

# **Ermittlung der dreidimensionalen, mechanischen Eigenschaften von Formkörpern aus Fasermaterialien und deren FE-Modellierung**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Dr.-Ing.**

von der Fakultät Maschinenbau  
der Technischen Universität Dortmund  
genehmigte Dissertation

von

**Dipl.-Math. Dennis Stracke**

aus

Witten

Tag der mündlichen Prüfung: 10.02.2017

1. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Bernd Künne
2. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Christian Stumpf

**Dortmund, 2017**



# Vorwort

Diese Arbeit entstand in meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fachgebiet Maschinenelemente der Technischen Universität Dortmund unter der Leitung von Herr Prof. Dr.-Ing. Bernd Künne, dem ich für die Möglichkeit zur Promotion besonders danken möchte. Herr Prof. Dr.-Ing. Bernd Künne hat mich fortdauernd motiviert und sowohl menschlich als auch fachlich unterstützt. Ebenfalls danken möchte ich Frau Dr.-Ing. Ulrike Willms, die mir seit dem Beginn meiner Zeit am Fachgebiet in allen Situation die vollste Rückendeckung und Unterstützung hat zukommen lassen. Ihr unermüdliches Bestreben, stets das Beste im Sinne aller Kolleginnen und Kollegen zu erreichen, werde ich auch nach meiner Zeit an dieser Wirkungsstätte mit Wohlwollen in Erinnerung behalten.

Großes Dank gilt auch meinen Kolleginnen und Kollegen am Fachgebiet Maschinenelemente für die hervorragende Zusammenarbeit und das angenehme Arbeitsklima. Stellvertretend möchte ich hier meine beiden Kollegen Herr Björn Palm und Herr Sebastian Kajewski nennen. Besonderen Dank für die fachliche Unterstützung richte ich an Björn Palm, mit dem ich eine Vielzahl an kniffligen Problemstellungen gemeinsam lösen konnte. Nicht vergessen in diesem Zusammenhang möchte ich auch Timm, Lars und Philipp, die mir über die letzten Jahre ans Herz gewachsen sind.

Das größte Dankeschön möchte ich an meine Familie richten. Meine wundervolle Ehefrau Sarah hat mich in den letzten Jahren in jeder Sekunde unterstützt und mir auch in den schwersten Zeiten den Rücken freigehalten. Ohne sie als liebevolle und mutige Organisatorin unserer Familie wäre es mir nicht möglich gewesen, meine Promotion erfolgreich abzuschließen. Gerade in der Endphase hat sie immer wieder aufs Neue viel Verständnis für die oft den ganzen Tag andauernde Arbeit aufgebracht. Liam und Anni, meine beiden Kinder, haben in den letzten Jahren jeden Tag ein Lächeln auf mein Gesicht gezaubert, auch in schwierigen Zeiten. Mit gleicher Intensität möchte ich einen großen Dank an meine Eltern Karola und Rainer sowie meinen Bruder Patrick richten, die mir in den letzten Jahren zu jeder Zeit mit viel Liebe und Verständnis begegnet sind. Abschließend danke ich auch Wolfgang für die unermüdliche Hilfe beim Korrekturlesen in der Endphase der Abgabe.

Witten, im Februar 2017

Dennis Stracke



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen des Faserformverfahrens</b>	<b>3</b>
2.1	Herstellungsprozess . . . . .	3
2.1.1	Rohstoffe und Stoffaufbereitung . . . . .	3
2.1.2	Anformen . . . . .	5
2.1.3	Pressen . . . . .	7
2.1.4	Trocknen . . . . .	7
2.2	Faseraufbau und Bindungsprinzipien . . . . .	8
2.2.1	Aufbau der Faser . . . . .	9
2.2.2	Faser-Faser-Bindungen . . . . .	12
2.2.3	Die Gleichung von Page . . . . .	12
<b>3</b>	<b>Stand der Technik</b>	<b>15</b>
3.1	Papier . . . . .	16
3.2	Faserform . . . . .	22
3.3	Prüfverfahren und Normen . . . . .	24
<b>4</b>	<b>Spezifische Problemstellung, Zielsetzung und Vorgehen</b>	<b>31</b>
4.1	Spezifische Problemstellung . . . . .	31
4.2	Zielsetzung und Vorgehen . . . . .	32
<b>5</b>	<b>Statistische Grundlagen</b>	<b>35</b>
<b>6</b>	<b>Versuchsauswahl und Voruntersuchungen</b>	<b>41</b>
6.1	Auswahl der Versuche . . . . .	42
6.1.1	Zugversuche in der Anformebene . . . . .	43
6.1.2	Druckversuche in der Anformebene . . . . .	45
6.1.3	Scherversuche in der Anformebene . . . . .	46
6.1.4	Versuchsaufbau für Versuche in z-Richtung . . . . .	48
6.1.5	Steuerungssoftware in LabVIEW . . . . .	59
6.1.6	Messtechnik zur Ermittlung mechanischer Kennwerte . . . . .	62
6.1.7	Computergestützte Auswertung . . . . .	64
6.2	Erstellung der Probenkörper und Materialeigenschaften . . . . .	72
6.2.1	Faserausrichtung und Porosität . . . . .	79

