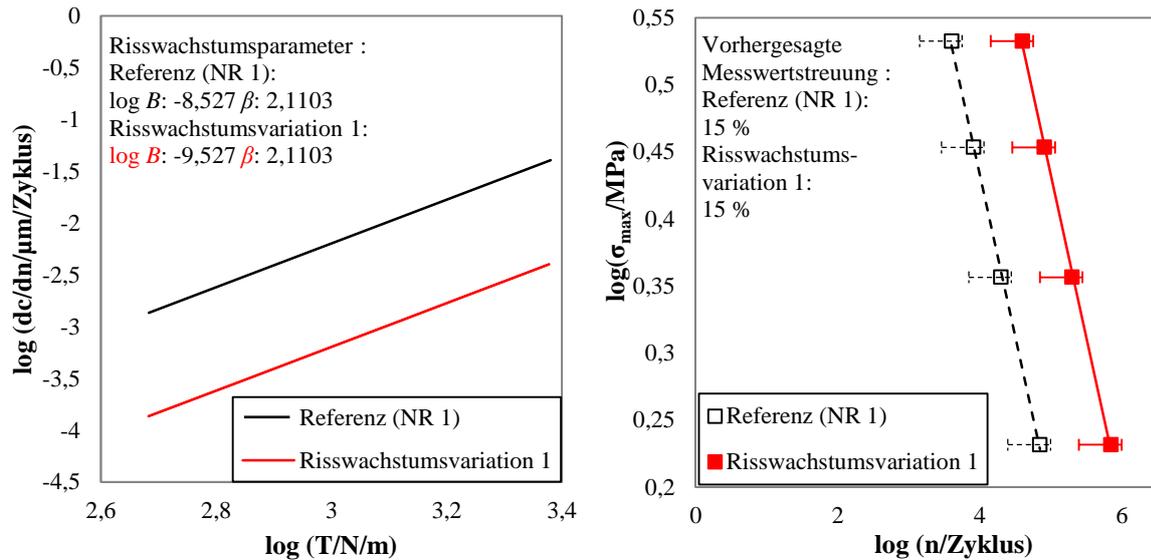


Abbildung 83: Auswirkung einer Erniedrigung der Risswachstumsrate (links) auf das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen (rechts)

Zunächst soll untersucht werden, welche Änderungen sich dem Modell zur Folge bei einem Absinken der Risswachstumsrate in der Lebensdauer einstellen. Dazu wird das im Paris-Erdogan-Plot wiedergegebene Reißverhalten vertikal zur Referenzkennlinie des NR 1 um den Faktor 10 zu niedrigeren Risswachstumsraten verschoben. In der Praxis könnte ein solches Verhalten beispielsweise durch eine Optimierung der Polymer-Füllstoff-Wechselwirkungen hervorgerufen werden. Aufgrund dieser Änderung verschiebt sich die berechnete Lebensdauerkennlinie zu höheren ertragbaren Lastzyklenzahlen. Da sich aufgrund desselben angenommenen Partikelgrößenverteilung die Rissinitiierungslängen in beiden Fällen nicht unterscheiden, verschiebt sich die Lebensdauerkennlinie um exakt denselben Faktor zu höheren Werten, um den die Risswachstumsrate erniedrigt wird (Abbildung 83). Auch die vorhergesagte Ausfallstreuung (dargestellt durch Fehlerbalken, siehe dazu auch Kapitel 5.3.1) bleibt unbeeinflusst bei 15 % (logarithmischer Betrag der Ausfallstreuung bezogen auf den logarithmischen Mittelwert der errechneten Lebensdauer).

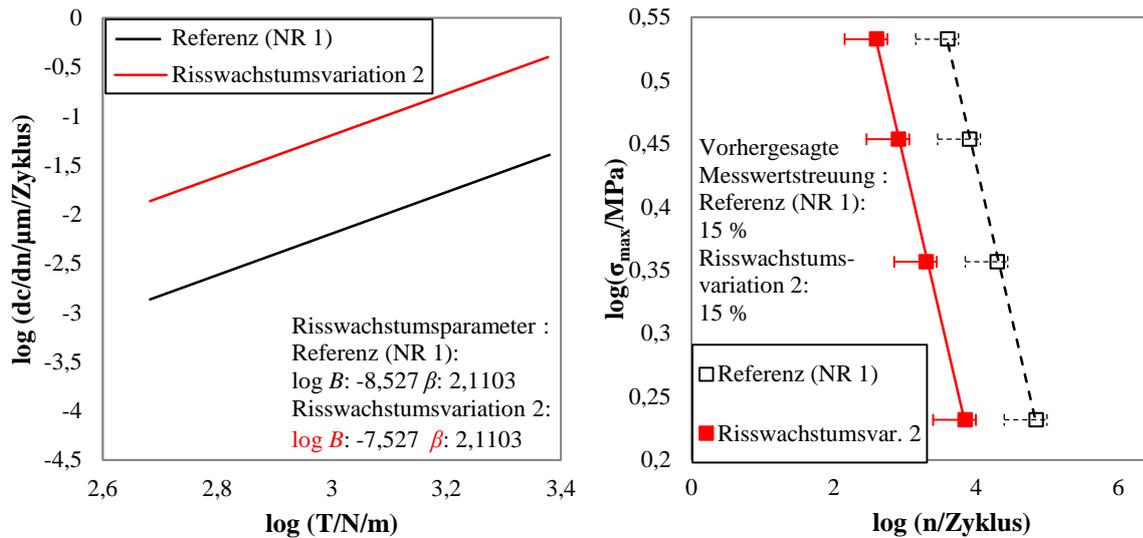


Abbildung 84: Auswirkung einer Erhöhung der Risswachstumsrate (links) auf das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen (rechts)

Eine Erhöhung der Risswachstumsrate um den Faktor 10 hat den gegenteiligen Effekt. Folglich verschiebt sich die errechnete Lebensdauerkennlinie um denselben Faktor hin zu niedrigeren Lastzyklenzahlen (Abbildung 84). Die Messwertstreuung bleibt wiederum unbeeinflusst.

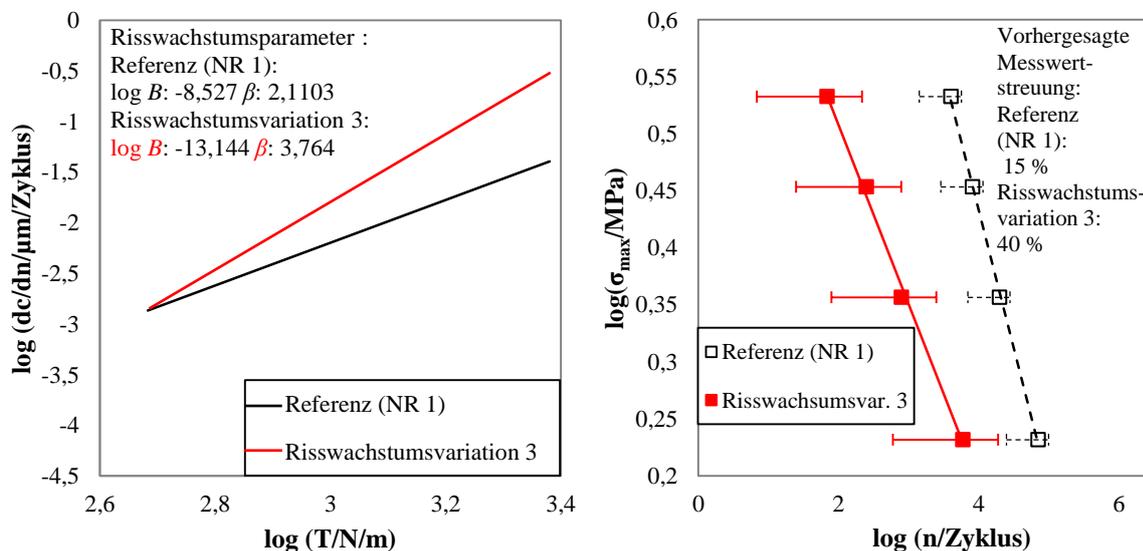


Abbildung 85: Auswirkung eines geänderten Verlaufs der Risswachstumsrate (links) auf das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen (rechts)

In den vorhergegangenen zwei Fällen wurde die Risswachstumsrate des Materials gleichmäßig erniedrigt, beziehungsweise erhöht, was einem parallelen Versatz des im Paris-Erdogan-Plot dargestellten Risswachstumsverhaltens oder einer reinen Änderung des risswachstumsbeschreibenden Parameters  $B$  (Ordinatenabschnitt der Risswachstumskurve im

Paris-Erdogan-Plot) bei konstantem  $\beta$ -Parameter entspricht (siehe dazu auch Kapitel 5.1). Abermals ausgehend von dem Werkstoff NR 1 soll nun in einer dritten Variation des Risswachstumsverhaltens sowohl der Risswachstumsparameter  $B$  als auch der die Steigung beschreibende Risswachstumsparameter  $\beta$  variiert werden. Wie in Abbildung 85 zu erkennen, ändert sich dadurch die Risswachstumsrate bei einem Anstieg der wirkenden Rissenergie  $T$  stärker als im Falle des NR 1. Das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen sollte dadurch sensibler auf die Eingangsgrößen reagieren. Dies zeigt sich im Lebensdauerdiagramm der Hantelprüfkörper. Die Abweichung zwischen den beiden errechneten Lebensdauer kennlinien sind für diesen dritten Risswachstumsvariationsfall am deutlichsten. Zudem ändert sich auch der lastabhängige Verlauf der Lebensdauer kennlinie. Weiterhin ist eine merkliche Aufweitung der Ausfallstreuung zu beobachten, da das Material kritischer auf unterschiedliche Rissinitiierungsgrößen reagiert.

### Variation der Partikelgrößenverteilung

Neben der Risswachstumsrate stellt die im Werkstoff vorliegende Häufigkeit an Fehlstellenpartikeln einen weiteren lebensdauerbeeinflussenden Faktor dar. Daher soll nun, ebenfalls für drei Variationsfälle, ausgehend von den Dispersionseigenschaften des Werkstoffs NR 1 überprüft werden, wie das Vorhersagemodell auf Schwankungen in der Partikelgrößenverteilung reagiert. Die weiteren zur Berechnung der Lebensdauer notwendigen Parameter (Risswachstumsrate, Prüfkörpervolumen und sich bei einer äußeren Kraft einstellender Belastungszustand) bleiben unverändert.

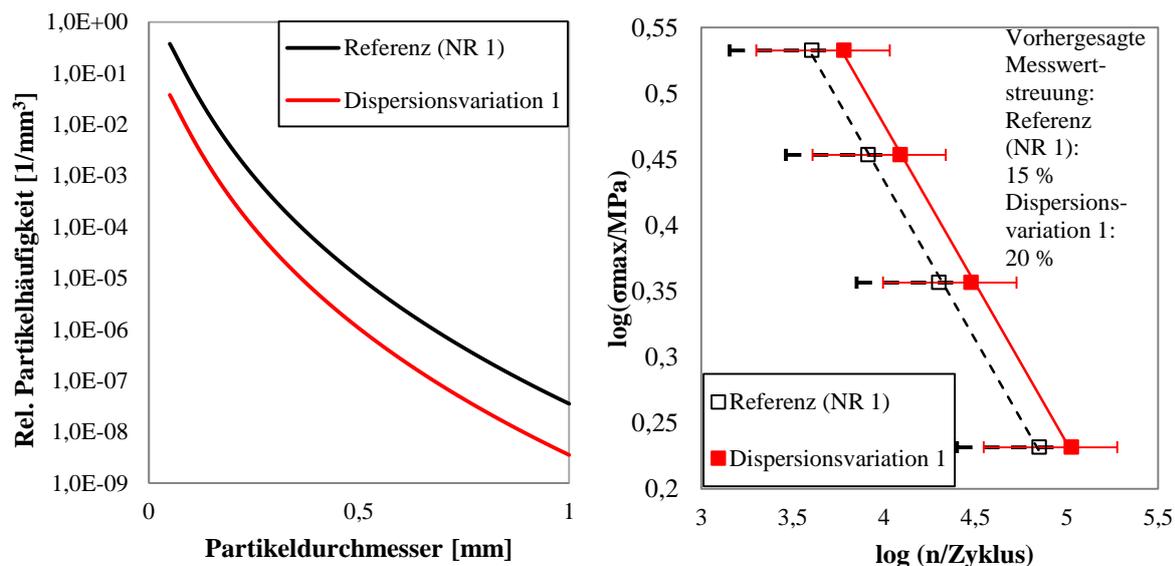


Abbildung 86: Auswirkung einer einheitlichen Verringerung der im Mischungsvolumen auftretenden Fehlstellenpartikel (links) auf das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen (rechts)

Im Falle der ersten Dispersionsvariation wird die Anzahl der in dem Material NR 1 vorliegenden Fehlstellen für alle Größen um den Faktor 10 reduziert. Diese Maßnahme kann als eine Entnahme an Fehlstellen aus dem Mischungsvolumen und somit als Senkung des Füllgrads interpretiert werden. Dadurch sinkt die Wahrscheinlichkeit von kritischen Fehlstellengrößen im Prüfkörpervolumen und, wie in den Experimenten bereits nachgewiesen, auch die Auftretenshäufigkeit von Prüfkörperfrühausfällen. Die Lebensdauervorhersage gibt diesen Effekt wieder. Die Lebensdauerkenlinie der Dispersionsvariation 1 verschiebt sich im Vergleich zu dem Werkstoff NR 1 zu höheren Lebensdauern (Abbildung 86). Ebenfalls vergrößert sich die Ausfallstreuung je Laststufe um etwa 5 %, bezogen auf den logarithmischen Mittelwert der jeweils errechneten Lebensdauer. Auffällig hierbei ist, dass die erhöhte Messwertstreuung in Wertebereichen auftritt, die höher liegen als der errechnete Lebensdauermitelwert. Im Diagramm erweitern sich die Fehlerbalken, die den möglichen Ausfallbereich eingrenzen, hin zu einer höheren Lebensdauer. Das bedeutet, dass eine Reduktion des Füllgrads die Wahrscheinlichkeit für Frühausfälle erwartungsgemäß verringert und simultan die Wahrscheinlichkeit für langlebige Prüfkörper steigt.

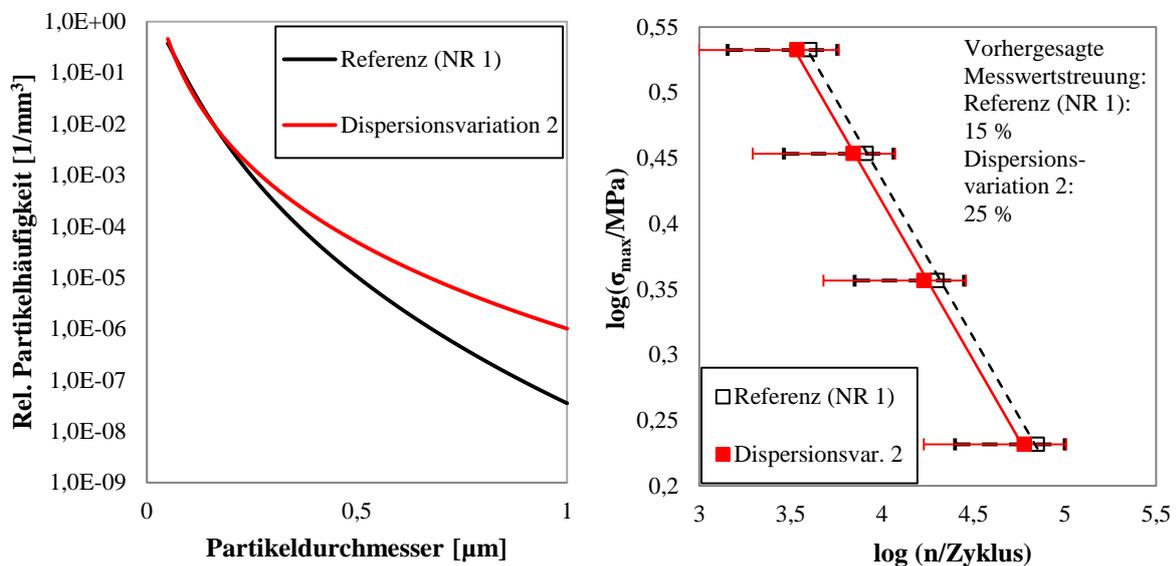


Abbildung 87: Auswirkung einer gestiegenen Häufigkeit von großen Fehlstellen im Mischungsvolumen (links) auf das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen (rechts)

In einer zweiten Dispersionsvariation soll nun ein erhöhtes Fehlstellenvorkommen im Mischungsvolumen simuliert werden. Allerdings soll sich diese Häufigkeitssteigerung lediglich auf die größeren und selteneren Fehlstellengrößenbereiche beziehen. Die Häufigkeiten der Fehlstellen bis zu einem Durchmesser von etwa 200  $\mu\text{m}$  bleiben

unbeeinflusst. Dies ist eine Änderung im Dispersionsniveau, die sich durch einen verkürzten oder schlechter gestalteten Mischprozess ergeben könnte. Im Vergleich zur ersten Dispersionsvariation verschiebt sich in diesem Fall die gesamte Lebensdauerkennlinie kaum. Offensichtlich wird die mittlere Lebensdauer von den häufiger auftretenden Fehlstellenpartikeln mit Durchmessern unter 200  $\mu\text{m}$  bestimmt. Lediglich ein leichter Versatz zu niedrigeren ertragbaren Lastwechselzahlen ist zu beobachten. Die vorhergesagte Ausfallstreuung, wiedergegeben durch die Fehlerbalken im Lebensdauerdiagramm (Abbildung 87), erhöht sich deutlich von 15 % auf 25 %. Die maximal erreichbare Lebensdauer bleibt dabei unverändert, jedoch ist laut dem Vorhersagemodell mit früher als zuvor ausfallenden Prüfkörpern zu rechnen.

Durch eine Steigerung der Häufigkeiten von großen Fehlstellen gibt die Berechnung somit ein höheres Risiko von Prüfkörperfrühausfällen vor. Dies konnte auch in den Lebensdauerexperimenten an Werkstoffen mit veränderten Fehlstellenhäufigkeit (Kapitel 4.2 und 4.3) beobachtet werden.

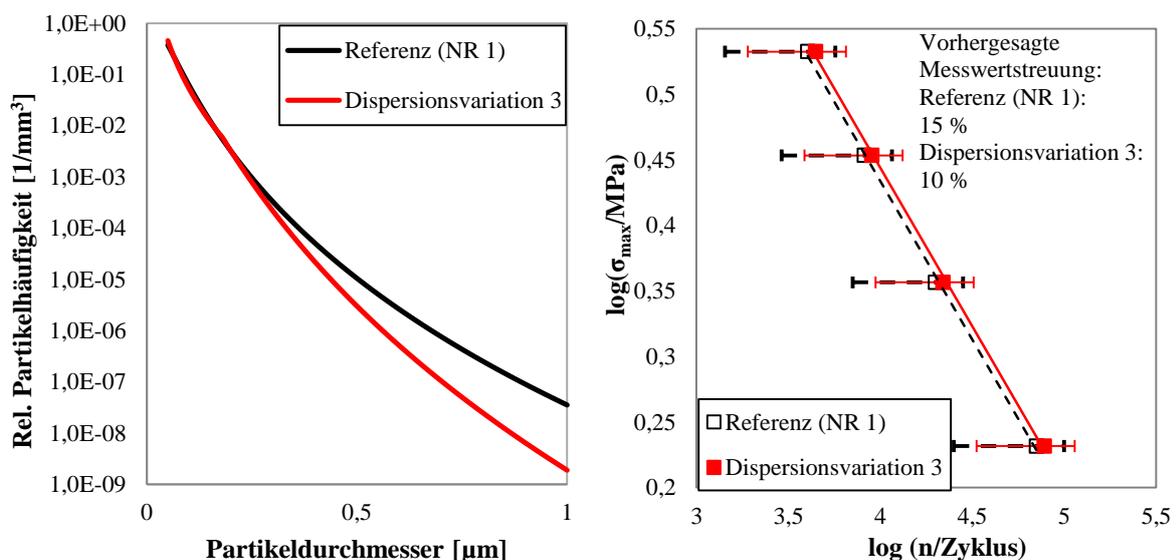


Abbildung 88: Auswirkung einer gesunkenen Häufigkeit von großen Fehlstellen im Mischungsvolumen (links) auf das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen (rechts)

Eine Reduktion von großen Fehlstellen im Mischungsvolumen, beispielsweise durch einen optimierten Mischprozess, beeinflusst die vorhergesagte mittlere Lebensdauer der Hantelprüfkörper abermals nur leicht und wirkt sich wie im vorhergegangenen Beispiel eher auf die zu erwartende Ausfallstreibreite aus. Diese sinkt im Vergleich zum Werkstoff NR 1 leicht. Des Weiteren verschieben sich durch das geringere Vorkommen von großen Fehlstellen im Mischungsvolumen sowohl der frühestmögliche sowie der späteste zu

erwartende Prüfkörperausfall zu höheren Lastzyklenzahlen. Zusammenfassend bleibt festzuhalten, dass die Vorrausberechnung insbesondere dann ein erhöhtes Risiko für Frühausfälle angibt, wenn die Häufigkeit von Fehlstellen mit mehr als 200 µm Durchmesser ansteigt.