6.2.2	Bestimmung der mittleren Dicke mit Hilfe des Flächengewichts . . . . .	94
6.2.3	Hygroskopische Eigenschaften . . . . .	103
<b>7</b>	<b>Versuchsergebnisse und Diskussion</b>	<b>109</b>
7.1	Versuche in der Anformebene . . . . .	110
7.1.1	Uniaxiale Zugversuche in der Anformebene . . . . .	111
7.1.2	Uniaxiale Druckversuche in der Anformebene . . . . .	119
7.1.3	Scherversuche in der Anformebene . . . . .	122
7.2	Versuche in z-Richtung . . . . .	125
7.2.1	Uniaxiale Druckversuche in z-Richtung . . . . .	126
7.2.2	Eindringtiefe des Klebstoffs . . . . .	129
7.2.3	Uniaxiale Zugversuche in z-Richtung . . . . .	130
7.2.4	Interlaminare Scherversuche . . . . .	136
7.3	Versuche zur Validierung . . . . .	139
7.3.1	Zugprobe mit Loch . . . . .	139
7.3.2	Gekoppelte Zug- und Scherversuche . . . . .	142
7.4	Viskoelastisches Materialverhalten . . . . .	143
<b>8</b>	<b>Modellauswahl und Simulation</b>	<b>149</b>
8.1	Übersicht der ausgewählten Modelle . . . . .	150
8.2	Dehnratenunabhängiges Materialverhalten in der Ebene . . . . .	153
8.2.1	Elastisch-plastische Simulation . . . . .	153
8.2.2	Materialversagen . . . . .	162
8.3	Dehnratenabhängiges Kriechverhalten in der Ebene . . . . .	166
8.4	Schädigungsverhalten unter Zug- und Scherbelastung in z-Richtung . . . . .	171
8.5	Hyperelastische Modellierung unter Druckbelastung in z-Richtung . . . . .	176
<b>9</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>179</b>
<b>10</b>	<b>Ausblick</b>	<b>183</b>
	<b>Anhang</b>	<b>187</b>
	<b>Formel- und Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>187</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>195</b>
	<b>Normverzeichnis</b>	<b>207</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Das Faserform-Verfahren dient der Herstellung von umweltfreundlichen, drei-dimensionalen Formkörpern mit dämpfenden Eigenschaften. Bei diesem Verfahren werden Zell- bzw. Holzstoff-Fasern mit Wasser zu einer breiigen Masse verrührt und anschließend unter Über- bzw. Unterdruck mit Hilfe eines Anformwerkzeuges urgeformt. Im Anschluss an diesen Prozessschritt kann optional ein Verpressen erfolgen, bevor im letzten Prozessschritt das so hergestellte Bauteil getrocknet wird.

Den bekanntesten Anwendungsfall von Faserform-Bauteilen als Transportverpackung stellt der Eierkarton dar. Auf Grund der Zusammensetzung aus reinen Naturfasern und der Recyclingfähigkeit eignen sich Faserformprodukte ideal als Verpackungsmaterial in der Lebensmittelindustrie, darüber hinaus kommen sie z.B. auch als Verpackungen für elektronische Geräte zum Einsatz. Die dämpfenden Eigenschaften werden dazu benutzt, die beim Transport entstehenden Bewegungen bis hin zum Crash abzufangen und so die empfindliche Elektronik und Mechanik der Bauteile zu schützen.

Die Modellierung der mechanischen Materialeigenschaften von Faserform ist für die Herstellung von neuen Verpackungen von essentieller Bedeutung, denn ohne die Möglichkeit, die konstruierten Verpackungen vor der Erstellung auf ihre Festigkeitseigenschaften zu prüfen, muss die Festigkeit jeder neuen Verpackung per Trial-and-Error-Verfahren ermittelt werden. Bei jedem Schritt dieses iterativen Prozesses fallen hohe Fertigungskosten für neu zu konstruierende Anformwerkzeuge an. Mit Hilfe eines Materialmodells und seiner Implementierung in eine FEM-Simulation kann dieser Schritt entfallen, da so lediglich die finale Geometrie des Anformwerkzeuges hergestellt werden muss.

Ziel dieser Arbeit ist die Charakterisierung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens von Faserformprodukten und die anschließende Auswahl vorhandener, adäquater Materialmodelle zur Implementierung in eine FEM-Software. Dabei werden an geeigneten Stellen Einschränkungen

vorgenommen, da die Komplexität des mechanischen Verhaltens von Materialien aus Faserform eine vollständige Abbildung in eine FEM-Simulation im Rahmen dieser Dissertation nicht zulässt.

## Kapitel 2

### Grundlagen des Faserformverfahrens

Das Verfahren zur Herstellung von dreidimensionalen Formkörpern aus Fasermaterialien besteht im Wesentlichen aus den drei folgenden Prozessschritten

1. Anformen,
2. Pressen,
3. Trocknen.

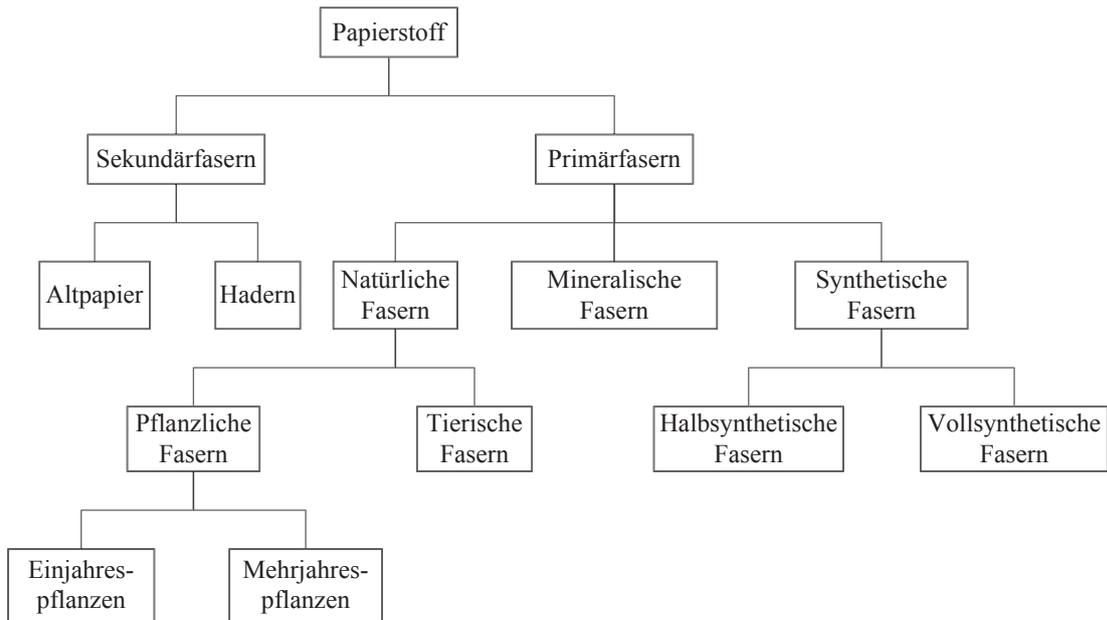
Als Ausgangsmaterialien für den Anformvorgang dienen Fasern aus Holz- oder Zellstoff, die zu einer wässrigen Dispersion vermengt werden. Durch eine Druckdifferenz zwischen den beiden Seiten des Anformwerkzeuges findet eine Filtration statt, wodurch sich im Laufe des Prozessschritts das angeformte Faservlies bildet. Das urgeformte Produkt wird optional im Anschluss gepresst und im letzten Prozessschritt getrocknet, wodurch es seine endgültige Form und Festigkeit erhält.

Im Gegensatz zur verwandten Papierherstellung erfolgt der Anformvorgang diskontinuierlich. Bei der Papierherstellung werden in einem kontinuierlichen Prozess, ebenfalls durch Filtration einer Faserdispersion, lange Papierbahnen erzeugt. Dem geführten, kontinuierlichen Prozess geschuldet findet hier jedoch eine Ausrichtung der Fasern vor der Filtration statt, damit die erzeugten Papierbahnen in Laufrichtung eine erhöhte Festigkeit aufweisen. Resultierend daraus besitzt Papier in der Regel ein orthotropes Materialverhalten in der Ebene.

#### 2.1 Herstellungsprozess

##### 2.1.1 Rohstoffe und Stoffaufbereitung

Zur Herstellung von Faserform werden hauptsächlich Papierstoffe benutzt (siehe Abbildung 2.1). Wegen der Parallelen im Herstellungsverfahren von Faserformprodukten und Papier kommen auch bei der Herstellung von Formprodukten aus Faserwerkstoff hauptsächlich pflanzliche Fasern zum Einsatz [Baa06]. Dabei handelt es sich in der Papierindustrie zum



**Abbildung 2.1:** Papierstoff und seine Anwendungen in der Papierindustrie [Kai00].

größten Teil um Holzfasern. Die von Mehrjahrespflanzen stammenden Holzfasern werden entweder mechanisch oder chemisch aufgeschlossen.

Im ersten Fall wird das resultierende Produkt Holzstoff genannt. Das Aufschlussverfahren erfolgt dabei iterativ, da in den anfänglichen Aufschlusschritten nicht vollständig aufgeschlossene Splitter zurückbleiben können, die mit Hilfe von Sortiermaschinen aussortiert werden. Im Anschluss daran erfolgen weitere Aufschlusschritte. Auf Grund der mechanischen Trennung sind im Endprodukt kaum noch ganze Fasern enthalten [Kai00]. Mit Holzstoff hergestellte Papiere zeichnen sich durch ihre gute Opazität aus, da auf Grund der mechanischen Trennung kaum noch ganze Fasern im Ausgangsrohstoff enthalten sind und die vielen, kleinen Faserbestandteile einen guten Porenfüllstoff bilden. Zudem enthält Holzstoff einen hohen Restanteil an Lignin (siehe dazu Kapitel 2.2), der bei Bedarf ausgebleicht werden kann.

Chemisch aufgeschlossene Holzfasern werden als Zellstoff bezeichnet. Dabei wird in einem im Vergleich zum mechanischen Aufschluss aufwändigen Kochprozess das für den Zellverbund verantwortliche Lignin herausgelöst. Dazu wird überwiegend das sogenannte alkalische Sulfatverfahren verwendet [Kai00]. In Deutschland wird Zellstoff hingegen wegen der geringeren Umweltbelastung nach dem sauren Sulfitverfahren hergestellt. Zellstoff nach dem Sulfatverfahren weist eine höhere Festigkeit auf, nach dem Sulfitverfahren produzierter Zellstoff ist hingegen besser bleichbar. Im Vergleich zum mechanischen Aufschlussverfahren besitzt Zellstoff einen viel höheren Anteil an vollständig erhaltenden Fasern, jedoch ist die Ausbeute mit 40 % bis 50 % der Holzsubstanz geringer als bei Holzstoff [Göt90].

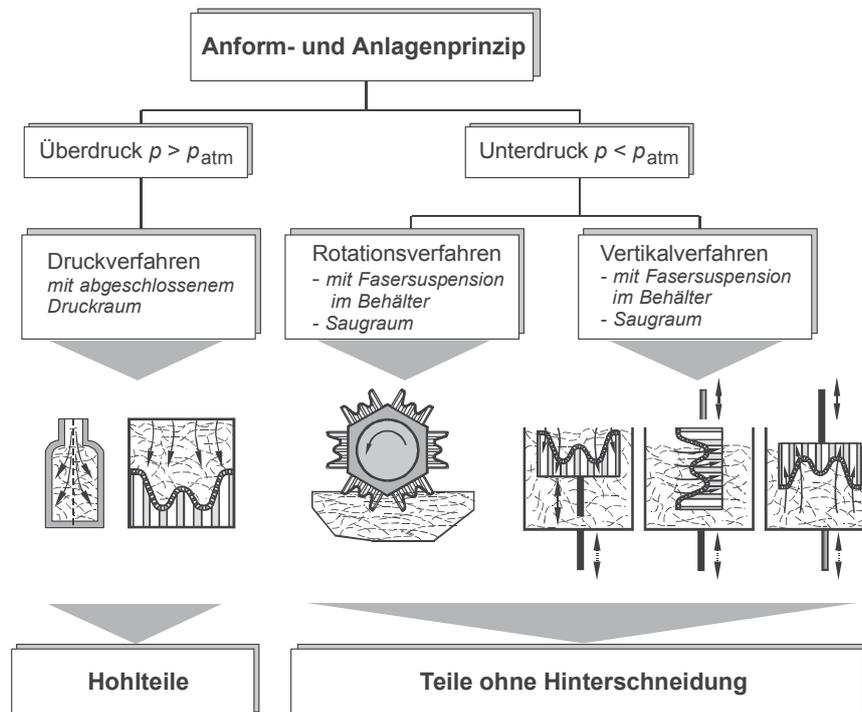
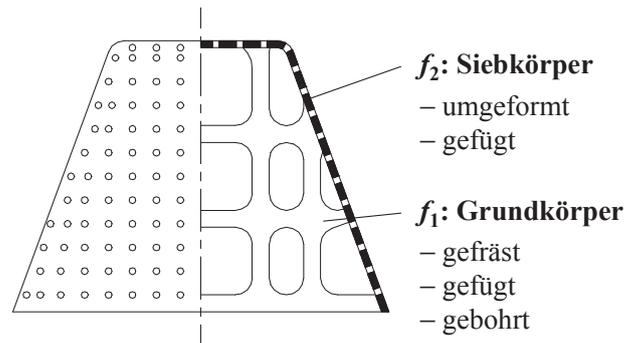