### Variation des Prüfkörpervolumens

Neben den werkstoffbedingten Eigenschaften spielt das Volumen des Elastomerkörpers, dessen Lebensdauer mit dem Vorhersagekonzept bestimmt werden soll, eine entscheidende Rolle. In den Experimenten an verschiedenen Prüfkörpergeometrien (Kapitel 4.5) zeigte sich, dass eine Veränderung des Prüfkörpervolumens zu einem Anstieg oder einer Abnahme der mittleren Lebensdauer führt. Ob das Vorhersagemodell diesen Zusammenhang korrekt wiedergibt, soll im Folgenden überprüft werden. Zur Untersuchung wurde das Prüfkörpervolumen zunächst um den Faktor 10 verringert. Zu erwarten ist, dass diese Volumenreduktion exakt den gleichen Effekt hat, wie zuvor das Absenken der Fehlstellenhäufigkeit im Mischungsvolumen um denselben Faktor (Abbildung 86). Beide Maßnahmen reduzieren gleichermaßen die Auftretenswahrscheinlichkeit von Fehlstellen im Prüfkörpervolumen. Diese Untersuchung diente dazu, das Berechnungsmodell auf logische Geschlossenheit zu kontrollieren. Anschließend sollte das Prüfkörpervolumen um den Faktor 10 vergrößert und die Auswirkung auf das Lebendauerverhalten untersucht werden. Die Materialparameter blieben in beiden Fällen unbeeinflusst. Im Prüfkörper wurde ein homogener Belastungszustand angenommen.

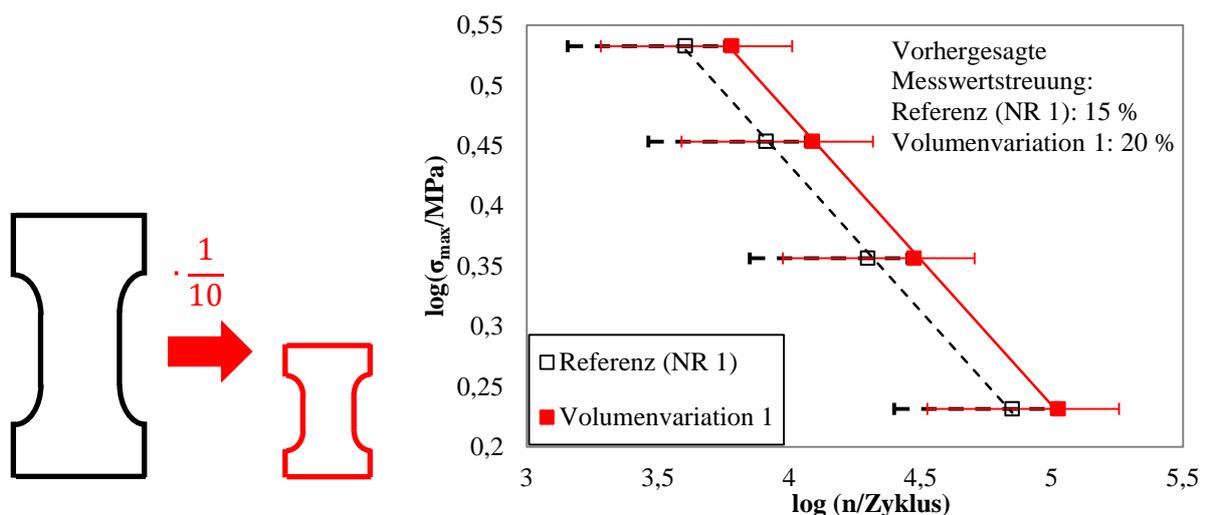


Abbildung 89: Auswirkung einer Verringerung des Prüfkörpervolumens um den Faktor 10 auf das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen

Wie bei der Reduktion der Fehlstellenhäufigkeit im Mischungsvolumen (Abbildung 86) führt auch eine Verringerung des Prüfkörpervolumens (Faktor 10) zu einem Anstieg der mittleren Lebensdauer (Abbildung 89). Die Ausfallstreuung vergrößert sich, da die Wahrscheinlichkeit von Prüfkörpern mit ertragbaren Zyklenzahlen deutlich über der der rechnerisch bestimmten mittleren Lebensdauer steigt.

Dieses Verhalten entspricht den bisher gezogenen Rückschlüssen aus den Experimenten (siehe dazu Kapitel 4.5). Wird zur Prüfkörperherstellung ein kleineres Teilvolumen aus dem Mischungsvolumen entnommen, in dem die Fehlstellen mit einer bestimmten Häufigkeit vorliegen, sinkt die Wahrscheinlichkeit, große, kritische Fehlstellengrößen, die Frühausfälle erzeugen, im entsprechenden Volumen vorzufinden. Entnimmt man eine feste Anzahl von mehreren Teilvolumina zur Prüfkörperherstellung, ist dadurch ein gesteigertes Vorkommen von länger laufenden Prüfkörpern zu erwarten.

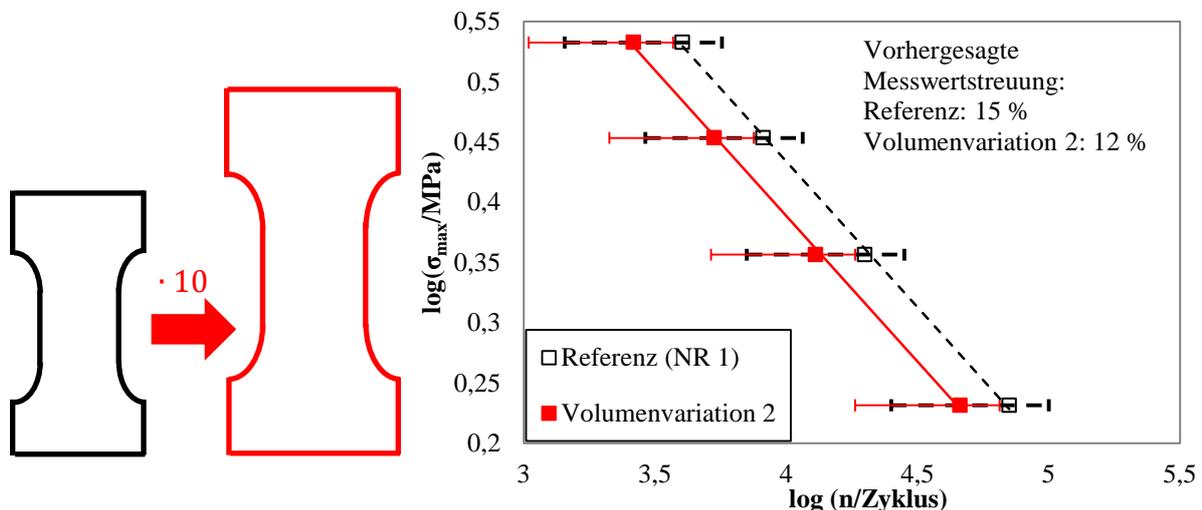


Abbildung 90: Auswirkung einer Vergrößerung des Prüfkörpervolumens um den Faktor 10 auf das Vorhersageergebnis der Lebensdauerberechnungen

Im Gegensatz zu einer Volumenreduktion erhöht eine Volumensteigerung (Faktor 10) die Wahrscheinlichkeit, Frühausfall-verursachende große Fehlstellen im Elastomerbauteil vorzufinden. Ausgehend von der Lebensdauerkennlinie des Werkstoffs NR 1 verschiebt sich die Kennlinie der Volumenvariation 2 zu niedrigeren ertragbaren Lastzyklenzahlen. Da das Volumen wie im Beispiel zuvor, um den Faktor 10 geändert wurde, verschiebt sich die Lebensdauerkennlinie um den Betrag des vorhergegangenen Beispiels. Des Weiteren reduziert sich die Lebensdauerstreuung, da kritische Fehlstellengrößen mit einer gesteigerten Häufigkeit im Prüfkörpervolumen vorliegen und somit die Wahrscheinlichkeit von Spätausfällen sinkt.

## **Erkenntnisse der Parameterstudie**

Durch die Parameterstudie konnte gezeigt werden, dass das Vorhersagemodell die in den Experimenten ermittelten Einflussfaktoren auf die Lebensdauer von Elastomerbauteilen berücksichtigt und in ihrer Tendenz korrekt wiedergibt. Ein Absinken der dynamischen Risswachstumsrate bewirkt, dass auch Elastomerkörper unter dynamischer Last eine höhere Lebensdauer aufweisen. Schwankungen in der Häufigkeit von Fehlstellenpartikeln im Mischungsvolumen wirken sich primär auf die Ausfallstreuung von Elastomerteilen aus. Weiterhin verschiebt die durch eine Änderung des Beanspruchungsvolumens variierte Auftretenswahrscheinlichkeit von kritischen Fehlstellengrößen im Elastomerkörper die Lebensdauerkennlinie zu anderen Werten.

Ob der Einfluss der Schwankungen in den Eingangsgrößen auf das Berechnungsergebnis auch in der Höhe korrekt wiedergegeben wird, kann anhand dieser theoretischen Studie nicht überprüft werden. Dazu muss ein Vergleich der Berechnungsergebnisse des Vorhersagekonzepts mit den Lebensdauerkenndaten von mehreren real existierenden Werkstoffen erfolgen.

### **5.3.3 Vorhersage der Lebensdauer der homogen beanspruchten Prüfkörper**

Im Folgenden wird nun die Güte der Vorhersageergebnisse durch den Vergleich mit den in Kapitel 4 durchgeführten Experimenten an Hantelprüfkörpern beurteilt. Dazu wird der errechnete Lebensdauer-Erwartungswert zusammen mit der mittleren ertragbaren Lastzyklenzahl der Prüfkörper dargestellt. Auf einen Vergleich der gemessenen und errechneten Ausfallstreuung soll an dieser Stelle zwecks einer besseren Übersicht verzichtet und auf den Anhang verwiesen werden, in dem die detaillierten Berechnungsergebnisse zu finden sind.

Dieser Vergleich wird zunächst für die vier Grundwerkstoffe durchgeführt, welche über teils sehr unterschiedliche bruchmechanische Eigenschaften verfügen (Kapitel 4.1). Somit kann ein erster Eindruck über die allgemeine Anwendbarkeit des Vorhersageverfahrens gewonnen werden. Im Anschluss sollen dann die Berechnungsergebnisse von Elastomeren gegenübergestellt werden, die sich in Ihrer Zusammensetzung deutlich ähnlicher sind, um die Präzision des Berechnungsverfahren abschätzen zu können. Dazu werden zunächst die unterschiedlich gemischten EPDM- und NR-Materialvarianten betrachtet, die sich jeweils nur aufgrund ihrer Partikelgrößenverteilung unterscheiden (Kapitel 4.2). Anschließend werden die Lebensdauerberechnungen für die Materialien der HNBR-Serie durchgeführt, bei denen eine sehr ähnliche Dispersionsgüte im Material vorliegt, aber Unterschiede in der Risswachstumsrate sowie im Energieeintrag bei Belastung vorliegen (Kapitel 4.4). Zuletzt

soll überprüft werden, ob sich die bei einer Reduktion des Prüfkörpervolumens einstellende Verschiebung der mittleren Lebensdauer (Kapitel 4.5) für die Prüfkörper vom Typ 2 und Typ 3 durch das Vorhersagekonzept reproduzieren lässt.

### **Vorhersage der Lebensdauer der vier Grundwerkstoffe (EPDM 1, HNBR 1, NR 1, SBR)**

Die Materialien der vier Grundwerkstoffe variieren in ihrer Zusammensetzung und damit auch in ihren Eigenschaften deutlich. Dies zeigte sich sowohl in den experimentellen Untersuchungen (Kapitel 4.1), in den mittels Zugversuchen und Härtemessungen ermittelten quasistatischen Eigenschaften als auch in den durch Risswachstumsexperimente und Computertomographie gemessenen bruchmechanisch relevanten Materialeigenschaften. Folglich stellten sich in den Versuchen mit Hantelprüfkörpern vom Typ 1 sowohl in der Lage als auch in der Steigung der Lebensdauer kennlinien im Wöhlerdiagramm große Unterschiede ein.

In Abbildung 91 sind die mit dem Vorhersagekonzept berechneten Lebensdauer kennlinien den Experimenten an Hantelprüfkörpern Typ 1 gegenübergestellt. Der Vergleich zeigt, dass trotz der immensen Unterschiede in den Eigenschaften die Lebensdauer sämtlicher Materialien korrekt vorausgesagt wird. Für alle vier Materialien beträgt die Abweichung des errechneten vom experimentell bestimmten Mittelwert bei allen Lastfällen maximal 10 %, bezogen auf den experimentellen logarithmischen Mittelwert. Dies zeigt, dass, eine ausreichende bruchmechanische Charakterisierung vorausgesetzt, das Vorhersagekonzept für ein breites Spektrum von technischen Elastomerwerkstoffen anwendbar ist (detaillierte Vorhersagergebnisse für die vier Grundwerkstoffe finden sich im Anhang).

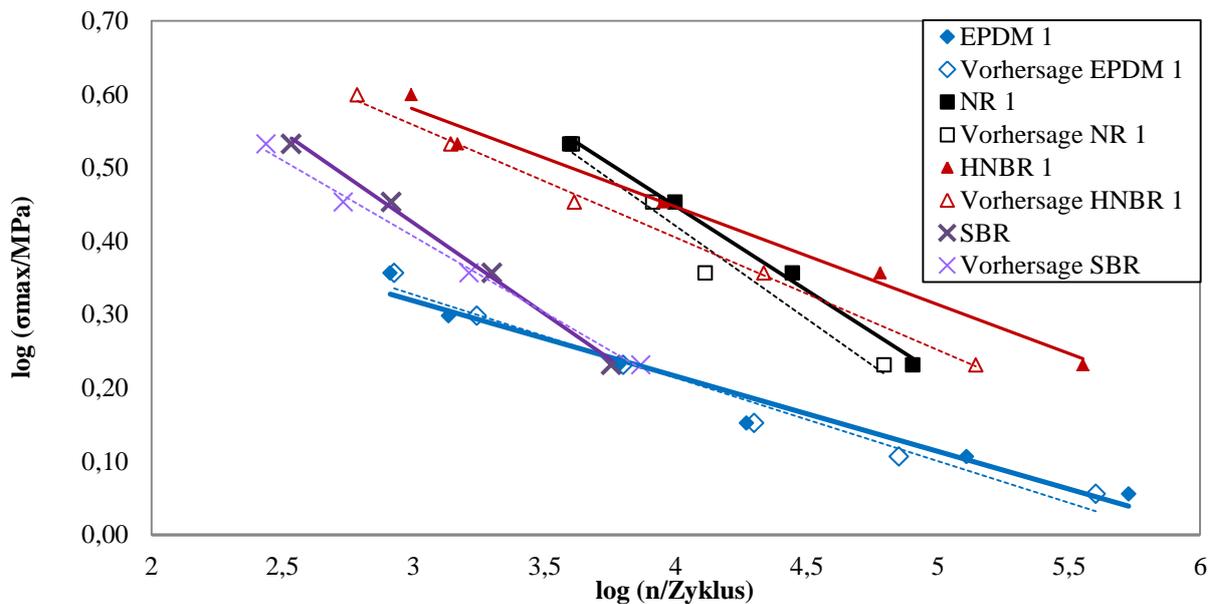


Abbildung 91: Experimentelle (durchgezogene) und berechnete (gestrichelte) Lebensdauerkennlinien der vier Grundwerkstoffe (Hantelprüfkörper Typ 1)

### Vorhersage der Lebensdauer der Naturkautschukmaterialien mit unterschiedlichem Dispersionszustand (EPDM 1, EPDM 2 und NR 1, NR 2)

Die gute Übereinstimmung der Berechnungsergebnisse mit dem Lebensdauerverhalten der vier Grundmischungen zeigt, dass das entwickelte Vorhersageverfahren für eine Vielzahl von sehr unterschiedlichen Elastomeren anwendbar ist. Die in Kapitel 4.2 gezeigten EPDM- und Naturkautschukmischungen unterscheiden sich zwar jeweils in ihrer Dispersion, jedoch nicht signifikant in ihrem Risswachstumsverhalten und sind sich somit deutlich ähnlicher als die Materialien aus Kapitel 4.1. Anhand dieser Materialien kann überprüft werden, wie präzise das Verfahren ist.

Abbildung 92 zeigt die mittlere Lebensdauer je Laststufe für den Prüfkörper Typ 1 zusammen mit dem errechneten Erwartungswert für die zwei EPDM-Varianten. Die Übereinstimmung zwischen der sich aus den Erwartungswerten ergebende Lebensdauerkennlinie mit der experimentell ermittelten Wöhlerlinie ist für das EPDM 1 sehr hoch. Für das EPDM 2 ist der Unterschied zwischen der Vorhersage und den Experimenten etwas größer. Auffällig ist, dass die errechnete mittlere Lebensdauer des EPDM 2 im Falle hoher Lasten (Ordinatenwert:  $\log(\sigma_{\max}/\text{MPa}) > 0,2$ ) sehr nahe an den experimentellen Werten liegt (Abweichung  $< 10\%$ , bezogen auf den experimentellen logarithmischen Mittelwert). Mit geringer werdender Last steigt die Abweichung der vorhergesagten von der experimentell ermittelten Lebensdauer jedoch systematisch bis auf  $15\%$  an (Laststufe  $\log(\sigma_{\max}/\text{MPa}) = 0,06$  (Abbildung 92)). Die

gleichmäßig größer werdende Abweichung der Vorhersage könnte ein Hinweis darauf sein, dass das der Berechnung zugrundeliegende Risswachstumsverhalten (Kapitel 4.2) des EPDM 2 im Falle kleiner Lasten nicht exakt genug bestimmt ist und eine gezielte Untersuchung des Risswachstums in diesen Regionen zu einer Optimierung des Vorhersageergebnisses führen könnte.

Generell ist jedoch festzustellen, dass die tendenzielle Lage der errechneten Lebensdauerkennlinie des EPDM 2 im Vergleich zu dem EPDM 1 korrekt ist. Die sich aufgrund der geringeren Dispersionsgüte einstellende Verschiebung der Lebensdauerkennlinie hin zu niedrigeren Zyklenzahlen wird von der Berechnung berücksichtigt.

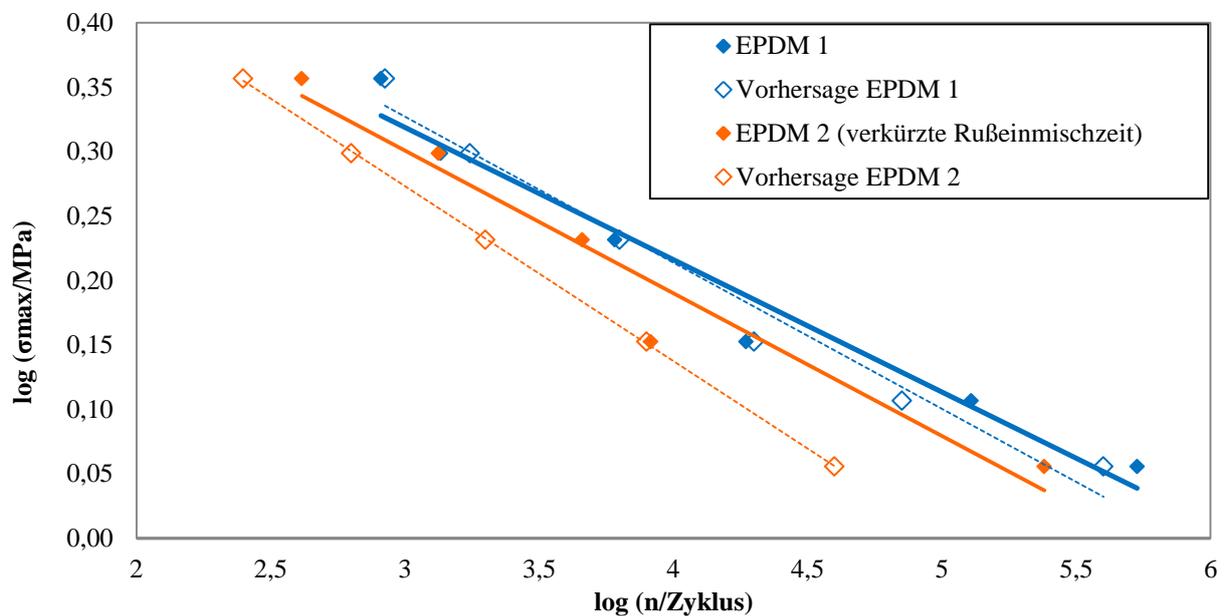


Abbildung 92: Experimentelle (durchgezogene) und berechnete (gestrichelte) Lebensdauerkennlinien der EPDM-Dispersionsvarianten am Hantelprüfkörper Typ 1

Bei den Naturkautschukmaterialien gibt es für beide Materialien eine hohe Übereinstimmung zwischen den Berechnungsergebnissen und den gemessenen ertragbaren Lastzyklenzahlen (Abbildung 93). Auch die Auswirkung der Dispersion auf die Lebensdauer wird von dem Berechnungskonzept wiedergegeben. Trotz geringer Unterschiede in den Materialeigenschaften liefert das Vorhersagekonzept somit gute Erkenntnisse über das voraussichtliche Ausfallverhalten aller 4 betrachteten Materialien.