Abbildung 2.2: Anformprinzipien für das Faserform-Verfahren [Wil02].

### 2.1.2 Anformen

Vor dem eigentlichen Anformvorgang wird eine Suspension aus Faserstoff und Wasser zubereitet (Pulpe). [Göt90] empfiehlt Stoffdichten von 0,1 % bis 5 %, was nach [DIN96] einer Trockenmasse an Fasern von 0,1 % bis 5 % im Verhältnis zur Gesamtmasse der Pulpe entspricht. Die am Fachgebiet Maschinenelemente betriebene Faserformanlage kann Stoffdichten von ca. 0,1 % bis 0,8 % realisieren, wobei die Obergrenze durch die Selbsthemmungs-Charakteristik des Filtriervorgangs gegeben ist.

Abbildung 2.2 liefert einen Überblick über die drei gängigen Anformprinzipien für Faserformbauteile. Bei allen drei Verfahren wird durch eine Druckdifferenz zwischen den beiden Seiten des Anformwerkzeuges die Filtration der Suspension am Siebkörper durchgeführt. Die dabei entstehenden Kräfte werden durch den auf der Unterdruckseite sitzenden Grundkörper aufgefangen (siehe Abbildung 2.3). Der Siebkörper besteht aus einem oder mehreren übereinander liegenden Sieben. Lochabstand und Lochdurchmesser werden so gewählt, dass sich die in der Dispersion enthaltenden Fasern auf der Sieboberfläche ablagern können. Gleichzeitig muss gewährleistet werden, dass die gewünschte Dicke des angeformten Faserformprodukts erreicht wird, bevor der Filterprozess wegen der bereits auf dem Sieb angesammelten Faserablagerungen stoppt. Nach Einleitung der Anformdruckluft steigt der Druck im Anformkasten zunächst rapide an. Der Anstieg flacht dann jedoch ab, nachdem die Entwässerung des angelagerten Faservlieses beginnt. Sobald keine flächige Wassersäule mehr auf dem Anformvlies steht, fällt



**Abbildung 2.3:** Schematischer Aufbau des Anformwerkzeuges [Wil02].

der Druck stark ab, bis er wegen der Drosselwirkung der angeformten Fasern gegen einen konstanten Druckwert konvergiert. Dieser Effekt sorgt für eine gleichmäßige Anformdicke über die gesamte Probengeometrie, da die Fasersuspension unter Druck in Richtung der weniger zugesezten Areale strömt. Am Ende des Anformprozesses bleibt auf der Sieboberfläche der angeformte Faserkuchen zurück. Sowohl Druck- als auch Massenstromverlauf in Abhängigkeit von der Zeit werden im Kapitel 6.2.1 weiter untersucht.

Wie in Abbildung 2.2 zu sehen, werden in der Industrie hauptsächlich das Rotationsverfahren, das Vertikalverfahren und teilweise das Druckverfahren eingesetzt. Sowohl beim Rotations- als auch beim Vertikalverfahren wird die Fasersuspension aus einem Pulpebehälter durch Unterdruck im Inneren des Anformwerkzeuges extrahiert. Dabei wird das Anformwerkzeug in den Behälter getaucht und so lange Pulpe in das Werkzeuginnere gesaugt, bis die gewünschte Anformdicke erreicht ist. Bedingt durch den Einsatz von Unterdruck ist eine maximale Druckdifferenz  $\Delta p = 1$  bar erreichbar, was in einer im Vergleich zum Druckverfahren längeren Anformzeit resultiert.

Beim Druckverfahren herrscht in der dem Sieb abgewandten Seite im Inneren des Anformbehälters Atmosphärendruck  $p_{\text{atm}}$ . Die Fasersuspension wird mit Überdruck  $p > p_{\text{atm}}$  durch das Anformsieb gepresst. Die verfahrensbedingt höheren Drücke im Vergleich zum Einsatz von Unterdruck resultieren in einer geringeren Anformzeit bei gleichbleibender Restbauteilfeuchte. Die zur Erzeugung des Überdrucks nötige Anformkammer erschwert die maschinelle Entnahme des fertigen Bauteils.

Zum tiefergehenden Verständnis der Verfahren sei auf die Dissertationen von Baar und Willms [Baa06, Wil02] verwiesen. In [Kai00] wird auf die Unterschiede zwischen Positiv- und Negativformen für das Anformwerkzeug eingegangen. Zudem wird dort dargelegt, welchen Einfluss die Dispersionstemperatur auf die Viskosität und damit auf den Anformvorgang besitzt.

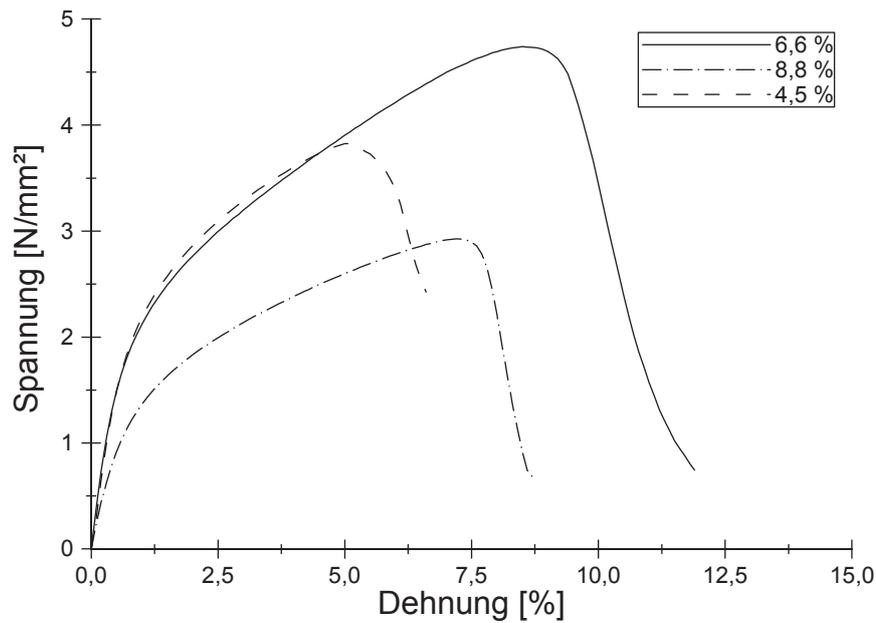
### 2.1.3 Pressen

Der optionale Prozessschritt des Pressens kann neben der Steigerung der Oberflächengüte (vgl. [Baa06]) auch zur Steigerung der Festigkeit dienen. Das Pressen bringt die einzelnen Faseroberflächen enger zusammen, so dass Wasserstoffbrückenbindungen zwischen diesen ausgebildet werden können (siehe dazu auch Kapitel 2.2). Für das Pressen von dreidimensionalen Formkörpern wird eine optional beheizte Negativform des Anformwerkzeugs benötigt. Dadurch können die durch den Anformprozess entstehenden Unebenheiten auf der dem Sieb zugewandten Seite des Bauteils reduziert werden, um so ein optisch ansprechendes Produkt für den Endkunden zu produzieren. Die Presswerkzeuge können beheizt werden, um die beiden Prozessschritte Pressen und Trocken zu vereinen.

### 2.1.4 Trocknen

Das Trocknen stellt den letzten Prozessschritt des Faserform-Verfahrens dar, durch welchen die angeformten Bauteile ihre endgültige Festigkeit erreichen. Durch die Zugabe von Wasser bei der Bildung der Fasersuspension wird die Elastizität der einzelnen Fasern erhöht, um so die Bildung von Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den einzelnen Fasern zu begünstigen (siehe dazu Kapitel 2.2). Nach [Baa06] besitzen die Formkörper aus Faserform nach dem Anformvorgang bei den beiden Unterdruckverfahren eine Bauteilfeuchte von 85 %, durch den höheren Anformdruck beim Druckverfahren lässt sich die Restbauteilfeuchte dort auf 45 % bis 50 % senken. Durch das Entziehen der Feuchtigkeit im Zuge des Trocknungsprozesses wird die Elastifizierung der Fasern rückgängig gemacht und die dann versteifenden Fasern verknäulen untereinander [Baa06]. Die zuvor von Wasser umhüllten Fasern können nun an ihren Oberflächen untereinander Wasserstoffbrückenbindungen ausbilden. Nach Baar [Baa06] ist eine Bauteilfeuchte von 5 % bis 10 % nötig, um gebrauchsfähige Bauteile zu erhalten. Craven spricht von einer kritischen Grenze für die Bauteilfeuchte, unterhalb welcher überhaupt erst die Bindung von Wasserstoffbrücken zwischen den Fasern stattfindet [Cra62]. Gemeinsame Voruntersuchungen im Rahmen dieser Dissertation sowie im Rahmen der Untersuchung des Crash-Verhaltens von Verpackungen aus Faserstoffen haben gezeigt, dass die Zugfestigkeit von Faserformproben maßgeblich von der Bauteilfeuchte abhängt (siehe Abbildung 2.4).

Das Trocknen wird in der Regel mit dem Prozessschritt Pressen kombiniert, da in beheizten Presswerkzeugen die Erhaltung der Bauteilgeometrie während des Trocknungsvorgangs gewährleistet werden kann. Ohne den Einsatz von formerhaltenden Werkzeugen führt das Trocknen zu massiven Änderungen an der Geometrie, da durch die bereits erwähnte Versteifung der Fasern erhebliche Eigenspannungen im Bauteil auftreten. Dieser Effekt wird durch Trocknen an der Luft noch verstärkt, da die Trocknungsdauer im Vergleich zum Einsatz von



**Abbildung 2.4:** Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Bauteilfeuchte ermittelt in eigenen Voruntersuchungen.