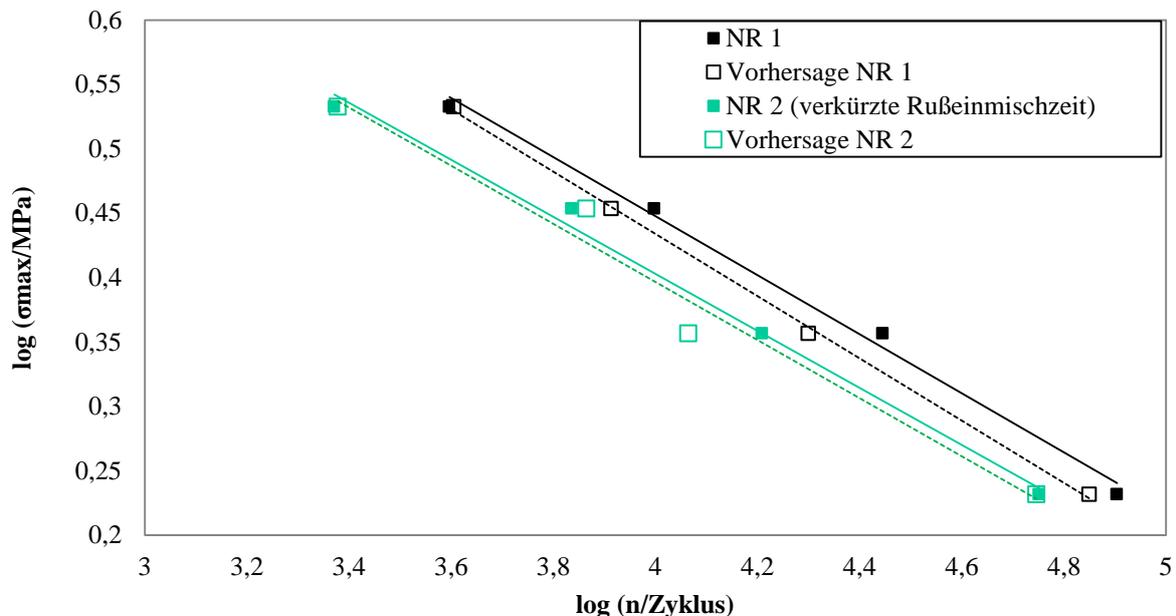


Abbildung 93: Experimentelle (durchgezogene) und berechnete (gestrichelte) Lebensdauererkennlinien der NR-Dispersionsvarianten am Hantelprüfkörper Typ 1

### Vorhersage der Lebensdauer bei einer Variation des Vernetzungssystems und der Füllstoffstruktur (HNBR 1, HNBR 2, HNBR 3)

Anders als bei der EPDM- und der NR-Materialserie wurden bei der HNBR-Serie die Unterschiede in den Materialeigenschaften nicht durch eine Abänderung des (Misch-) Herstellungsprozesses erzeugt, sondern durch gezieltes Austauschen einzelner Mischungsbestandteile. Dies führte vor allem zu Änderungen in der Materialsteifigkeit sowie im dynamischen Materialverhalten. Die bruchmechanischen Experimente zeigten, dass sich die HNBR-Materialvarianten weniger in ihren Risswachstumseigenschaften oder der Dispersionsgüte, sondern vor allem in ihrem Deformations- und dem energetischen Zustand unterscheiden, der sich bei einer Belastung der Prüfkörper im Material einstellt (Kapitel 4.4). Da der aktuelle Deformationszustand sowie die vorherrschende Energiedichte als Parameter in die Formulierung von Paris und Erdogan mit eingehen (Kapitel 5.1 und Kapitel 5.3), die im Vorhersagekonzept genutzt wird, um die ertragbare Zyklenzahl der Prüfkörper zu bestimmen,

gelingt es auch in diesem Fall, dass Ausfallverhalten der verwendeten Materialien korrekt mit der Berechnungsmethode vorherzusagen (Abbildung 94).

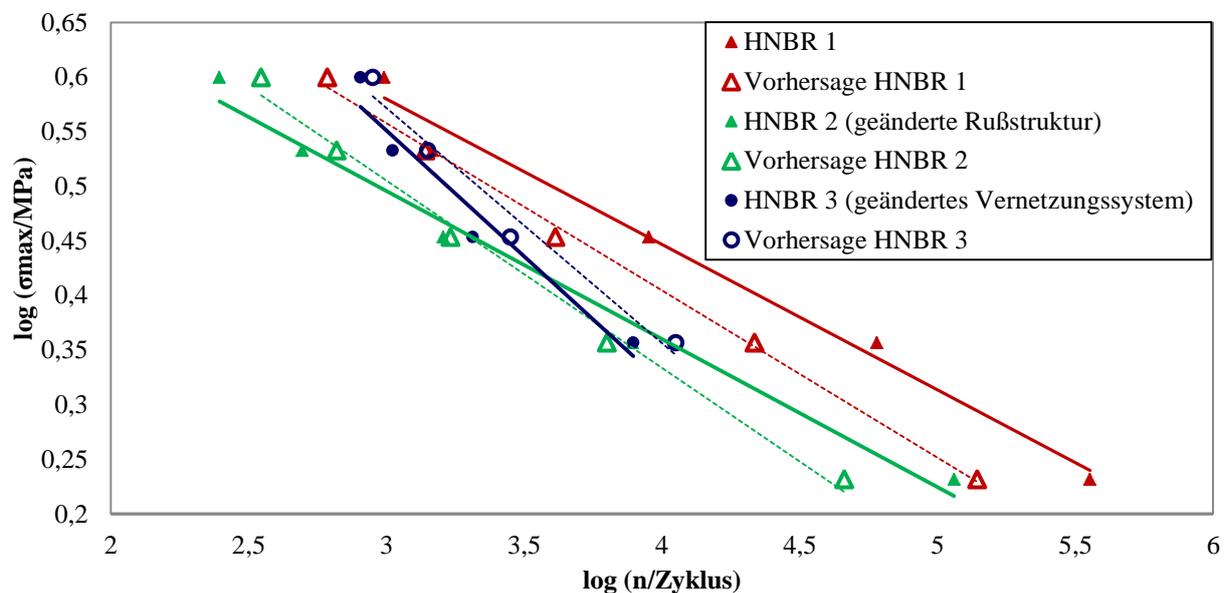


Abbildung 94: Experimentelle (durchgezogene) und berechnete (gestrichelte) Lebensdauer kennlinien der HNBR-Varianten am Hantelprüfkörper Typ 1

### Vorhersage der Lebensdauer von volumenreduzierten Prüfkörpergeometrien

Die bisher erzielten Ergebnisse belegen, dass das Berechnungskonzept im Falle einer ganzen Reihe von Werkstoffen mit sehr unterschiedlichen Materialeigenschaften mit hoher Präzision zur Vorhersage des experimentell ermittelten Ausfallverhaltens von Hantelprüfkörpern des Typ 1 geeignet ist und damit die wesentlichen Einflussparameter berücksichtigt sind. Die Untersuchungen in Kapitel 4.5, zeigen jedoch, dass neben den Materialeigenschaften auch die äußere Geometrie einen entscheidenden Einfluss auf die ertragbare Lastzyklenzahl von Prüfkörpern besitzt. Da das Berechnungskonzept die Auftretenswahrscheinlichkeit von Fehlstellen als Versagensursache in Abhängigkeit des Prüfvolumens berücksichtigt, sollte es folglich möglich sein, mit dieser Methode auch die Lebensdauer von unterschiedlichen Prüfkörpergeometrien zu bestimmen. Dies soll an den Materialien EPDM 1 und NR 1 überprüft werden.

Eine Reduzierung des Hantelvolumens, ausgehend von dem Hantelprüfkörper Typ 1, auf die Volumina der Hantelprüfkörper vom Typ 2 und Typ 3 führte in den Experimenten in Kapitel 4.5 bei einer Belastung mit einer äquivalenten Spannung zu einer schrittweisen Erhöhung der mittleren Lebensdauer. Wie die Abbildungen 95 und 96 zeigen, wird dieser volumenabhängige Effekt von dem Berechnungskonzept von der Tendenz her korrekt wiedergegeben. Die vorausgerechneten Lebensdauer kennlinien für die kleineren

Hantelprüfkörper verschieben sich in Richtung der zugehörigen, experimentellen Lebensdauerkurven. Sowohl für den EPDM Werkstoff als auch für den Naturkautschuk weicht die vorhergesagte, mittlere Lebensdauer nicht mehr als 10 % von der experimentell ermittelten Lebensdauer ab.

Besonders beachtet werden sollte dabei das Ergebnis der Berechnungen für den Hantelprüfkörper Typ 2 für das Material EPDM 1. Hier zeigte sich in den Experimenten keine Erhöhung der mittleren Lebensdauer gegenüber dem Hantelprüfkörper Typ 1. Da die Vorhersageberechnung das Ausfallverhalten des Experiments korrekt wiedergibt und in diesem einen Fall ebenfalls keine Verschiebung der Lebensdauerkennlinie stattfindet, wird die in Kapitel 4.5 angestellte Vermutung bestätigt, dass die Volumenreduktion für dieses Material offensichtlich noch nicht groß genug ist, um eine Änderung in der mittleren Lebensdauer zu bewirken.

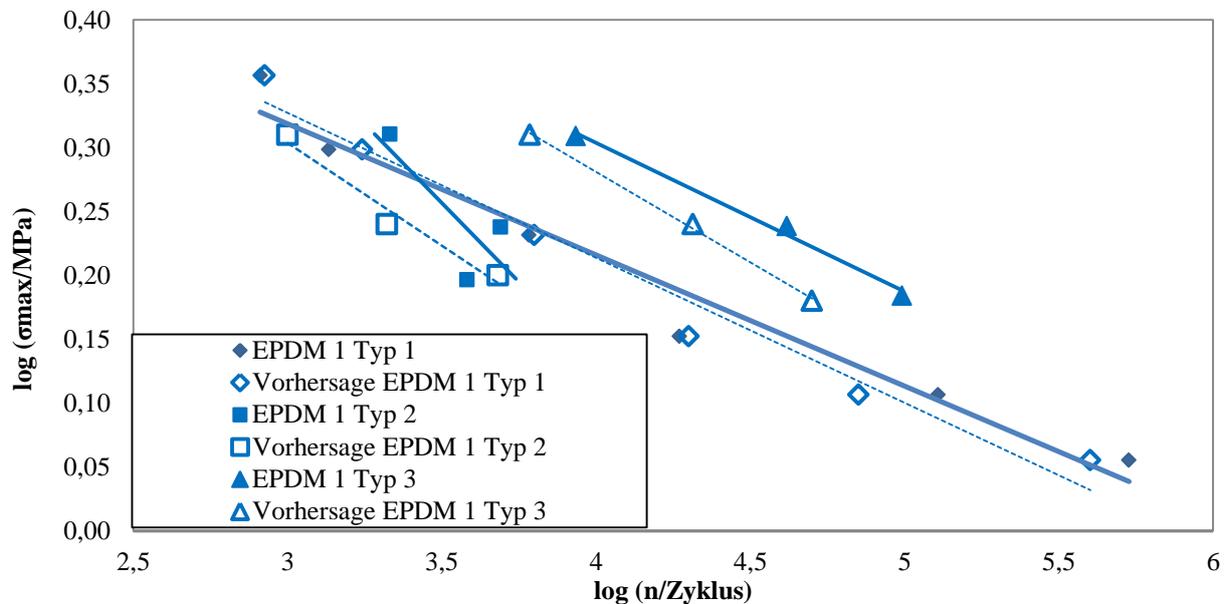


Abbildung 95: Experimentelle (durchgezogene) und berechnete (gestrichelte) Lebensdauerkennlinien für homogen deformierte Prüfkörpergeometrien (Typ 1, Typ 2, Typ 3) für das Material EPDM 1

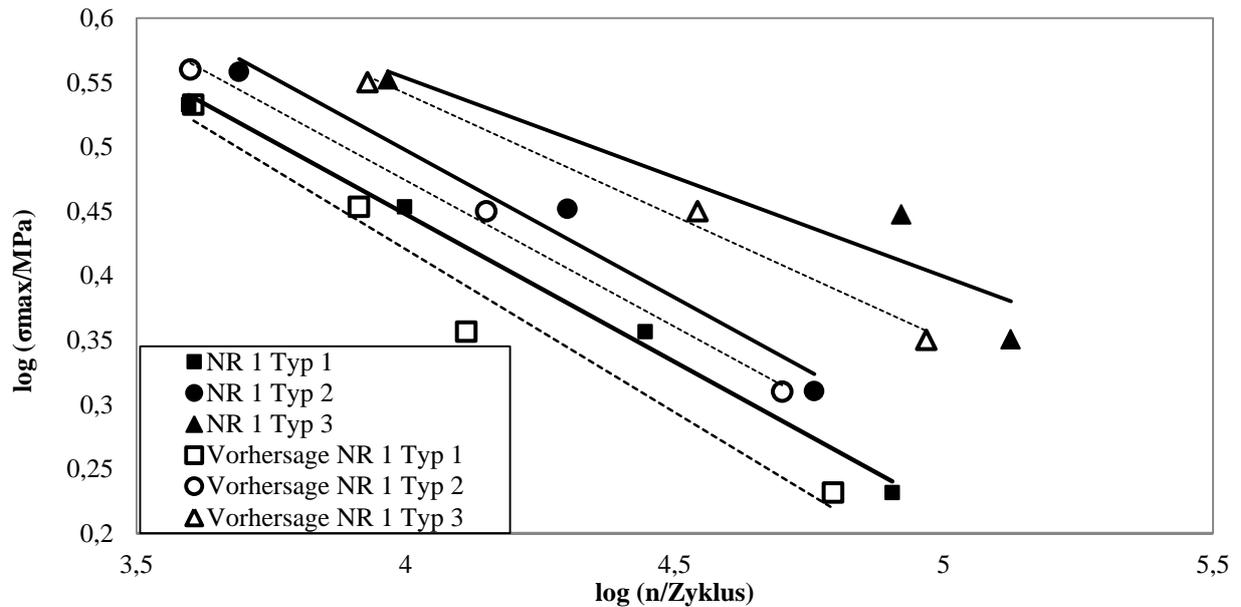


Abbildung 96: Experimentelle (durchgezogene) und berechnete (gestrichelte) Lebensdauererkennlinien für homogen deformierte Prüfkörpergeometrien (Typ 1, Typ 2, Typ 3) für das Material NR 1

## 5.4 Berechnung der Ausfallwahrscheinlichkeiten von inhomogen beanspruchten Prüfkörpern

Das vorgestellte Vorhersagemodell ist in der Lage, die Lebensdauer für alle überprüften Anwendungsfälle mit hoher Güte voraussagen. Jedoch muss beachtet werden, dass das Vorhersagekonzept bisher nur auf Prüfkörpergeometrien angewandt wurde, die bei einer Beanspruchung in ihrem Prüfbereich homogen deformiert sind. Technisch eingesetzte Elastomerbauteile können in ihrer Gestalt deutlich von den Laborprüfkörpern abweichen und inhomogene Deformationsfelder bzw. Spannungsfelder und Energiedichtefelder ausbilden. Die Wachstumsrate und die statistisch zu erwartende Anfangsgröße eines Risses ist in solchen Fällen davon abhängig, in welchem Teilvolumen des Bauteils dieser initiiert wird. Im Folgenden wird eine Möglichkeit präsentiert, durch die das entwickelte Berechnungsmodell auch auf komplexere Deformationszustände angewandt werden kann. Diese Methodik wurde am Beispiel des Prüfkörpers Typ 4 entwickelt, der einen inhomogenen Deformationszustand aufweist und als ein erstes Modellbauteil angesehen werden kann.

### 5.4.1 Prinzip der Schadensakkumulation

Bei einer Belastung in Zug lässt sich ein inhomogen beanspruchtes Volumen, zum Beispiel mit Hilfe von FEM-Simulationen, in mehrere unterschiedlich stark deformierte Teilbereiche unterteilen. Das Materialversagen, welches zum Bauteilausfall führt, kann in jedem dieser Teilbereiche stattfinden. Da der Rissinitiierung- sowie der Risswachstumsprozess abhängig vom vorherrschenden Belastungszustand des jeweiligen Teilbereichs ist, können sich unterschiedliche ertragbare Lastzyklenzahlen für das Bauteil ergeben, je nachdem, an welchem Ort das Materialversagen beginnt. Daher müssen zunächst die Ausfallwahrscheinlichkeiten ( $\bar{W}_i(n)$ ) der  $i$  Teilbereiche unabhängig voneinander bestimmt werden. Anschließend werden diese zu einer Ausfall-Gesamtwahrscheinlichkeit zusammengefasst, indem die komplementären Ereignisse ( $W_i(n)$ ) zu den Ausfallfunktionen der  $i$  Teilbereiche betrachtet werden, welche die Überlebenswahrscheinlichkeiten der Teilbereiche darstellen. Der Ansatz für die Schadens-Akkumulation ist nun, dass der gesamte Körper genau dann eine gegebene Lastzyklenzahl überlebt, wenn all seine Teilbereiche überleben. Somit ist die Gesamtüberlebenswahrscheinlichkeit gleich dem Produkt der Teilwahrscheinlichkeiten:

$$W_i(n) = 1 - \bar{W}_i(n) = \left( \frac{V_{\text{Mischung}} - V_{\text{Teilbereich } i}}{V_{\text{Mischung}}} \right)^{N(c_0(n))} \quad (34)$$

$$W_{\text{gesamt}}(n) = \prod_0^i W_j(n) \quad (35)$$

Durch die Bildung des komplementären Ereignisses erhält man die Ausfallwahrscheinlichkeitsfunktion  $\bar{W}_{\text{gesamt}}(n)$  sowie die dazugehörige Dichtefunktion  $\bar{W}'_{\text{gesamt}}(n)$ .

$$\bar{W}_{\text{gesamt}}(n) = 1 - W_{\text{gesamt}}(n) \quad (36)$$

$$\bar{W}'_{\text{gesamt}}(n) = (\bar{W}_{\text{gesamt}}(n))' \quad (37)$$

Dass die Ausfallwahrscheinlichkeitsfunktionen  $\bar{W}_i(n)$  der Teilbereiche nicht direkt miteinander zu einer Gesamtwahrscheinlichkeit zusammengefasst werden, sondern zunächst der mathematische Umweg über die Überlebenswahrscheinlichkeiten  $W_i(n)$  gewählt wird, hat folgenden Hintergrund:

Die Multiplikation der Überlebenswahrscheinlichkeiten berücksichtigt den Anwendungsfall, dass in einem beliebigen Gesamtvolumen ein Teilbereich vorliegt, der überaus kritisch und deutlich höher als der Rest des Elastomerkörpers deformiert ist. In einem solchen Fall muss der hochbelastete Bereich entscheidend für den Ausfall des Gesamtbauteils sein. Die Ausfallwahrscheinlichkeit des Gesamtbauteils muss immer größer oder gleich der Ausfallwahrscheinlichkeit des am kritischsten beanspruchten Teilbereichs sein.

Die Funktionen  $W_i(n)$ , die die Wahrscheinlichkeit für das Überleben des Teilbereichs  $i$  in Abhängigkeit der dynamischen Lastzyklenzahl angibt, besitzt den Funktionswert 1, solange der betreffende Volumenbereich intakt ist. Versagt das Material, so ist der Funktionswert 0. Ist ein hochbeanspruchter Volumenbereich ausgefallen, wird der dazugehörige Funktionswert 0 und löscht bei einer Multiplikation die Überlebenswahrscheinlichkeiten der anderen Teilbereiche aus (Abbildung 97).

Eine direkte Multiplikation der Teilbereichs-Ausfallwahrscheinlichkeiten ( $\bar{W}_i(n)$ ) würde dies nicht gewährleisten.

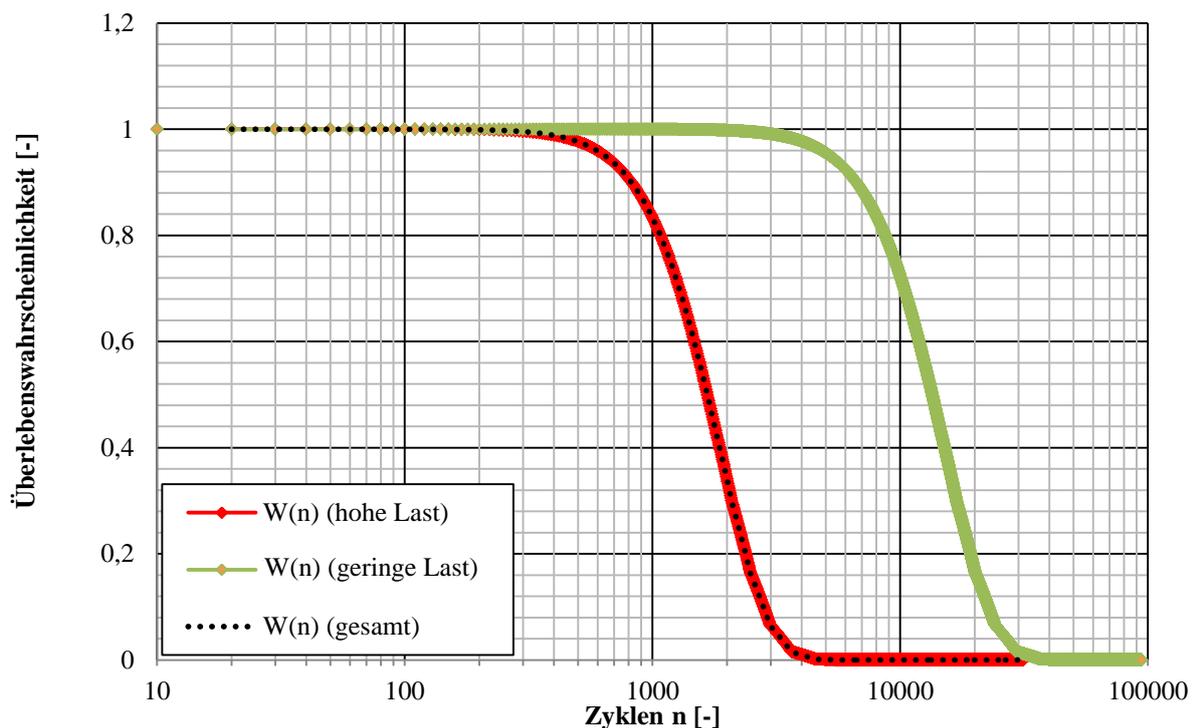


Abbildung 97: Überlebenswahrscheinlichkeiten von zwei ungleich hoch deformierten Volumenbereichen und die dazugehörige Gesamtfunktion

#### 5.4.2 Anwendung des Schadensakkumulations-Prinzips auf den Prüfkörper Typ 4

Das vorgestellte Berechnungsprinzip für inhomogene Deformationsfelder soll nun verwendet werden, um die Lebensdauer des Prüfkörpers Typ 4 für mehrere Belastungszustände vorherzusagen. Zunächst wird anhand des Materials EPDM 1 bei einer dynamischen Belastung von  $150\text{ N} \pm 150\text{ N}$  detailliert vorgestellt, wie sich das Akkumulationsverfahren anwenden lässt. Anschließend wird die Güte der Vorhersage durch den Vergleich mit den experimentell ermittelten Wöhlerlinien für die Materialien EPDM 1 und NR 1 für jeweils drei unterschiedliche dynamische Lastzustände überprüft.