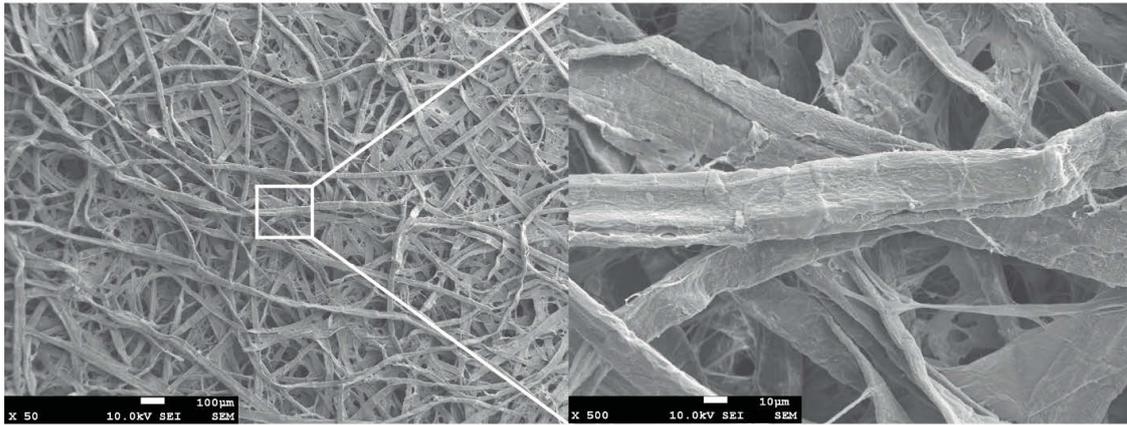
beheizten Werkzeugen um ein Vielfaches höher ist. [PG89] spricht von Querschrumpfungshinderungen und Längszugspannungen als Ursachen für dieses hygroskopische Verhalten von Papier und damit auch von Faserformprodukten.

Die für die Versuche dieser Dissertation benutzten Probenkörper werden in formerhaltenden Werkzeugen an der Luft getrocknet und besitzen im Anschluss daran eine Bauteilfeuchte von 6 % bis 8 %. Der genaue Herstellungsprozess der Proben wird in Kapitel 6.2 beschrieben.

## 2.2 Faseraufbau und Bindungsprinzipien

Zum Verständnis der mechanischen Eigenschaften von Faserformproben ist die Kenntnis des Faseraufbaus und der Faser-Faser-Bindungsmechanismen von großer Wichtigkeit. Das folgende Kapitel stellt den Grundstoff für Produkte aus Faserform - die Zellulose - vor und skizziert davon ausgehend den Aufbau der Faser sowie die Mechanismen bei der Zugabe von Wasser. In direktem Zusammenhang dazu werden die Faser-Faser-Bindungsmechanismen erklärt, und es wird dargelegt, welchen Einfluss das Trocknen von initial befeuchtetem Holz-/Zellstoff auf seine Festigkeitseigenschaften hat.

Wie bereits im vorherigen Kapitel beschrieben werden zum Anformen von Formkörpern aus Faserform mechanisch oder chemisch aufgeschlossene Holzfasern verwendet. Nach [Wei00] besitzen Holzfasern eine Länge von 1 mm bis 5 mm und sind zwischen 20 µm und 50 µm breit. Abbildung 2.5 zeigt eine am Fachgebiet Maschinenelemente angeformte Probe unter einem Rasterelektronenmikroskop. Im linken Bild ist bei 50-facher Vergrößerung der Faserverbund



**Abbildung 2.5:** Ebene Faserformprobe aus Zellstoff unter REM bei 50-facher (links) bzw. 500-facher (rechts) Vergrößerung.

zu sehen. Die Fasern sind durch den Anformdruck aneinander gepresst worden und zum Teil verknäult, d.h. ineinander verhakt. Auf der rechten Seite ist ein Ausschnitt mit einer 500-fachen Vergrößerung der Probe zu sehen. Die Oberflächen der Fasern weisen eine erkennbare Maserung auf, die durch die einzelnen Mikrofibrillenbündel gebildet wird (siehe dazu das anschließende Kapitel).

### 2.2.1 Aufbau der Faser

Wie z.B. in [FW83] beschrieben besteht eine Holzfaser neben Zellulose außerdem aus Hemizellulose, Lignin und Pektin. Zellulose bildet dabei den Hauptbestandteil der Faser, die genauen chemischen Zusammensetzungen von Hemizellulose, Lignin und Pektin können [Wei00] entnommen werden. So besteht die amerikanische Buche beispielsweise zu 61 % aus Zellulose, aus 17 % Hemizellulose und aus 23 % Lignin [FGL87].

In Abbildung 2.6 ist der exemplarische Querschnitt einer Faser zu sehen. Die dickste Schicht bildet die sogenannte  $S_2$ -Schicht, die mit einer Schichtdicke von 1  $\mu\text{m}$  bis 5  $\mu\text{m}$  den größten Teil der Faserwand ausmacht (80 % des Fasergesamtgewichts [Wei00]). Sie ist Teil der Sekundärwand und besteht hauptsächlich aus Zellulose. Die Primärwand besteht fast ausschließlich aus Hemizellulose, die Mittellamelle fungiert als Bindeglied zwischen den einzelnen Fasern und besteht aus Hemizellulose, Lignin und Pektin [Köl04]. Im Inneren der Faser verläuft das sog. Lumen, welches zum Transport von Wasser in die Faser dient. Bei chemisch aufgeschlossenen Holzfasern ist bedingt durch den Faseraufschluss die Mittellamelle entfernt.

Für die mechanischen Eigenschaften der Faser maßgeblich verantwortlich ist die  $S_2$ -Schicht, welche in Abbildung 2.7a dargestellt ist. Die aus Zellulose-Molekülketten bestehenden Mikrofibrillen winden sich in Bündeln helikal in der zylinderförmigen Faserwand. In [Wei00] sind verschiedene Modelle des Aufbaus der  $S_2$ -Wand beschrieben; allen Modellen gemein ist die

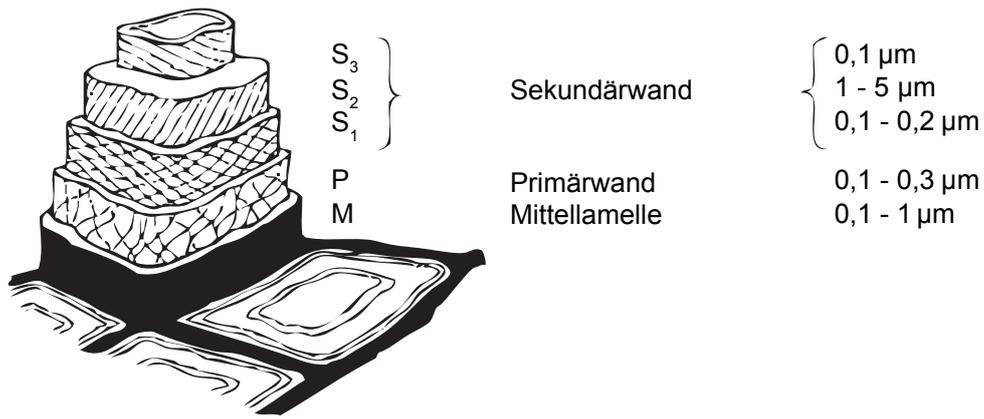


Abbildung 2.6: Aufbau der Faserwand im Querschnitt nach [FW83].

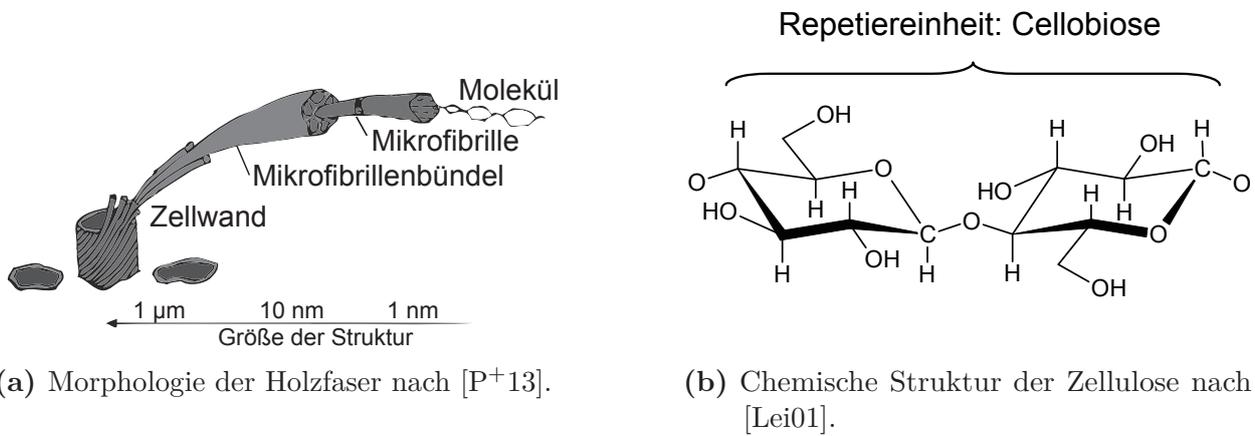
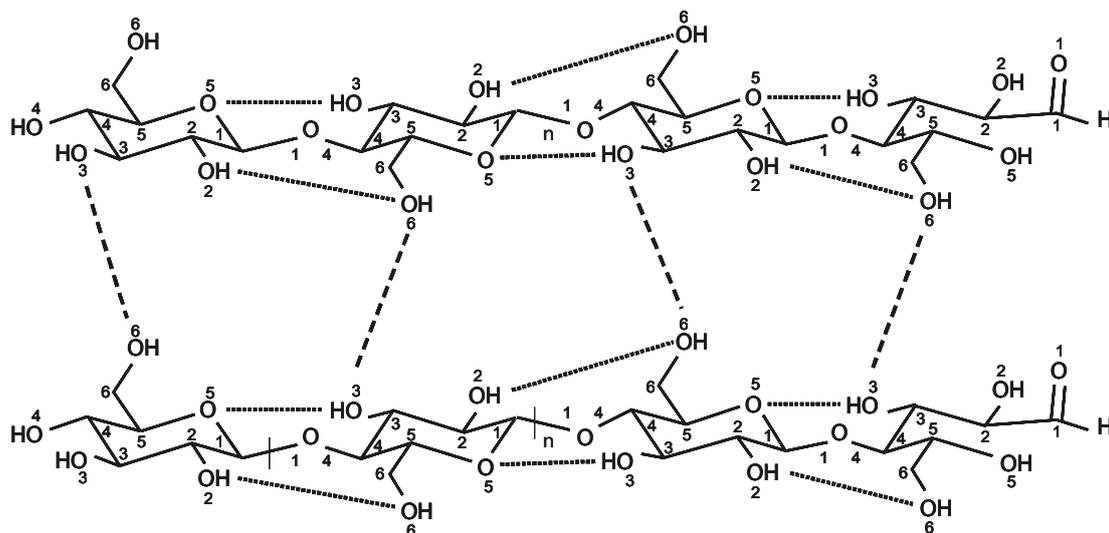


Abbildung 2.7: Morphologie und chemische Struktur der Holzfaser.

Einbettung der Mikrofibrillen in eine Matrix aus Hemizellulose und Lignin. Der Steigungswinkel zwischen Längsachse der Faser und den parallel verlaufenden Helices beeinflusst direkt die Festigkeit und Elastizität der Faser. In der S<sub>2</sub>-Schicht ist dieser Winkel im Vergleich zu den anderen Schichten am kleinsten [Köl04]. Reiterer konnte in [RLTF99] nachweisen, dass der Elastizitätsmodul von Holzfasern von diesem Winkel abhängt.

Viele Eigenschaften von Faserformprodukten resultieren direkt aus ihrem Aufbau aus Zellulose-Molekülketten. Aus Holzfasern gewonnene Zellulose besteht dabei nach [O'S97] aus etwa 10 000 sogenannten Pyranose-Ringen (siehe Abbildung 2.7b), die durch β-glykosidische Bindungen miteinander verbunden sind. Nach [RR13] sind diese Bindungen der Glukose-Ringe untereinander für die Ausbildung der intramolekularen Wasserstoffbrückenbindungen verantwortlich, woraus die kettenförmige Anordnung der Ausrichtung der Zellulose resultiert. Durch Kontakt von Zellulose mit einer hochkonzentrierten Zinkchlorid-Lösung kann ein Aufbrechen der intramolekularen Wasserstoffbrückenbindungen erreicht werden, und die zuvor



**Abbildung 2.8:** Intra- (gepunktet) und intermolekulare (gestrichelt) Wasserstoffbrückenbindungen von Zellulose I in der Ringebene nach [FBOJ07].

kettenförmig ausgerichteten Moleküle orientieren sich helikal. Es entsteht eine stärkeähnliche Struktur, die Vulkanfiber genannt wird.