Ähnlich wie bei technischen Elastomerbauteilen setzt sich das Deformationsfeld des Prüfkörpers Typ 4 aus mehreren, unterschiedlich stark belasteten Einzelvolumen zusammen. Mit Hilfe von FEM-Simulationen ist es möglich, die vorherrschenden Belastungszustände in den verschiedenen Teilvolumen bei bekannter externer Zugbelastung zu bestimmen. Bei einer dynamischen Belastung von  $150\text{ N} \pm 150\text{ N}$  beträgt die maximale Kraft, die auf den Prüfkörper einwirkt,  $300\text{ N}$ . Da sich in den Lebensdauerexperimenten herausstellte, dass der Ort des Materialversagens für diesen Prüfkörper immer im Bereich der Prüfkörpertaille lokalisiert ist, kann die Vorhersageberechnung vereinfacht werden, indem sich die Berechnung auf das mittlere Volumen konzentriert. Dieses kann in einen sehr kleinen, hochbeanspruchten Bereich am Prüfkörperrand (Bereich 1), ein weniger hoch beanspruchtes (Bereich 2) und ein leicht beanspruchtes Volumen in der Mitte (Bereich 3) unterteilt werden. Um die Lebensdauervorhersage durchführen zu können, werden die Energiedichte, der vorherrschende Dehnungszustand und die Größe des jeweiligen Teilvolumens benötigt, welche als Ergebnis der FEM-Berechnungen zur Verfügung stehen.

Mit diesen Informationen und unter Kenntnis der Partikelgrößenverteilung des EPDM 1 kann nun das Vorhersagekonzept auf die Teilbereiche angewandt werden, um deren Ausfallwahrscheinlichkeiten zu bestimmen (Abbildung 98).

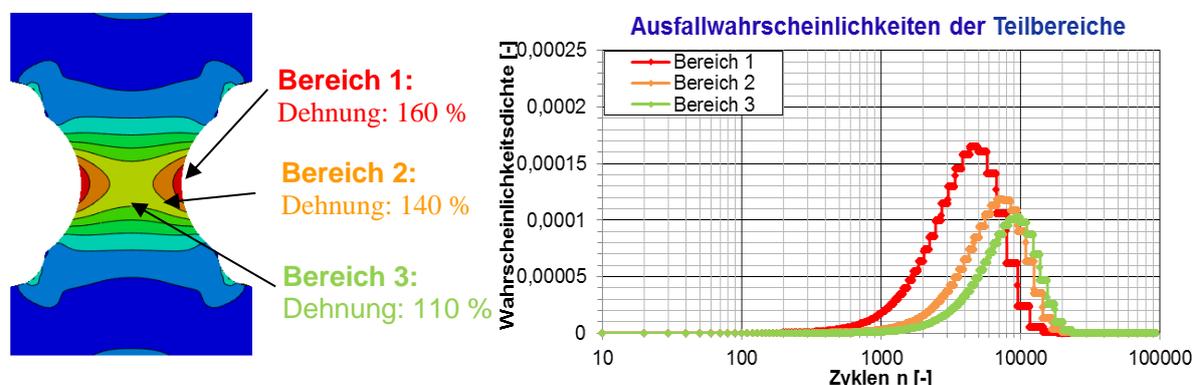


Abbildung 98: Lebensdauervorhersage der Teilbereiche des Prüfkörpers Typ 4 für die Laststufe  $150\text{ N} \pm 150\text{ N}$  (Material: EPDM 1)

Anschließend werden die Funktionen der Überlebenswahrscheinlichkeiten gebildet und miteinander multipliziert (Abbildung 99). So ergibt sich die gemeinsame Überlebensfunktion der drei Teilbereiche. Über die Bildung der komplementären Funktion erhält man die Ausfallwahrscheinlichkeit und die dazugehörige Dichtefunktion (Abbildung 100). Es ist zu erkennen, dass die Überlebensfunktion für den gesamten Prüfkörper früher gegen den Funktionswert Null geht als die Überlebensfunktionen der einzelnen Teilbereiche. Die höheren ertragbaren Lastzyklenzahlen der einzelnen Bereiche werden in der Gesamtwahrscheinlichkeit nicht mehr erreicht. Die Gesamtfunktion ist bei der Vorhersage der ertragbaren Lastzyklenzahlen somit kritischer.

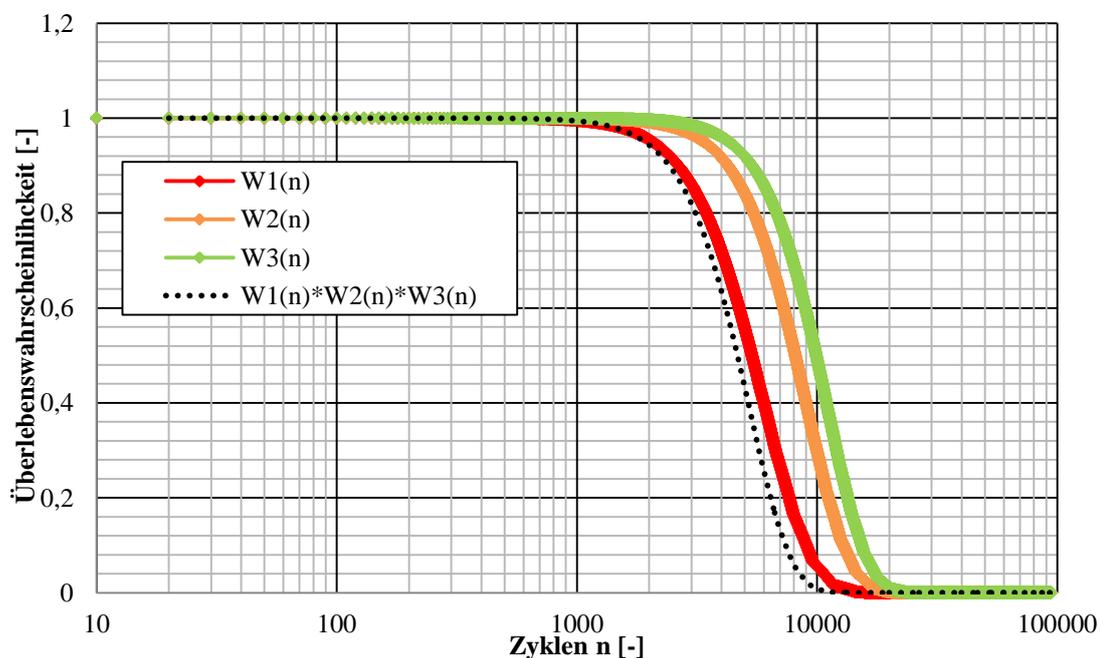


Abbildung 99: Überlebensfunktionen der Teilbereiche zusammen mit der gemeinsamen Überlebenswahrscheinlichkeit

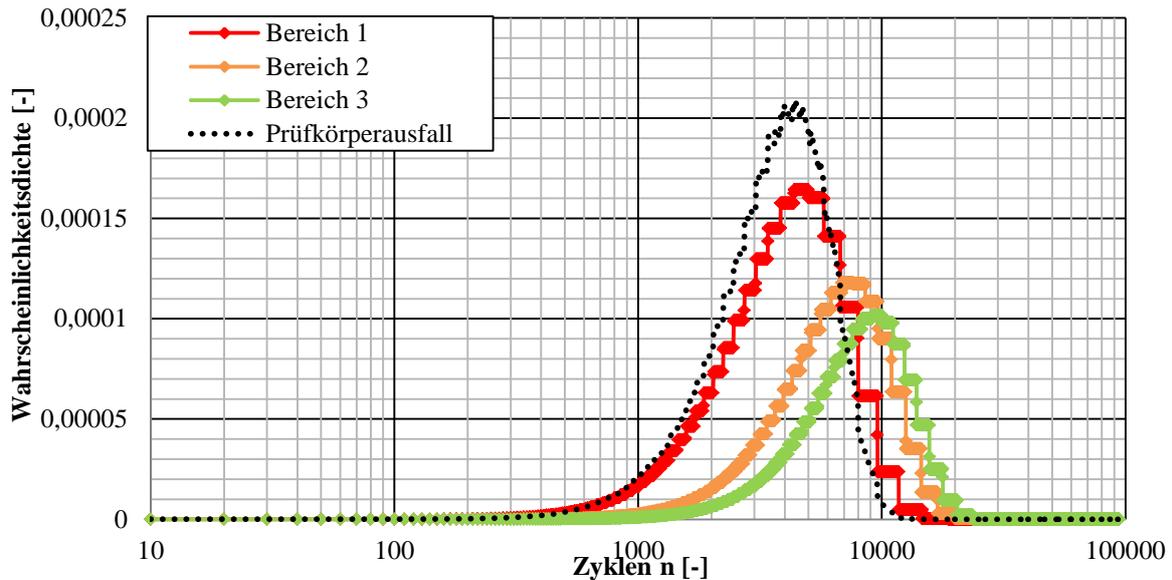
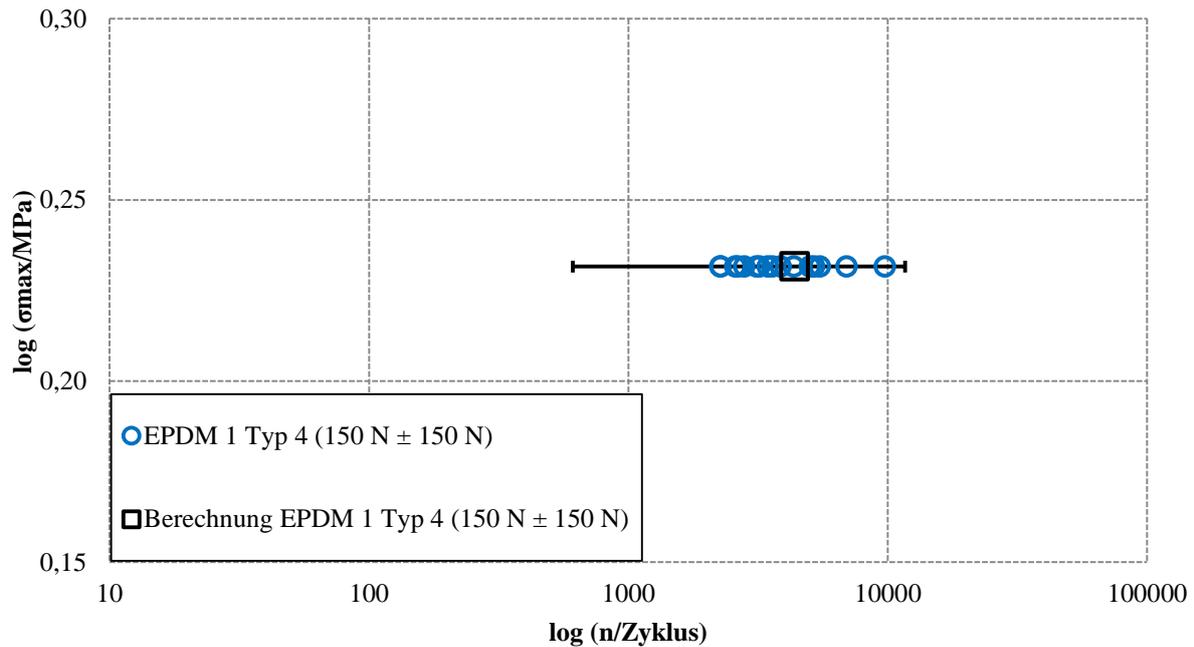


Abbildung 100: Gemeinsame Ausfallwahrscheinlichkeitsdichte und Ausfallwahrscheinlichkeitsdichte der einzelnen Teilbereiche

Wie bei den homogen beanspruchten Prüfkörpern kann nun das Ausfallverhalten für die Laststufe  $150 \text{ N} \pm 150 \text{ N}$  über den Funktionsbereich  $0 < \bar{W}_{\text{gesamt}}(n) < 1$  (zu erwartende Ausfallstreuung) gemeinsam mit dem dazugehörigen Erwartungswert beschrieben werden. Zur Definition des zu erwartenden Ausfallbereichs der Prüfkörper wurde wiederum das Lastzyklenintervall gewählt, in dem, ausgehend vom Erwartungswert  $E_{\text{gesamt}}(n)$ , 99,9 % der von der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion  $\bar{W}'_{\text{gesamt}}(n)$  eingeschlossenen Fläche liegen (siehe dazu auch Kapitel 5.3.1).

$$E_{\text{gesamt}}(n) = \int n \bar{W}'_{\text{gesamt}}(n) dn \quad (38)$$

Der Vergleich mit den experimentell ermittelten Lastzyklenzahlen bei dieser Laststufe zeigt, dass die gemeinsame Ausfallfunktion verwendet werden kann, um das Ausfallverhalten des gesamten Prüfkörpers anzunähern. Sowohl der Erwartungswert als auch die vorausgesagte Streuung geben die experimentell ermittelten Ausfallzyklen wieder (Abbildung 101).



**Abbildung 101: Berechneter Erwartungswert (Quadrat) und berechnete Ausfallstreuung (Fehlerbalken) im Vergleich mit den experimentell ermittelten Prüfkörperausfällen für die Laststufe  $150 \text{ N} \pm 150 \text{ N}$  (EPDM 1, Prüfkörper Typ 4)**

Das zuvor beschriebene Verfahren kann nun auf sämtliche in den Experimenten verwendete Lastfälle angewandt werden, um das Ausfallverhalten für die Prüfkörper vom Typ 4 vorherzusagen. In den Abbildungen 102 und 103 sind die Berechnungsergebnisse für die Materialien EPDM 1 und NR 1 zusammen mit den ertragbaren Lastzyklenzahlen der Prüfkörper in jeweils einem gemeinsamen Wöhlerdiagramm dargestellt. Für beide Materialien sagt die Berechnung bei allen Laststufen die gemessene Messwertstreuung voraus. Auch die sich aus der Lage der Erwartungswerte ergebende Wöhlerlinie stimmt bei beiden Materialien nahezu mit der experimentell ermittelten Wöhlerlinie überein.

Das hier vorgestellte Akkumulationskonzept erweist sich somit für die Lebensdauervorhersage eines stark inhomogen deformierenden Prüfkörpers als äußerst tragfähig.

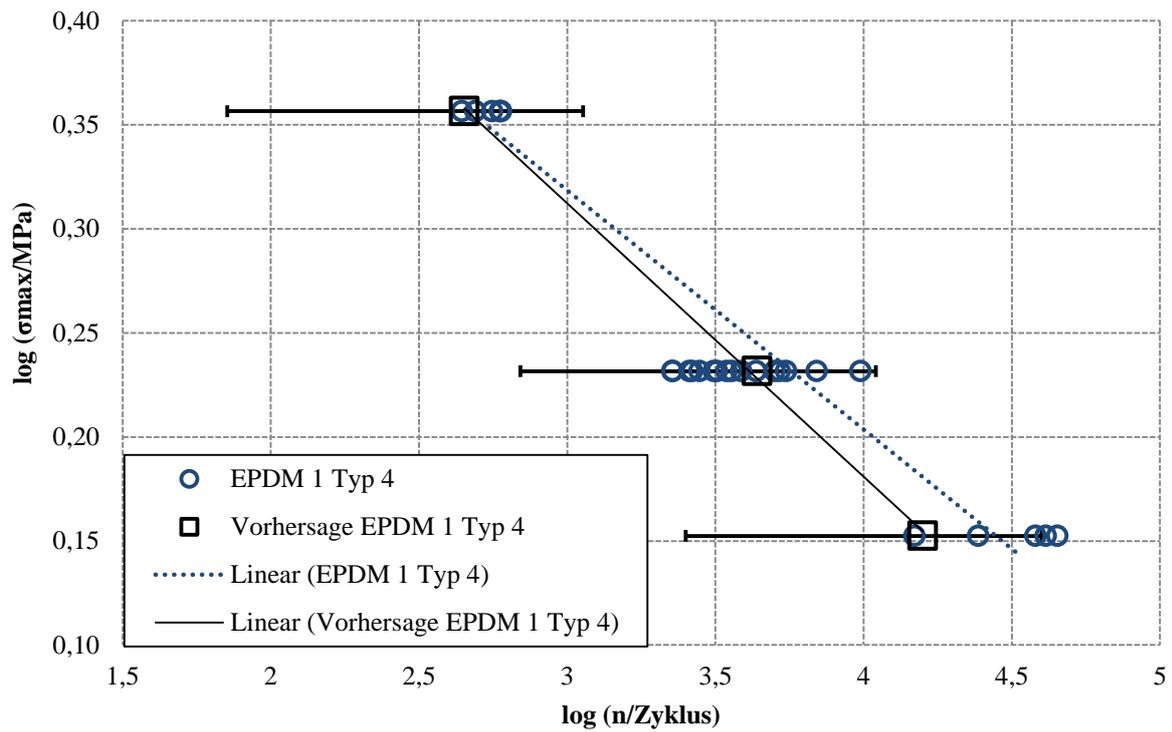


Abbildung 102: Gegenüberstellung der experimentell ermittelten Lastzyklenzahlen des Prüfkörpers Typ 4 (Material: EPDM 1) mit dem errechneten Erwartungswert (Quadrat) und der vorhergesagten Messwertstreuung (Fehlerbalken)

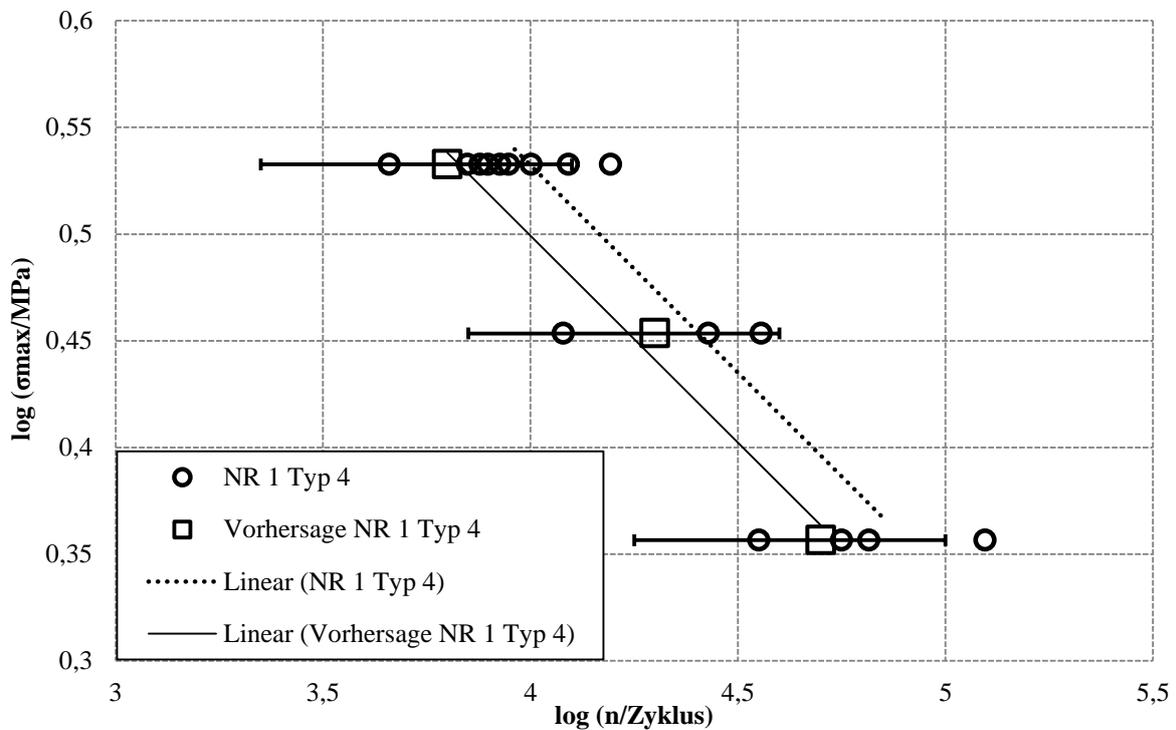


Abbildung 103: Gegenüberstellung der experimentell ermittelten Lastzyklenzahlen des Prüfkörpers Typ 4 (Material: NR 1) mit dem errechneten Erwartungswert (Quadrat) und der vorhergesagten Messwertstreuung (Fehlerbalken)

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Forschungsarbeit wurde ein Modell zur Vorhersage der Ausfallwahrscheinlichkeit von in Zug belasteten Elastomerkörpern entwickelt. Die experimentelle Grundlage dafür bildet eine Vielzahl bruchmechanischer Versuche an mehreren technischen Elastomerwerkstoffen. Durch systematische Änderungen in der Rezeptur oder des Herstellungsverfahrens konnten die entscheidenden Materialparameter identifiziert und deren Einfluss auf die dynamische Lebensdauer ermittelt werden. Diese Einflussgrößen wurden in einem folgenden Schritt in ein Lebensdauer-Vorhersagemodell integriert.

Der Einsatz von Werkstoffen mit unterschiedlichen Risswachstumsraten zeigte den immensen Einfluss dieser Größe auf das Ausfallverhalten von Elastomeren. Laborprüfkörper, die aus Materialien bestanden, die über schlechte Weiterreiß Eigenschaften verfügten, fielen deutlich früher aus als Materialien mit höherem Risswiderstand.

Durch die Variation des Herstellungsprozesses wurden Materialien erzeugt, die nahezu identische Reiß Eigenschaften aufweisen, sich jedoch in ihrer Füllstoffdispersion bzw. Fehlstellengröße deutlich unterscheiden. Es ist ersichtlich, dass ein gesteigertes Vorkommen von großen Fehlstellen das Risiko von Materialfrühausfällen erhöht. Dies wirkt sich sowohl auf die Ausfallstreuung als auch auf die mittlere ertragbare Lastzyklenzahl der verwendeten Prüfkörper in den Lebensdauerexperimenten aus.

Dass das Vorhandensein von großen Fehlstellen in Elastomerteilen ein volumenabhängiger Effekt ist, wird durch den Vergleich unterschiedlich großer Prüfkörper belegt. Eine Reduktion des Prüfvolumens bewirkt einen signifikanten Anstieg der mittleren Lebensdauer.

Es wurde gezeigt, dass die Lebensdauer eines Prüfkörpers nicht nur durch Materialeigenschaften und Lasthöhe (Spannung bzw. Deformation), sondern ganz entscheidend auch durch geometrieabhängige Faktoren bestimmt wird.

Das hier vorgestellte Vorhersagemodell verbindet bruchmechanischen Konzepte mit einer statistischen Betrachtung der Fehlstellen-Häufigkeitsverteilung. Es verwendet die ermittelten Parameter (Risswachstumseigenschaften, Fehlstellenvorkommen, Prüfkörpergeometrie und Belastungszustand) als Eingangsgrößen und liefert Auskunft über die zu erwartende mittlere Lebensdauer sowie die Ausfallstreuung von zugschwellbelasteten Elastomerteilen.

Innerhalb des Berechnungsmodells wird die bruchmechanische Formulierung von Paris und Erdogan genutzt, um die ertragbare Lastzyklenzahlen von Elastomerkörpern in Abhängigkeit der Rissinitiierungslänge bzw. Fehlstellengröße zu bestimmen.

Unter der Annahme, dass im Material vorliegende, schlecht dispergierte Feststoffpartikel als Fehlstellen angesehen werden können, welche bei Belastung Risse initiieren, kann der Durchmesser dieser Partikel als anfängliche Risslänge verwendet werden. Die Informationen über die im Werkstoff vorliegenden Fehlstellen fließen über einen kombinatorischen Ansatz in die Berechnungen ein, welcher unter Berücksichtigung des Prüfkörpervolumens, die Wahrscheinlichkeit bestimmt, mit der Fehlstellen einer gewissen Größe im Prüfvolumen vorliegen.

So gelingt es, die Ausfallverteilung von Elastomerkörpern vorherzusagen. Der Vergleich der errechneten Materialausfälle mit den experimentell ermittelten Prüfkörperversagen führte in allen überprüften Fällen zu hohen Übereinstimmungen. Somit hat sich das entwickelte Vorhersagekonzept als sehr tragfähig erwiesen.

Abschließend wurde eine Möglichkeit präsentiert, durch die sich das Berechnungsverfahren auch zur Vorhersage der Lebensdauer von komplexeren Geometrien anwenden lässt. Dies wurde am Beispiel eines Modellprüfkörpers demonstriert, der einem Dämpfungselement nachempfunden ist. Erneut zeigte der Vergleich der Berechnungsergebnisse mit den Experimentaldaten sehr hohe Übereinstimmungen.

Das vorgestellte Vorhersagekonzept bietet in der industriellen Anwendung ein enormes Potential der Kostenersparnis in der Phase der Produkt-Neuentwicklung. Anstatt kostspielige Lebensdauer-Laborexperimente an Prüfkörpern oder direkt an Bauteilen durchzuführen, bietet das Vorhersagemodell die Möglichkeit, nach einmaliger bruchmechanischer Charakterisierung der eingesetzten Werkstoffe das mechanische Ausfallverhalten für Einsatzlasten abzuschätzen. Auch kann es genutzt werden, um mit minimalen Aufwand zu überprüfen, wie sich geometrische Umgestaltung der technischen Produkte oder Änderungen im Herstellungsprozess auf die zu erwartende Lebensdauer auswirken.

### **Ausblick**

Das in dieser Arbeit entwickelte Vorhersageverfahren ist momentan nur verwendbar, wenn eine sinusförmige Zuglast mit einer Minimalkraft von 0 Newton auf das Material einwirkt (schwellender Belastungsfall). Die Aufgabe von weiterführenden Arbeiten ist es nun, eine Möglichkeit zu erarbeiten, durch die sich das Berechnungsverfahren auch auf andere dynamische Belastungsarten anwenden lässt. Ein erster Schritt wäre, die Minimalkraft von 0 Newton weiter in den Zuglastbereich zu verschieben. Zu erwarten wären Änderungen bei den Mechanismen des Rissfortschritts sowie bei der Interaktion der Elastomermatrix mit den darin

vorliegenden Fehlstellenpartikeln. Auch eine Verschiebung der dynamischen Last über den Wechsellastbereich bis in den reinen Druckbereich ist denkbar.

Neben den verschiedenen Belastungsarten ist die Temperatur der Elastomerteile ein weiterer Faktor, der bislang noch nicht in den Vorhersageberechnungen berücksichtigt wird. Durch die Verwendung einer Belastungsfrequenz von lediglich 1 Hz konnte eine starke Prüfkörpertemperaturerhöhung durch Eigenerwärmung in den Versuchen im Rahmen dieser Arbeit vermieden werden. Jedoch ist bei einer starken Temperaturerhöhung des Werkstoffs aufgrund einer sich ändernden Umgebungstemperatur oder einer durch eine hohe Belastungsfrequenz gesteigerten Eigenerwärmung mit einer Erweichung des Materials zu rechnen, welche sich negativ auf den Risswiderstand auswirken könnte und in Vorhersageberechnungen berücksichtigt werden muss. Des Weiteren könnte so die Kristallbildung bei dehnungskristallinen Elastomerwerkstoffen unterbunden werden, wodurch ebenfalls mit einer Beschleunigung des Risswachstums zu rechnen ist.

Um die Art der Belastung sowie Temperatureffekte mit in das Berechnungskonzept zu integrieren, sind weitere Versuchsreihen nötig. So wäre die Ermittlung bruchmechanischer Risswachstumsparameter zur Formulierung von Paris und Erdogan unter geänderten Bedingungen (Belastungsart und Temperatur) und deren Übertragung auf das hier entwickelte Berechnungskonzept eine vielversprechende Zielstellung.

Studien mit Hilfe der Finiten-Elemente-Methode könnten weiterhin hilfreich sein, um zu ergründen, wie sich eine Änderung der Belastungsart, beispielsweise von Zug auf Druck, auf das fehlstellennahe Deformationsfeld im Werkstoff und somit auf den Rissinitiierungsprozess auswirkt.

Zur praxisnahen Anwendung ist es wünschenswert, das Berechnungskonzept als Programmstruktur umzusetzen und dieses in FEM-Simulationen zu integrieren. Zusätzlich zu den allgemeinen Berechnungsergebnissen wie Deformationen, Spannungen und Energien, könnten so direkt die zu diesen Zuständen gehörenden Lebensdauerwerte ausgegeben werden.

## 7 Literaturverzeichnis

- [1] S. Rödling, J. Fröschl, M. Hück und M. Decker, „Einfluss nichtmetallischer Einschlüsse auf zuverlässige HCF-Bemessungskennwerte,“ *Material Testing Volume 53*, pp. 455-462, 2011.
- [2] W. Berger, „Lebensdauervorhersage für partikelverstärkte Aluminiumlegierungen unter Berücksichtigung der mikrostrukturellen Aspekte der Schädigung [Dissertation],“ Universität der Bundeswehr, München, 2000.
- [3] J. M. Hyzak und I. M. Bernstein, „The effect of defects on the fatigue crack initiation process in two p/m superalloys part 1. Fatigue origins,“ *Metallurgical Transactions Volume 13A*, pp. 33-43, 1982.
- [4] E. Kullig, M. Vormwald, O. Hertel, A. Esderts und K. Hinkelmann, „Weiterentwicklung des Ermüdungsfestigkeitsnachweis,“ in *Tagung Deutscher Verband für Materialforschung und -prüfung e.V. DVM*, Darmstadt, 2010.
- [5] U. Krupp, „Mikrostrukturelle Aspekte der Rissinitiierung und -ausbreitung in metallischen Werkstoffen [Habilitationsschrift],“ Universität Siegen, Siegen, 2004.
- [6] J.-B. Le Cam, B. Huneau und E. Verron, „Description of fatigue damage in carbon black filled natural rubber,“ *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures Volume 31*, pp. 1031-1038, 2008.
- [7] V. Le Saux, Y. Marco, S. Calloch, C. Doudard und P. Charrier, „Fast evaluation of the fatigue lifetime of rubber-like materials based on a heat build-up protocol and microtomography measurements,“ *International Journal of Fatigue Volume 32*, pp. 1582-1590, 2011.
- [8] F. Abraham, „The influence of minimum stress on the fatigue life of non strain-crystallizing elastomers,“ Coventry University, Coventry, 2002.
- [9] M. Studebaker, K. Holcomb und P. Fowler, The effect of carbon black impurity levels on a rubber compound, Ohio: Phillips Chemical Company.
- [10] F. Abraham, T. Alshuth, G. Clauß und J. Kroll, „Untersuchung und Simulation des Einflusses von Fehlstellen auf das Risswachstum und die Ermüdung von Elastomeren,“ *Kautschuk Gummi Kunststoffe November*, pp. 595-599, 2005.
- [11] S. Robin und T. Alshuth, „Hochauflösende 3D-Röntgen-Computertomographie (CT),“ *Kautschuk Gummi Kunststoffe September*, pp. 383-387, 2010.
- [12] S. Robin und T. Alshuth, „Lifetime prediction- A unification of the fracture mechanics and the (Wöhler-) s-n-concept,“ in *Kautschuk Herbst Kolloquium*, Hannover, 2012.
- [13] P. Paris und F. Erdogan, „A critical analysis of crack propagation laws,“ *Journal of basic Engineering Volume 85*, pp. 528-534, 1963.
- [14] R. Rivlin und A. Thomas, „Rupture of rubber I. Characteristic energy for tearing,“ *Journal of Polymer Science Volume X*, pp. 291-318, 1952.
- [15] A. Thomas, „Rupture of rubber II. The strain concentration at an incision,“ *Journal of*

- Polymer Science Volume XVIII*, pp. 177-188, 1955.
- [16] U. Eisele, Introduction to polymer physics, Berlin: Springer-Verlag, 1990.
- [17] C. Wraner, Polymer-Physik, Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 2014.
- [18] J. Mark, B. Erman und C. Roland, The Science and Technology of Rubber, Vierte Auflage, Oxford: Elsevier-Verlag, 2013.
- [19] F. Röthemeyer und F. Sommer, Kautschuktechnologie, Werkstoffe-Verarbeitung-Produkte, München: Hanser-Verlag, 2008.
- [20] J. Mark, „The effect of strain-induced crystallization on the ultimate properties of an elastomeric polymer network,“ *Polymer Engineering & Science Volume 19*, pp. 409-413, 1979.
- [21] M. Bonnet, Kunststoffe in Ingenieursanwendungen, Wiesbaden: Vieweg+Teubner-Verlag, 2009.
- [22] M. Müller, „Einflussgrößen der Verstärkung elastomerer Werkstoffe durch Polymere und klassische Füllstoffe,“ Leibniz Universität Hannover, Hannover, 2002.
- [23] H. Batzer, Polymere Werkstoffe, Stuttgart: Thieme, 1985.
- [24] R. Iler, The Chemistry of Silica, New York: John Wiley & Sons, Inc., 1979.
- [25] F. Thurn und S. Wolff, „Neue Organosilane für die Reifenindustrie,“ *Kautschuk Gummi Kunststoffe Volume 12*, pp. 733-739, 1975.
- [26] E. Dannenberg, „Füllstoffe für Kautschuk-ein Überblick,“ *Gummi Fasern Kunststoffe Volume 5*, pp. 211-218, 1988.
- [27] ASTM D1765-Standard classification system for carbon blacks used in rubber products, 2014.
- [28] J.-B. Donnet, M.-J. Wang und R. Bansal, Carbon Black: Science and Technology, Second Edition, New York: Marcel Dekker, Inc., 1993.
- [29] A. Coran und J.-B. Donnet, „The dispersion of carbon black in rubber part I. Rapid method for assessing quality of dispersion,“ *Rubber Chemistry and Technology Volume 65*, pp. 973-997, 1992.
- [30] I. Masquelier, Influence de la formulation sur les propriétés en fatigue d'élastomères industriels, Brest: Université de Bretagne Occidentale, 2014.
- [31] A. Limper, Mixing of Rubber Compounds, München: Hanser Verlag, 2012.
- [32] R. Schuster, Verstärkung von Elastomeren durch Ruß, Frankfurt am Main: Wirtschaftsverband der deutschen Kautschukindustrie, 1990.
- [33] G. Cotten, „Mixing of carbon black with rubber I. Measurement of dispersion rate by changes in mixing torque,“ *Rubber Chemistry and Technology Volume 57*, pp. 118-133, 1984.
- [34] C. Koolhiraan und J. White, „Comparison of intermeshing rotor and traditional rotors of internal mixers in dispersing silica and other fillers,“ *Journal of Applied Polymer Science Volume 78*, pp. 1551-1554, 2000.

- [35] J. Lehnen, Kautschukverarbeitung, Würzburg: Vogel-Buchverlag, 1983.
- [36] F. Bueche, „Mullins Effect and rubber-filler interaction,“ *Rubber Chemistry and Technology Volume 35*, pp. 259-273, 1962.
- [37] Y. Merckel, J. Diani, M. Brieu, P. Gilormini und J. Caillard, „Characterization of the mullins effect of carbon-black filled rubbers,“ *Rubber Chemistry and Technology Volume 84*, pp. 402-414, 2011.
- [38] L. Mullins, „Effect of stretching on the properties of rubber,“ *Rubber Chemistry and Technology Volume 21*, pp. 281-300, 1948.
- [39] L. Mullins, „Softening of rubber by deformation,“ *Rubber Chemistry and Technology Volume 42*, pp. 339-362, 1969.
- [40] H. Lorenz, Mikrostruktur-basierte Modellierung des mechanischen Verhaltens gefüllter Elastomere, Dresden: Technische Universität Dresden, 2012.
- [41] J. Meier, Untersuchung und Modellierung zur linearen Viskoelastizität von Poly(Styrol-co-Butadien), Clausthal: Technische Universität Clausthal, 2002.
- [42] W. Fletcher und A. Gent, „Non-linearity in the dynamic properties of vulcanized rubber compounds,“ *Rubber Chemistry and Technology Volume 27*, pp. 209-222, 1954.
- [43] A. Payne, „The dynamic properties of carbon black-loaded natural rubber vulcanizates, Part I,“ *Journal of Applied Polymer Science Volume 6*, pp. 57-63, 1962.
- [44] J. Ferry, Viscoelastic properties of elastomers, New York: John Wiley & Sons, 1961.
- [45] M. Williams, R. Landel und J. Ferry, „The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids,“ *Journal of American Chemical Society Volume 77*, pp. 3701-3706, 1955.
- [46] M. Klüppel, „Evaluation of viscoelastic master curves of filled elastomers and applications to fracture mechanics,“ *Journal of Physics Condensed Matter Volume 21*, 2009.
- [47] P. Paris, M. Gomez und W. Anderson, „A rational analytic theory of fatigue,“ *The Trend in Engineering Volume 13*, pp. 9-14, 1961.
- [48] A. Griffith, „The phenomena of rupture and flow in solids,“ *Philosophical Transactions of the Royal Society Volume 221*, pp. 582-593, 1920.
- [49] A. Gent, P. Lindley und A. Thomas, „Cut growth and fatigue of rubbers I. The relationship between cut growth and fatigue,“ *Journal of Applied Polymer Science Volume 8*, pp. 455-466, 1964.
- [50] G. Lake und P. Lindley, „Cut growth and fatigue of rubbers II. Experiments on a noncrystallizing rubber,“ *Journal of Applied Polymer Science Volume 8*, pp. 707-721, 1964.
- [51] G. Lake und P. Lindley, „Fatigue of rubbers at low strains,“ *Journal of Applied Polymer Science Volume 10*, pp. 343-351, 1966.
- [52] G. Lake und P. Lindley, „The mechanical fatigue limit for rubber,“ *Journal of Applied Polymer Science Volume 9*, pp. 1233-1251, 1965.

- [53] R. Seldén, „Fracture mechanics analysis of rubber-a review,“ *Progress in Rubber and Plastics Technology Volume 11*, pp. 56-83, 1995.
- [54] E. Andrews, „Crack propagation in a strain-crystallizing elastomer,“ *Journal of Applied Physics Volume 32*, pp. 542-548, 1960.
- [55] N. Saintier, G. Gailletaud und R. Piques, „Cyclic loadings and crystallization of natural rubber: An explanation of fatigue crack propagation reinforcement under a positive loading ratio,“ *Material Science and Engineering Volume 528*, pp. 1078-1086, 2011.
- [56] G. Andreini, P. Straffi, S. Cotugno, G. Gallone und G. Polacco, „Crack growth behavior of styrene-butadiene rubber, natural rubber and polybutadiene rubber compounds: comparison of pure-shear versus strip tensile test,“ *Rubber Chemistry and Technology Volume 86*, pp. 132-145, 2013.
- [57] J. Rice und G. Rosengreen, „Plane strain deformation near crack tip in a power-law hardening material,“ *Journal of Mechanics and Physics of Solids Volume 16*, pp. 1-12, 1968.
- [58] J. Rice, „A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks,“ *Journal of Applied Mechanics Volume 35*, pp. 379-386, 1968.
- [59] P. Rublon, E. Verron, A. Leygue und D. Thiaudiere, „Multiaxial deformation and strain-induced crystallization around a fatigue crack in natural rubber,“ *Engineering Fracture Mechanics Volume 123*, pp. 59-69, 2014.
- [60] S. Trabelsi, P. Albouy und J. Rault, „Stress induced crystallization around a crack tip in natural rubber,“ *Macromolecules Volume 35*, pp. 10054-10061, 2002.
- [61] P. Rublon, B. Huneau, E. Verron und N. Saintier, „Effect of strain-induced crystallization on the fatigue crack growth resistance of natural rubber,“ in *European Conference on Constitutive Models for Rubber*, San Sebastian, 2013.
- [62] K. Legorju-jago und C. Bathias, „Fatigue initiation and propagation in natural and synthetic rubbers,“ *International Journal of Fatigue Volume 24*, pp. 85-92, 2002.
- [63] S. Cadwell, R. Merrill, C. Sloman und F. Yost, „Dynamic fatigue life of rubber,“ *Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition Volume 12*, pp. 19-23, 1940.
- [64] N. Saintier, G. Gailletaud und R. Piques, „Crack initiation and propagation under multiaxial fatigue in a natural rubber,“ *International Journal of Fatigue Volume 28*, pp. 61-72, 2006.
- [65] A. Wöhler, „Über die Festigkeitsversuche mit Eisen und Stahl,“ *Zeitschrift für Bauwesen Volume 20*, pp. 73-106, 1870.
- [66] M. Lechner, K. Gehrke und E. Nordmeier, *Makromolekulare Chemie*, Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 1993.
- [67] J. Brandup und E. Immergut, *Polymer Handbook*, New York: Wiley-Interscience New York, 1989.
- [68] T. South, „The mechanical properties and durability of natural rubber compounds and

- composites,“ Virginia Polytechnic Institute, blacksburg, 2001.
- [69] „Handbuch für Gummiindustrie,“ Bayer AG, Leverkusen, 1991.
- [70] J. Cowie und H. Mauermann-Düll, Chemie und Physik der synthetischen Polymere: Ein Lehrbuch, Berlin: Springer-Verlag, 2000.
- [71] P. Göppert, „Aspekte der Hydrierung von Acrylnitril-Butadien-Copolymeren,“ Technische Universität München, München, 2012.
- [72] R. Hornig, „HNBR-Mischungen für elastomere Dichtungen,“ *Gummi Fasern Kunststoffe*, pp. 156-166, 2006.
- [73] S. Kelbch, U. Eisele, H. Magg und A. Sumner, „Predictive Testing für die Reißbeständigkeit von Elastomerbauteilen,“ in *DIK Fortbildungsseminar*, Hannover, 1999.
- [74] U. Eisele, S. Kelbch und H.-W. Engels, „The Tear Analyzer-A new toll for quantitative measurements of the dynamic crack growth of elastomers,“ *Kautschuk Gummi Kunststoffe Volume 45*, pp. 1064-1069, 1992.
- [75] F. Sieker, „Computed tomography for analysis of rubber components,“ *Kautschuk Gummi Kunststoffe Mai*, pp. 224-226, 2009.
- [76] T. Alshuth, S. Robin und J. Ihlemann, Untersuchung des Risswachstums und bruchmechanische Berechnungen an Elastomerbauteilen, Hannover: Abschlussbericht DKG-Gemeinschaftsprojekt, 2010.
- [77] J. Fritzsche und M. Klüppel, „Simulation of the Internal Sample Temperature of Rubber Compounds during cyclic Deformation,“ *Kautschuk Gummi Kunststoffe Juni*, pp. 44-51, 2011.
- [78] K. Langeheinecke, P. Jany, G. Thieleke, K. Langeheinecke und A. Kaufmann, Thermodynamik für Ingenieure 9. Auflage, Wiesbaden: Springer Vieweg, 2013.
- [79] H. Carslaw und J. Jaeger, Conduction of Heat in Solid, Oxford University Press, 1959.
- [80] S. Robin und T. Alshuth, Vortrag European Conference on Constitutive Models for Rubber, 2013.
- [81] G. Kauermann und H. Küchenhoff, Stichproben, Berlin: Springer-Verlag, 2011.
- [82] I. Mossig, „Stichproben, Stichprobenauswahlverfahren und Berechnung des minimal erforderlichen Stichprobenumfangs,“ in *Beiträge zur Wirtschaftsgeographie und Regionalentwicklung*, 2012.
- [83] W. Weibull, „A statistical distribution function of wide applicability,“ *Journal of Applied Mechanics*, pp. 293-297, September 1951.
- [84] J. Draxler und M. Siebenhofer, Verfahrenstechnik in Beispielen: Problemstellungen, Lösungsansätze, Rechenwege, Wiesbaden: Springer Vieweg, 2014.
- [85] M. Zogg, Einführung in die Mechanische Verfahrenstechnik, Stuttgart: B.G. Teubner Stuttgart, 1993.
- [86] U. Krengel, Einführung in die Wahrscheinlichkeitstheorie und Statistik. 8. Auflage, Wiesbaden: Vieweg, 2005.

- [87] C. Hesse, *Angewandte Wahrscheinlichkeitstheorie: eine Einführung mit über 500 realitätsnahen Beispielen und Aufgaben*, Wiesbaden: Vieweg, 2003.
- [88] R. Clamroth und E. Eisele, „Untersuchung zur Weiterreißfestigkeit und Beständigkeit gegen Reißbildung,“ *Kautschuk Gummi Kunststoffe Volume 8*, pp. 433-440, 1975.

## 8 Anhang

### 8.1 Lebensdauerexperimente an Hantelprüfkörpern

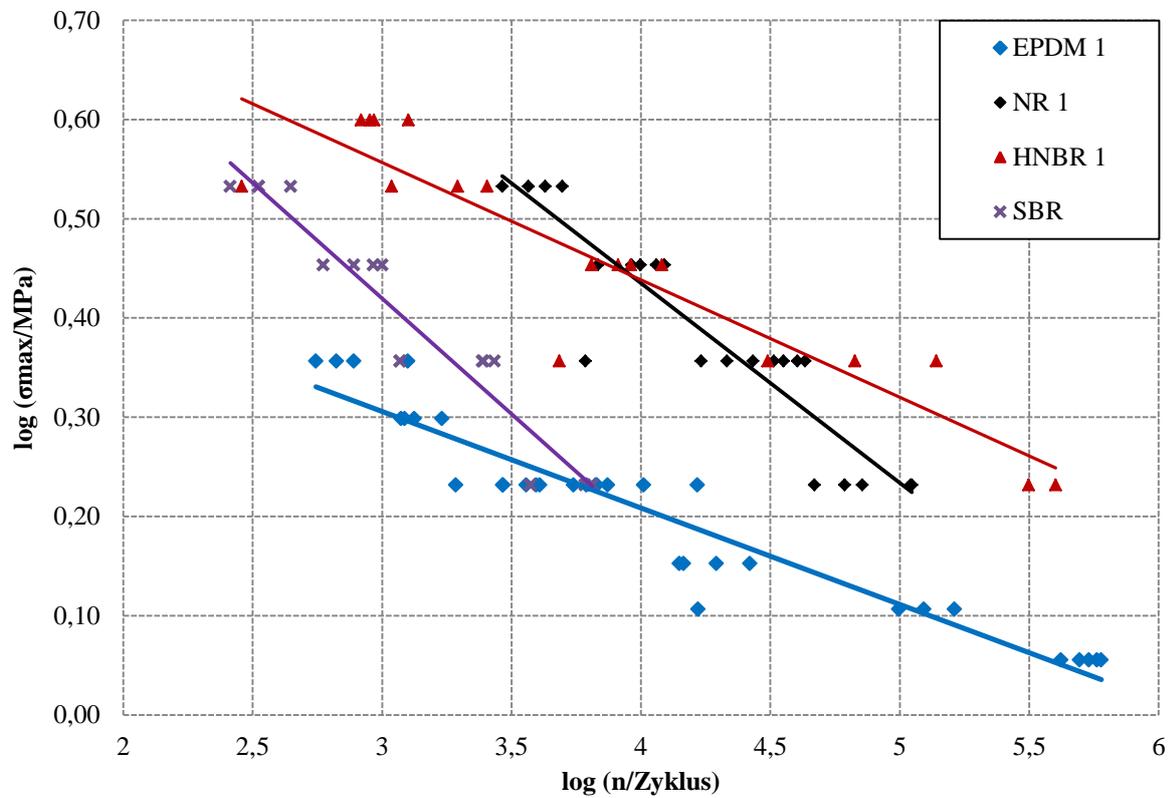


Abbildung 104: Ertragbare Lastzyklenzahl der einzelnen Hantelprüfkörper (Typ 1) der vier Grundmischungen

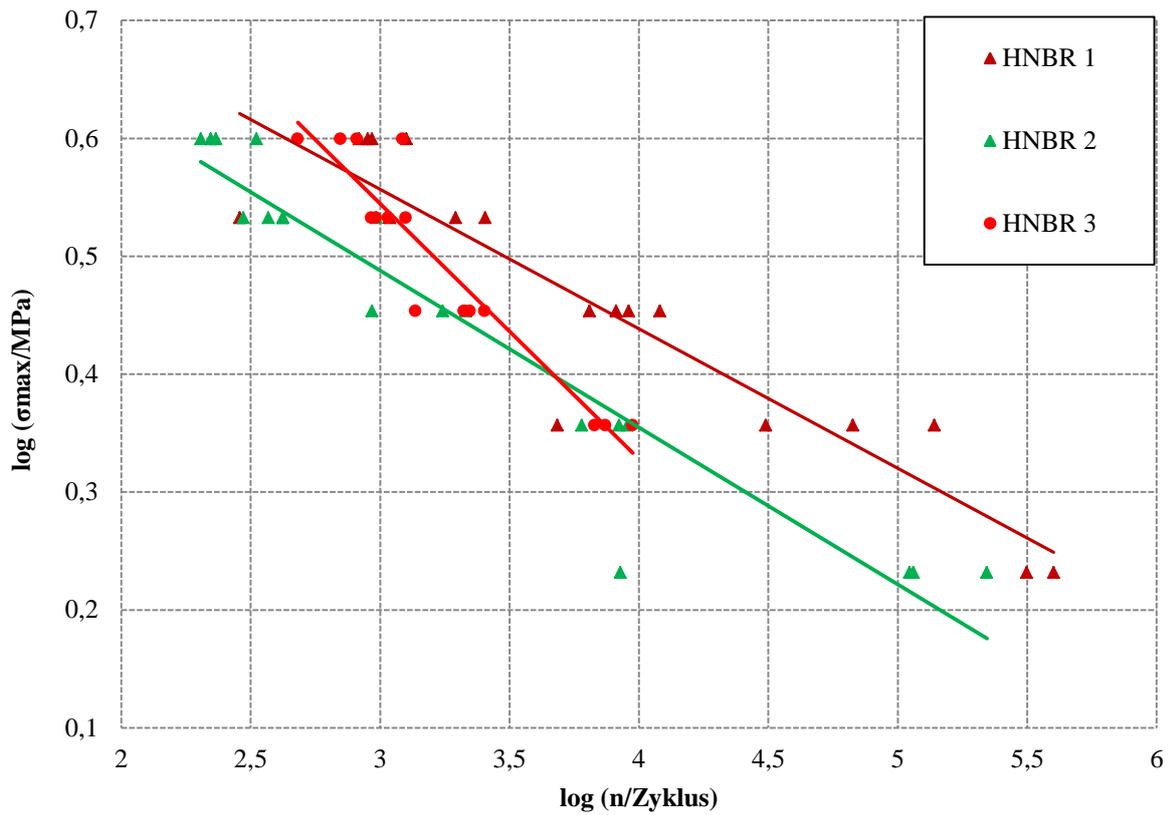


Abbildung 105: Ertragbare Lastzyklenzahl der einzelnen Hantelprüfkörper (Typ 1) der HNBR-Serie

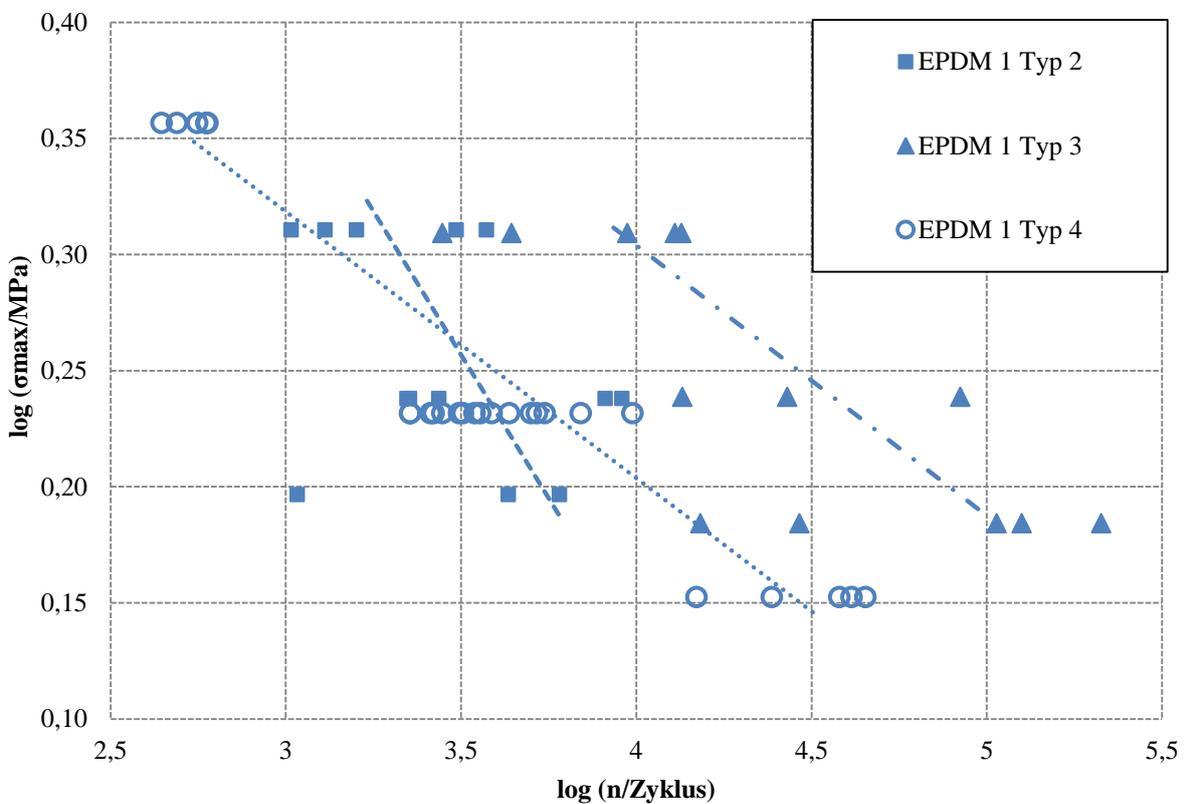


Abbildung 106: Ertragbare Lastzyklenzahl der einzelnen Hantelprüfkörper (Typ 2 - Typ 4) des EPDM 1

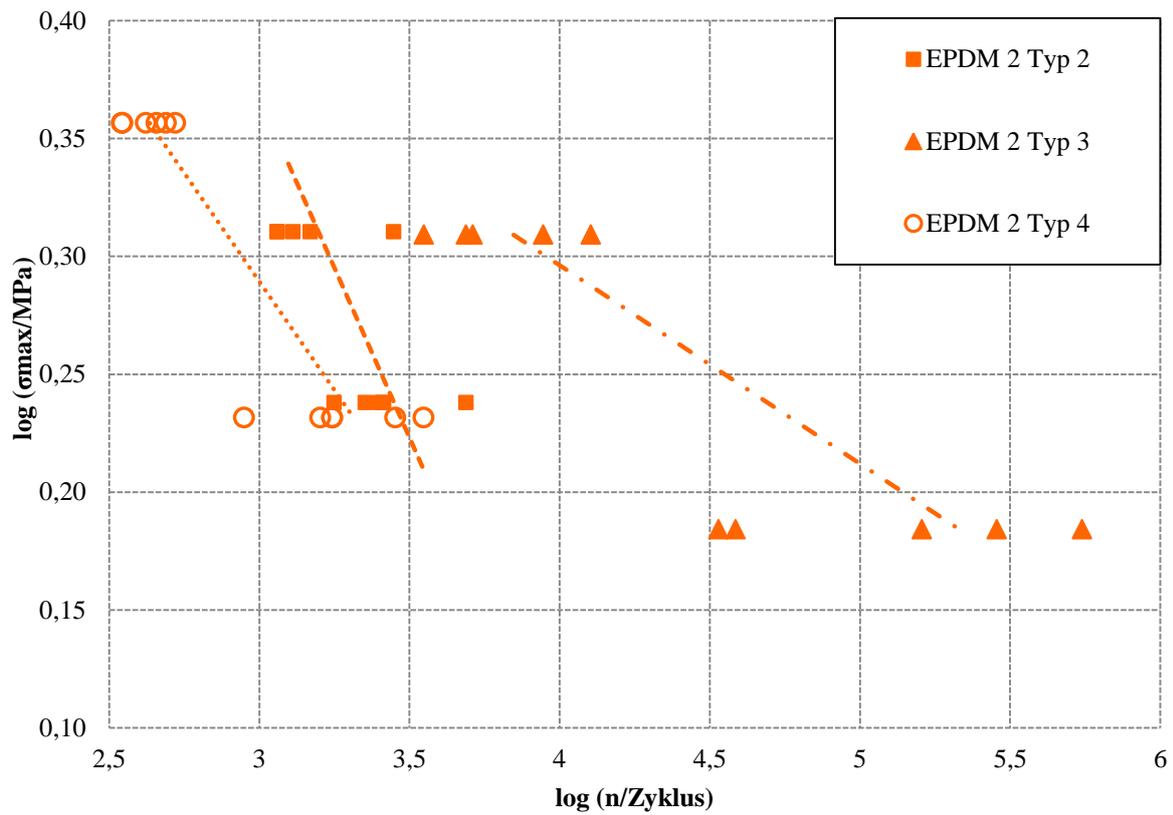


Abbildung 107: Ertragbare Lastzyklenzahl der einzelnen Hantelprüfkörper (Typ 2 - Typ 4) des EPDM 2

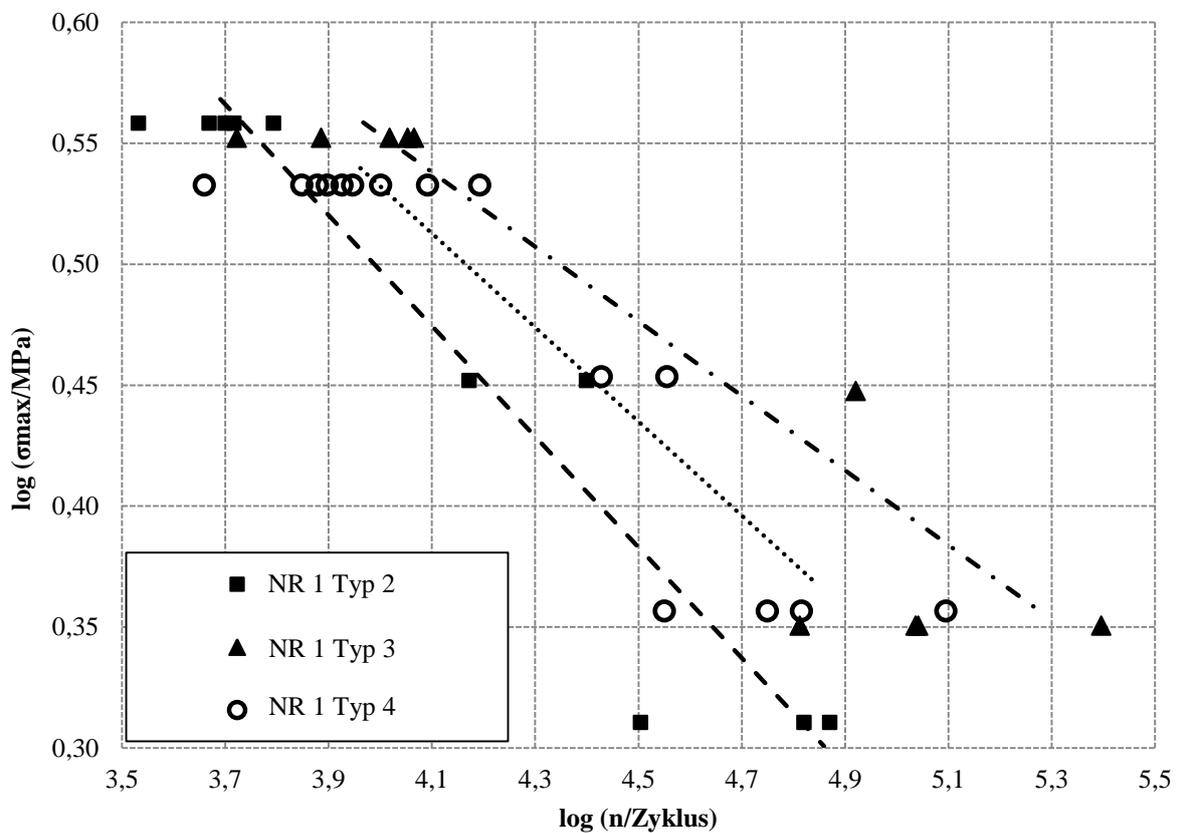


Abbildung 108: Ertragbare Lastzyklenzahl der einzelnen Hantelprüfkörper (Typ 2 - Typ 4) des NR 1

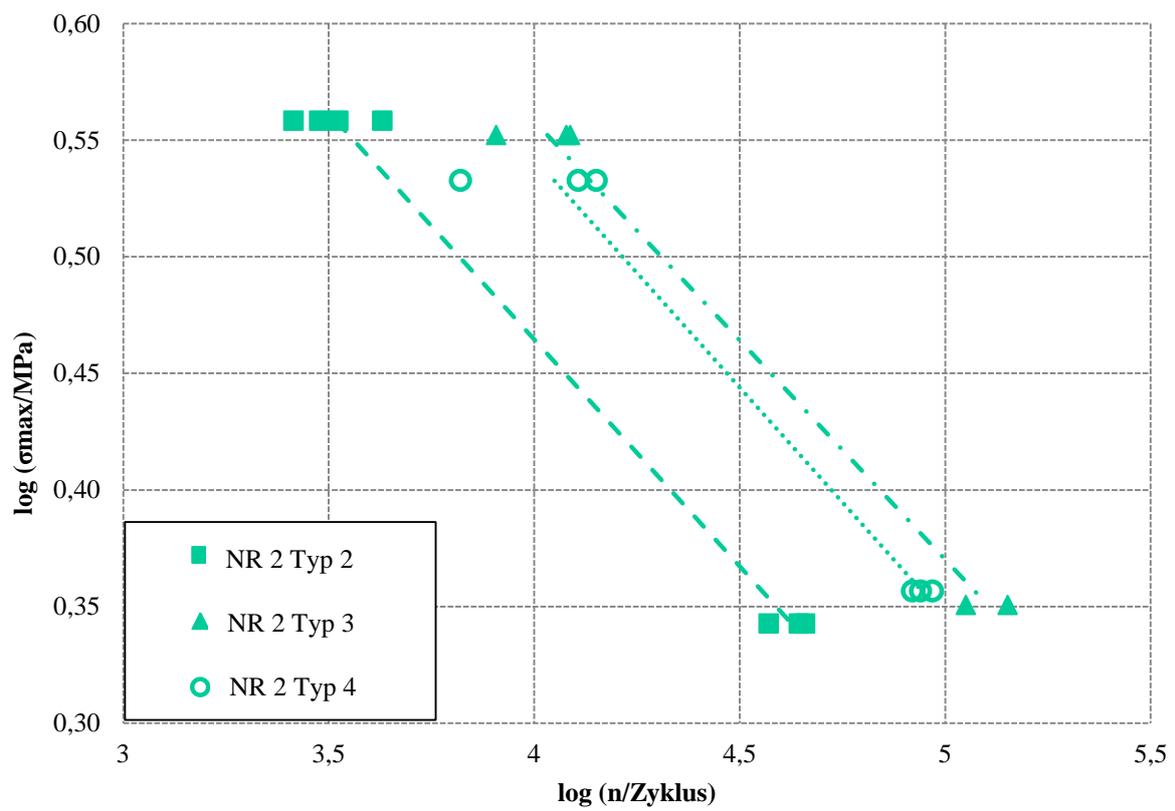


Abbildung 109: Ertragbare Lastzyklenzahl der einzelnen Hantelprüfkörper (Typ 2 - Typ 4) des NR 2

## 8.2 Ergebnisse der Computertomographie

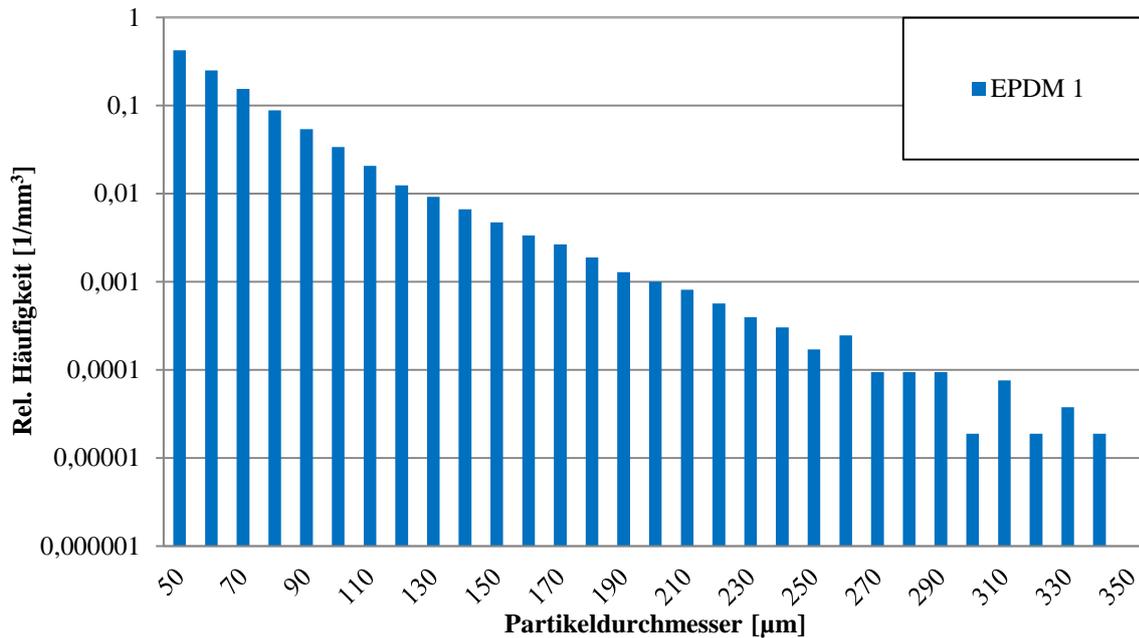


Abbildung 110: Ermittelte Partikelgrößenverteilung des EPDM 1 Werkstoffs normiert auf das ausgewertete Messvolumen

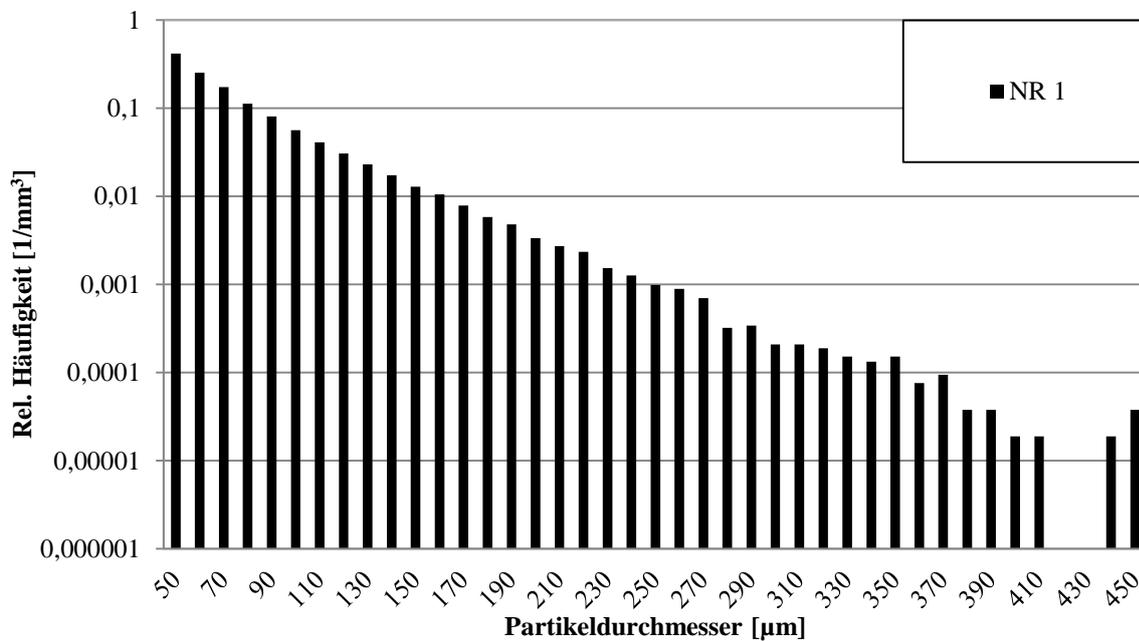


Abbildung 111: Ermittelte Partikelgrößenverteilung des NR 1 Werkstoffs normiert auf das ausgewertete Messvolumen

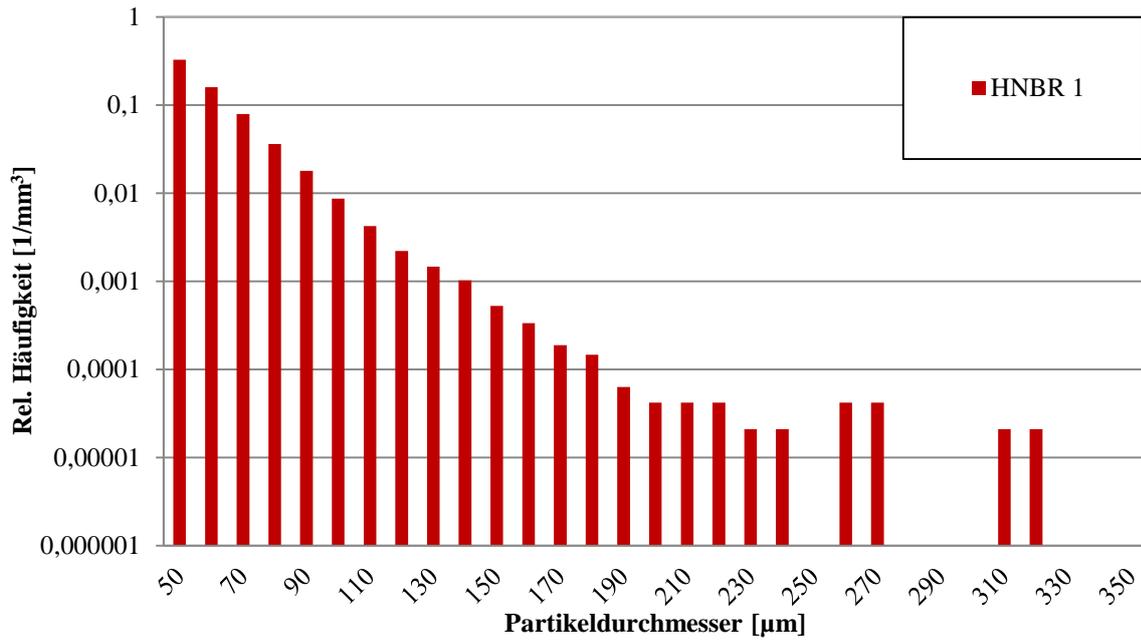


Abbildung 112: Ermittelte Partikelgrößenverteilung des HNBR 1 Werkstoffs normiert auf das ausgewertete Messvolumen

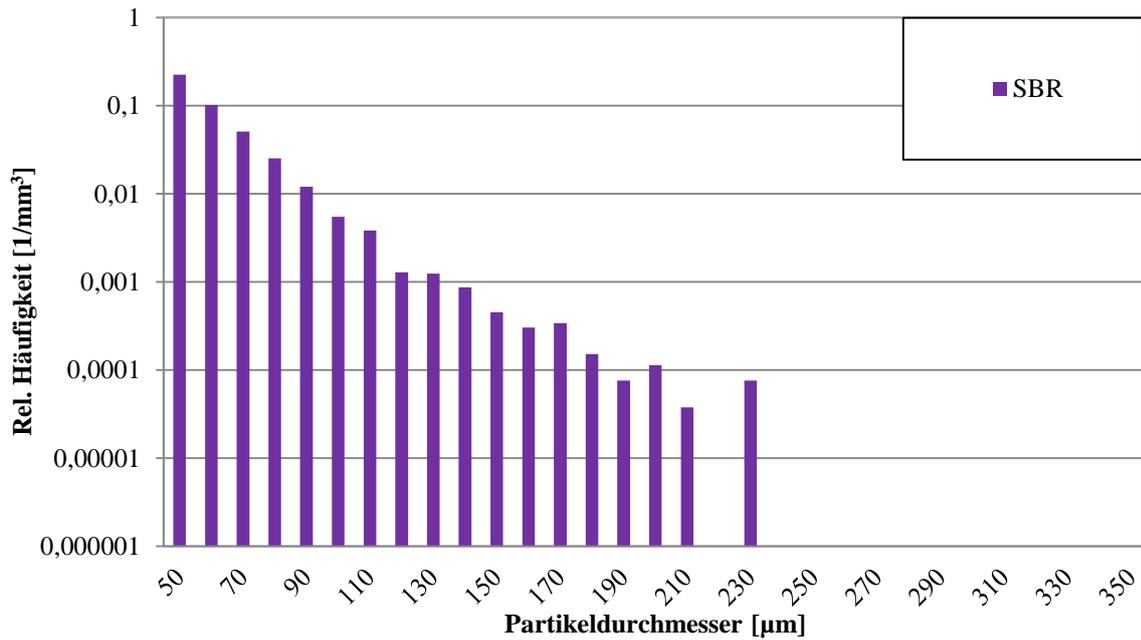


Abbildung 113: Ermittelte Partikelgrößenverteilung des SBR Werkstoffs normiert auf das ausgewertete Messvolumen

### 8.3 Berechnungsergebnisse der Lebensdauervorhersage

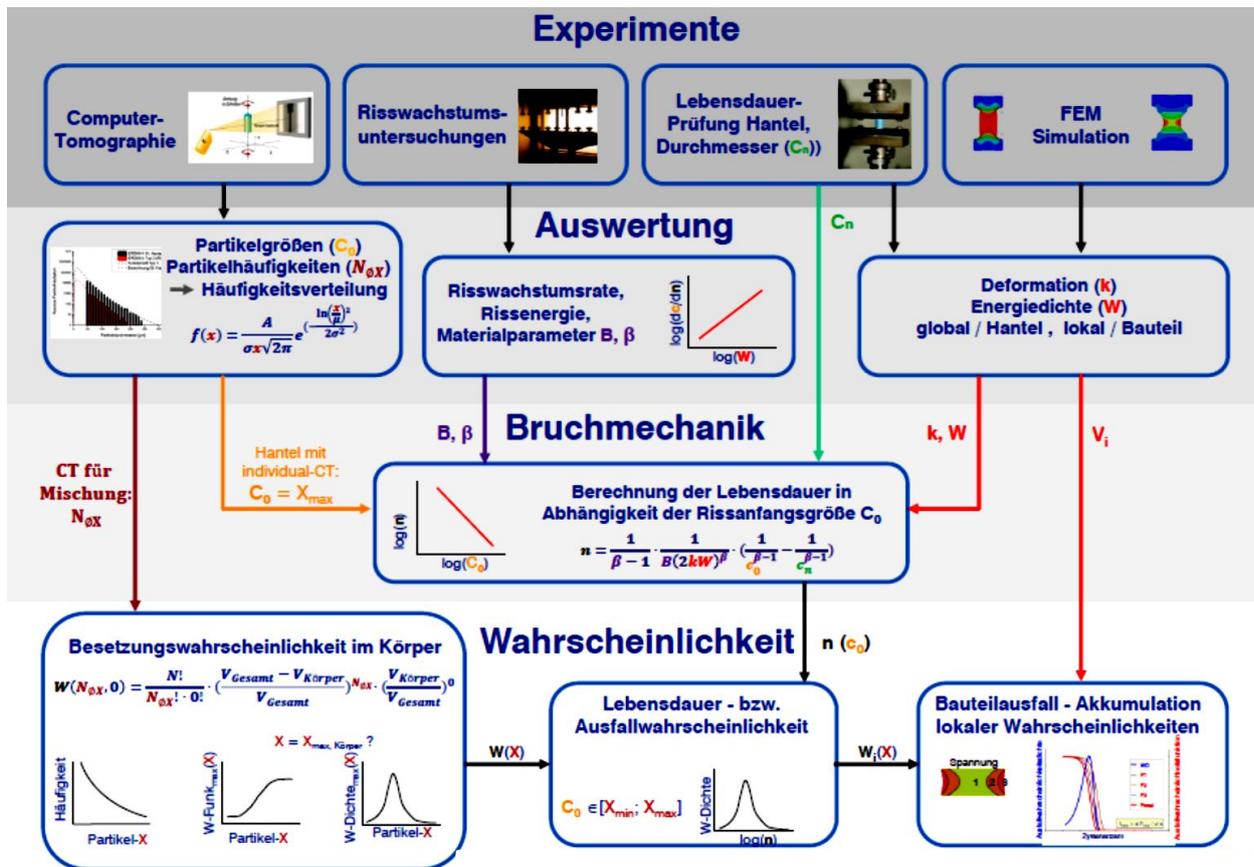


Abbildung 114: Flussdiagramm zum Vorhersagemodel

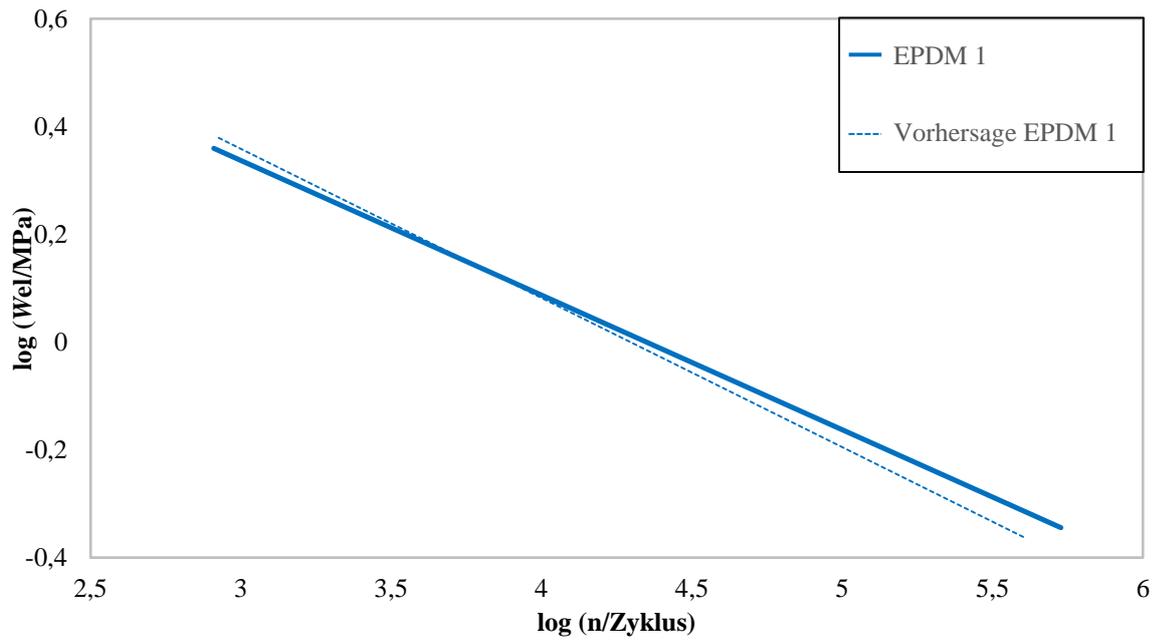


Abbildung 115: Gegenüberstellung der experimentellen Lebensdauerkennlinie ( $\beta_{WL}: 4,0032$ ) mit der vorhergesagten Lebensdauerkennlinie ( $\beta: 3,1561$ ,  $c_0: 250 \mu\text{m}$ ) für das Material EPDM 1 (Prüfkörper Typ 1), Lastzyklenzahl in Abhängigkeit der elastischen Energiedichte

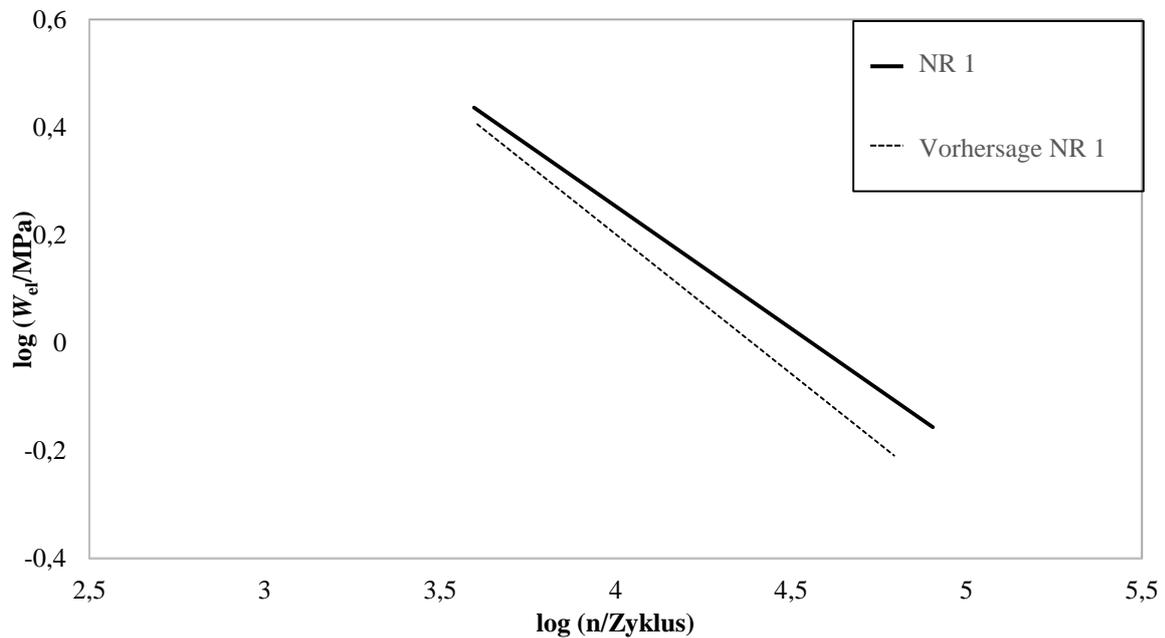


Abbildung 116: Gegenüberstellung der experimentellen Lebensdauerkennlinie ( $\beta_{WL}: 2,2041$ ) mit der vorhergesagten Lebensdauerkennlinie ( $\beta: 2,1103$ ,  $c_0: 310 \mu\text{m}$ ) für das Material NR 1 (Prüfkörper Typ 1), Lastzyklenzahl in Abhängigkeit der elastischen Energiedichte

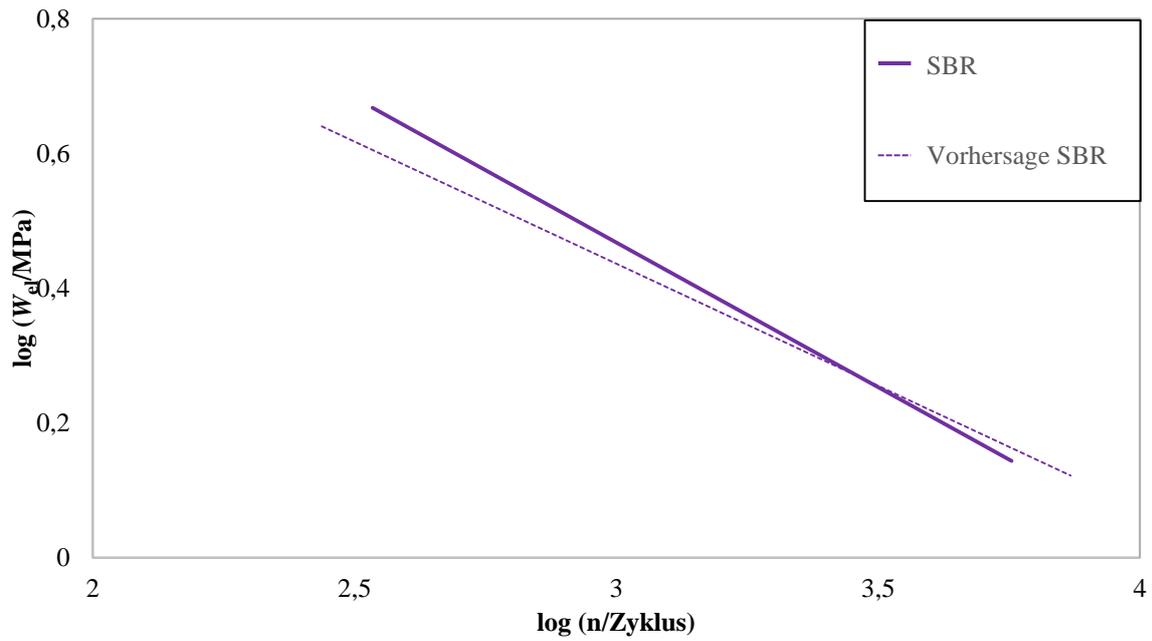


Abbildung 117: Gegenüberstellung der experimentellen Lebensdauerkennlinie ( $\beta_{WL}: 2,3283$ ) mit der vorhergesagten Lebensdauerkennlinie ( $\beta: 3,3639$ ,  $c_0: 190 \mu\text{m}$ ) für das Material SBR (Prüfkörper Typ 1), Lastzyklenzahl in Abhängigkeit der elastischen Energiedichte

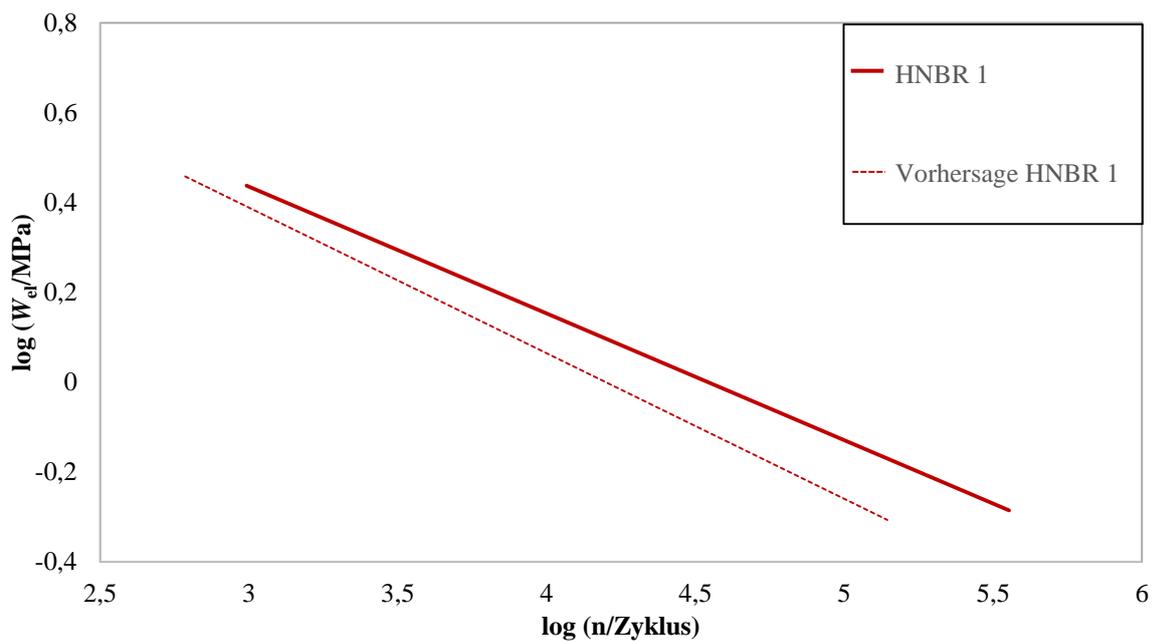


Abbildung 118: Gegenüberstellung der experimentellen Lebensdauerkennlinie ( $\beta_{WL}: 3,5548$ ) mit der vorhergesagten Lebensdauerkennlinie ( $\beta: 3,0629$ ,  $c_0: 200 \mu\text{m}$ ) für das Material HNBR 1 (Prüfkörper Typ 1), Lastzyklenzahl in Abhängigkeit der elastischen Energiedichte

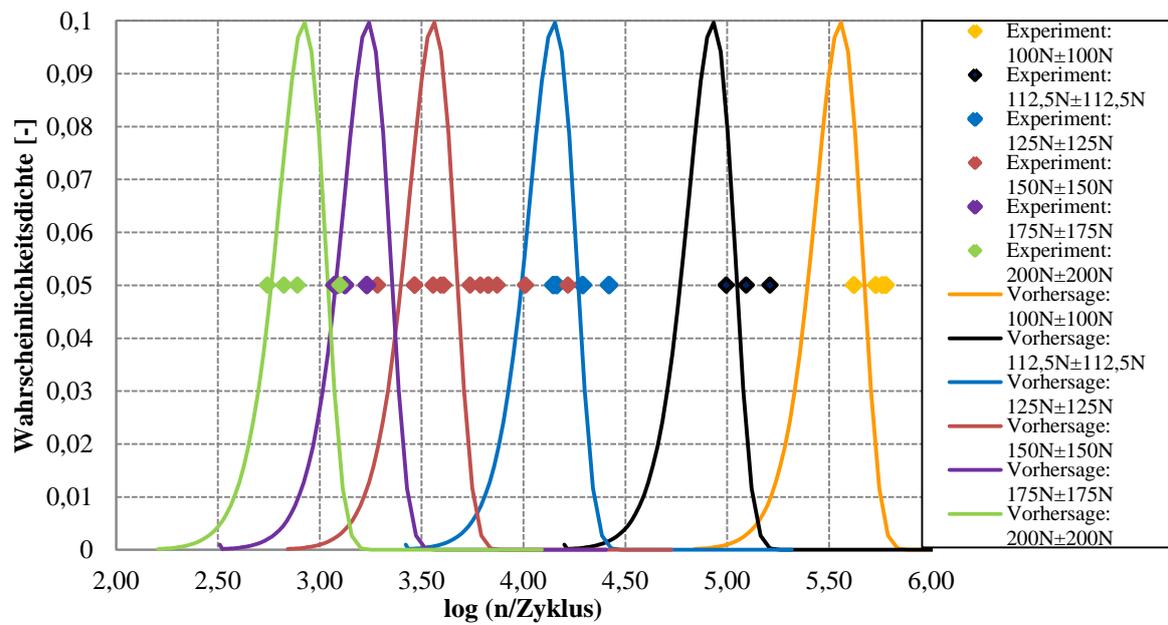
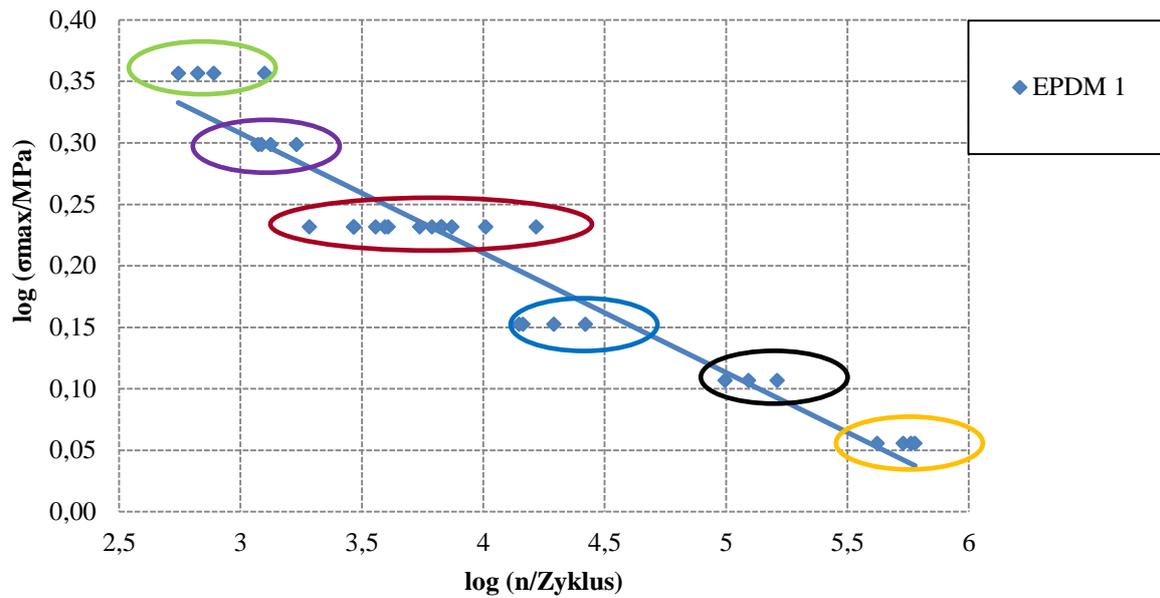


Abbildung 119: Gegenüberstellung der Experimentaldaten mit den berechneten Ausfallwahrscheinlichkeiten für das Material EPDM 1 (Prüfkörper Typ 1) (Experimentalwerte in der unteren Abbildung zu Darstellungszwecken auf einen einheitlichen Wert gesetzt)

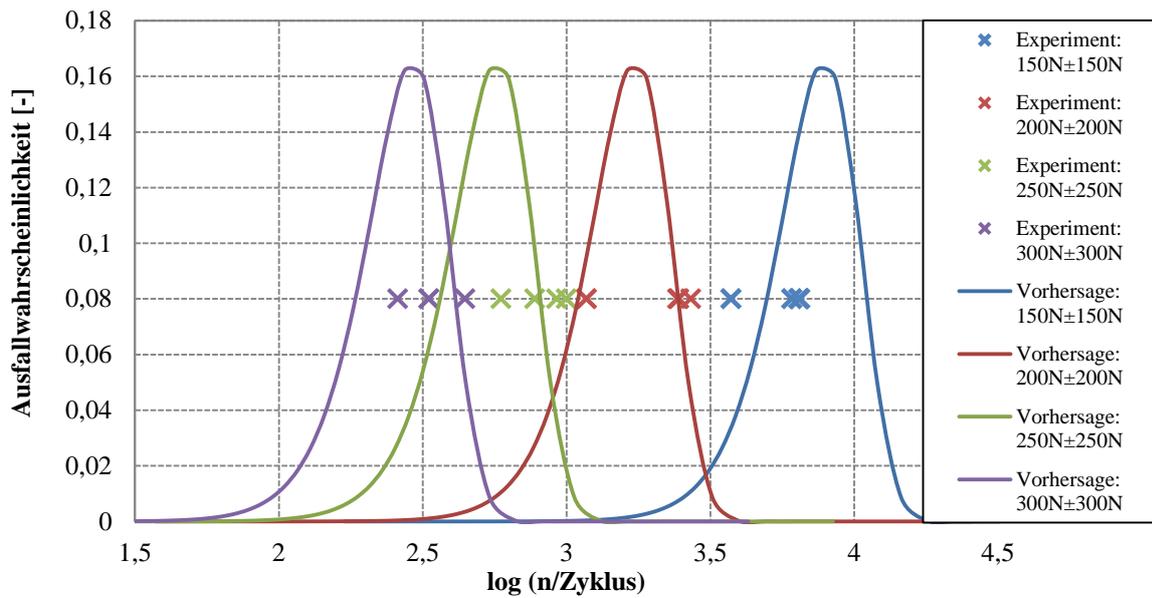
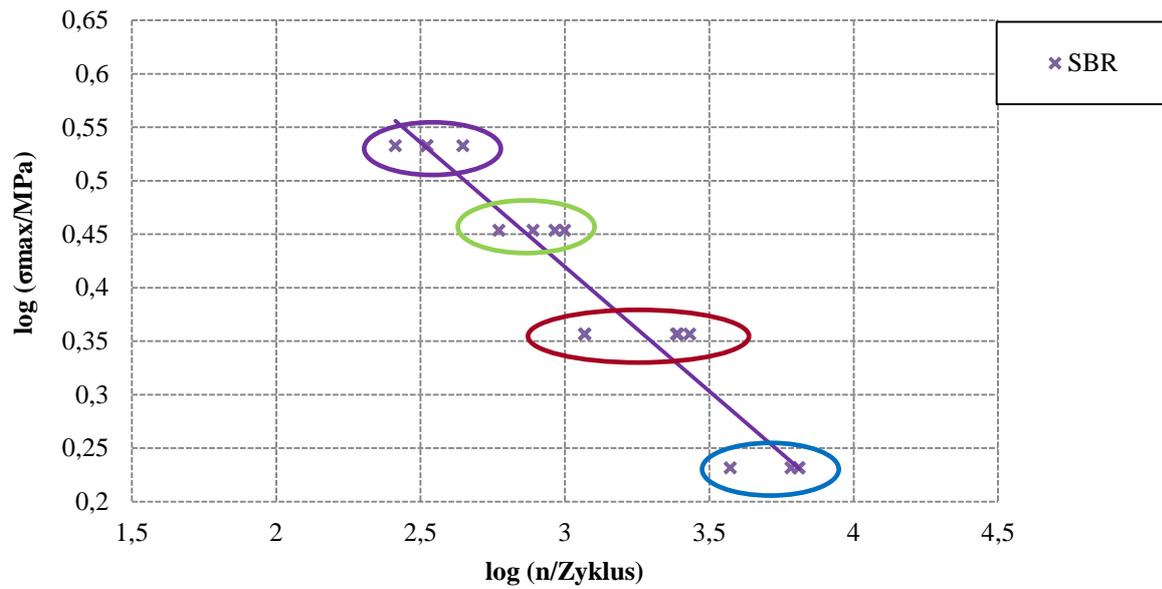


Abbildung 120: Gegenüberstellung der Experimentaldaten mit den berechneten Ausfallwahrscheinlichkeiten für das Material SBR (Prüfkörper Typ 1) (Experimentalwerte in der unteren Abbildung zu Darstellungszwecken auf einen einheitlichen Wert gesetzt)

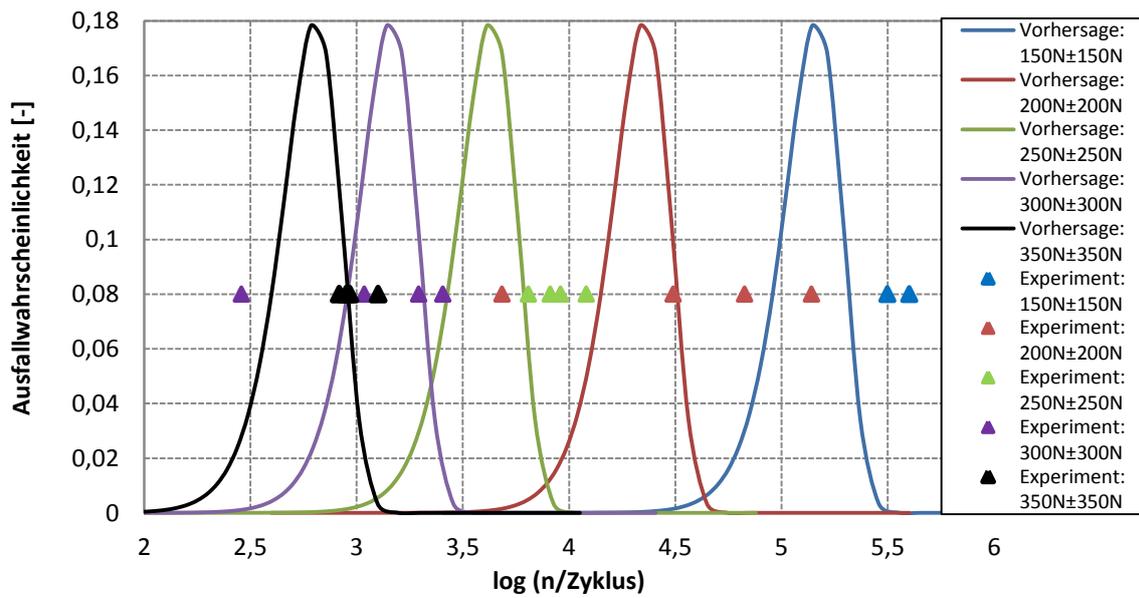
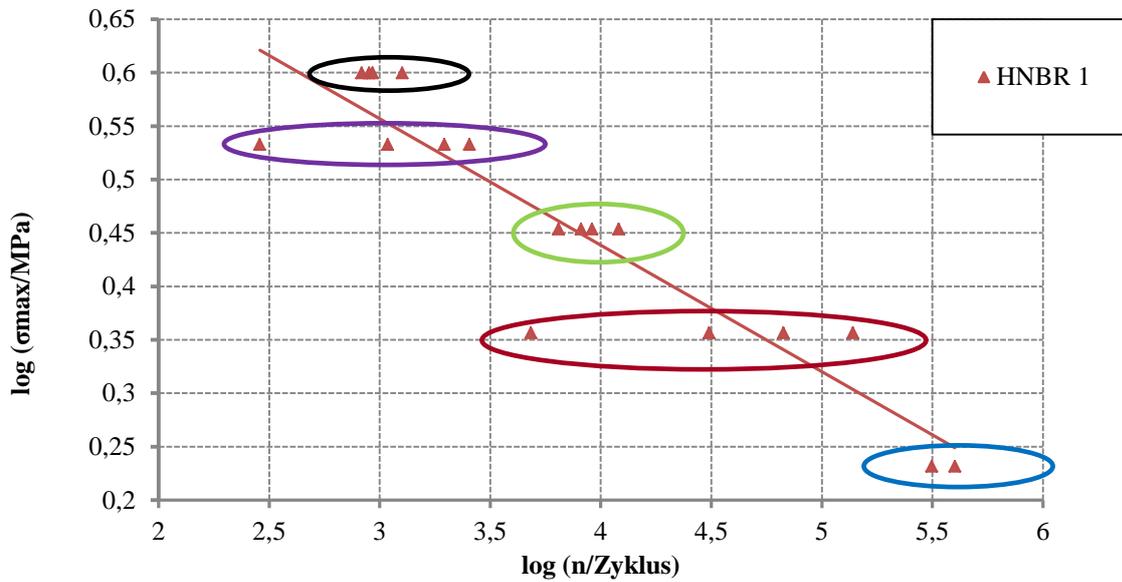


Abbildung 121: Gegenüberstellung der Experimentaldaten mit den berechneten Ausfallwahrscheinlichkeiten für das Material HNBR 1 (Prüfkörper Typ 1) (Experimentalwerte in der unteren Abbildung zu Darstellungszwecken auf einen einheitlichen Wert gesetzt)

## 8.4 Veröffentlichungen und Vorträge

### Veröffentlichungen

M. Ludwig, T. Alshuth, M. El Yaagoubi, D. Juhre, „Lifetime prediction of elastomers based on statistical occurrence of material defects” *Constitutive Models for Rubber IX*, pp. 445-448, 2015

S. Rausch, M.A. Ruderer, W. Enke, A. Narvaez, M. Ludwig, T. Alshuth, „Lifetime prediction of elastomer components within gasoline engines” *Constitutive Models for Rubber IX*, pp. 363-366, 2015

### Vorträge

M. Ludwig, T. Alshuth, S. Robin, T. Dilman, U. Giese, „Development of a predictive viscoelastic rolling resistance test“, *Kautschuk Herbst Kolloquium*, Hannover, 2014

M. Ludwig, T. Alshuth, „Lifetime prediction of elastomers based on statistical occurrence of material defects”, *European Conference on Constitutive Models for Rubbers*, Prag, 2015

M. Ludwig, T. Alshuth, F. Ignatz-Hoover, C.G. Robertson, S.K. Basu, „Silica Structure in Rubber: Characterization Using X-Ray Computed Tomography”, *Microscopy and Impact on Failure Properties*”, *International Rubber Conference*, Nürnberg, 2015

M. Ludwig, T. Alshuth, J. Meier „Quantitative analysis of the influence of filler particle size distribution on the lifetime of elastomers“, *4<sup>th</sup> Rubber Symposium of the Countries on the Danube*, Szeged, 2016

M. Ludwig, T. Alshuth, J. Meier „Lifetime prediction of elastomers based on quantitative analysis of filler particle size distribution“, *Kautschuk Herbst Kolloquium*, Hannover, 2016

## 8.5 Lebenslauf

### Persönliche Daten

---

Name	Marvin Ludwig
Adresse	Sonnenweg 20, 30171 Hannover
E-Mail	marvin.ludwig0186@gmail.com
Geburtsdaten	23.01.1986 in Geseke
Familienstand	verheiratet
Nationalität	deutsch

### Studium und Werdegang

---

12/2016 – heute	<b>Simulationsingenieur Produktentwicklung</b> Toyota Gosei Meteor GmbH
05/2013 - 11/2016	<b>Wissenschaftlicher Mitarbeiter</b> Deutsches Institut für Kautschuktechnologie e.V., Hannover
09/2010 - 04/2013	<b>Studium im Fachbereich Maschinenbau</b> Gottfried Wilhelm Leibniz Universität, Hannover Abschluss: Master of Science
09/2006 - 08/2010	<b>Studium im Fachbereich Präzisionsmaschinenbau</b> Hochschule für angewandte Wissenschaft und Kunst, Göttingen Abschluss: Bachelor of Engineering
08/1998 – 06/2005	<b>Wirtschaftsgymnasium Northeim</b>