Die kettenförmige Ausrichtung der Zellulose-Moleküle ermöglicht wiederum die Ausbildung von intermolekularen Wasserstoffbrückenbindungen. Obwohl Zellulose mit  $10^{10}$  t bis  $10^{11}$  t Jahresgesamtproduktion der Hauptbestandteil aller Pflanzen ist [Krä93] und bereits im Jahr 1838 vom Franzosen Anselme Payen entdeckt wurde, konnte die genaue chemische Morphologie erst in den letzten Jahrzehnten durch neue Untersuchungsmethoden herausgefunden werden. Von den sieben heute bekannten Formen der Zellulose treten lediglich die beiden Typen  $I_\alpha$  und  $I_\beta$  in der Natur auf, die sich im Wesentlichen um den Grad der Verschiebung der einzelnen Molekülketten untereinander und die daraus resultierenden, möglichen intermolekularen Wasserstoffbrückenbindungen unterscheiden [Köl04]. Abbildung 2.8 zeigt die inter- und intramolekularen Wasserstoffbrückenbindungen bei Zellulose I. Wichtig anzumerken ist hierbei, dass die intermolekularen Bindungen zwischen den OH-Gruppen nur in den Ringebenen auftreten [Köl04, Lei01], wohingegen die Ringebenen untereinander ausschließlich durch Van-der-Waals-Kräfte miteinander verbunden sind [RR13].

Das beschriebene Netzwerk aus verbundenen Zellulose-Molekülketten formt den kristallinen Bereich der Mikrofibrille. Neben diesen geordneten Bereichen treten auch weniger geordnete, sogenannte amorphe Bereiche auf. Zellulose aus Zellstoff besitzt nach [Lei01] einen Kristallinitätsgrad von 25 % bis 60 %, d.h. kristalline und amorphe Bereichen stehen in diesem Verhältnis zueinander.

### 2.2.2 Faser-Faser-Bindungen

Bei Kontakt mit Wasser dringt dieses in die amorphen Bereiche der Mikrofibrille ein, weitet die Mikrofibrille auf und sorgt so für eine Erhöhung der Flexibilität sowie der Oberfläche der Mikrofibrillenbündel und somit der Faser [Wei00]. Dadurch können sich die Mikrofibrillenbündel so weit annähern, dass die Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den aus Zellulose-Molekülen bestehenden Rändern der Mikrofibrillen begünstigt wird. Nach [HI68] ist für die Ausbildung der zellulosetypischen Wasserstoffbrückenbindungen ein Abstand von ca. 20 nm bis 40 nm nötig. In [EAM10] wird basierend auf thermodynamischen Überlegungen hergeleitet, dass die Wasserstoffbrückenbindungen allein nicht für die hohen Festigkeiten von Produkten aus Faserform verantwortlich sein können. Die dort geäußerten Vermutungen bedürfen allerdings noch weiterer Untersuchungen zur Bestätigung.

Ein weiterer wichtiger Aspekt bei der Betrachtung der Festigkeit von Faserformprodukten ist die Abnahme des Faser-Faser-Bindungspotentials durch eine irreversible Schädigung des Porensystems der Fasern nach Trocknung von zuvor einmalig befeuchtetem Zellstoff [Lei01], wodurch die Quellfähigkeit der Fasern stark abnimmt. In [Wei00] werden einige Theorien zu möglichen Ursachen dieses Verhornung genannten Phänomens beschrieben. Werden die initial getrockneten Fasern wieder befeuchtet, ist auf Grund der verminderten Quellfähigkeit die Erhöhung der Flexibilität und der Oberfläche nicht mehr in dem Maße gegeben wie zuvor, und die Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen ist gehemmt. Dadurch nehmen auch die Festigkeitseigenschaften ab, wie in [MBGK93] gezeigt wird.

Der Aufbau der einzelnen Fasern ist also elementar wichtig für das Faserform-Verfahren, da durch das Eindringen des Wassers in die amorphen Poren erst die Flexibilität entsteht, um die Fasern während des Anformvorgangs und den weiteren Prozessschritten nah genug zusammen zu führen, damit Faser-Faser-Bindungen entstehen. Durch das optionale Pressen wird der Abstand der einzelnen Fasern untereinander weiter verkürzt, bevor die Feuchtigkeit in den Mikrofibrillen während des Trocknens soweit reduziert wird, dass Wasserstoffbrückenbindungen entstehen können.

### 2.2.3 Die Gleichung von Page

Das Zusammenspiel von Wasserstoffbrückenbindungen und Festigkeit der einzelnen Fasern in Bezug auf das Verhalten unter Zugbelastung ist in der Gleichung von Page [Pag69] zusammengefasst. Sie gilt für unter Laborbedingungen angeformte, isotrope Blätter:

$$\frac{1}{T} = \frac{9}{8 \cdot Z} + \frac{12 \cdot A \cdot \rho}{P \cdot \lambda \cdot b \cdot RBA} \quad (2.2.1)$$

Die Bedeutung der einzelnen Variablen ist in Tabelle 2.1 beschrieben.

**Tabelle 2.1:** Benutzte Variable in der Gleichung von Page.

Variablenname	Bedeutung	Einheit
$T$	Zugfestigkeits-Index bei langer Einspannlänge	$\text{N m kg}^{-1}$
$Z$	Zugfestigkeits-Index bei Einspannlänge 0	$\text{N m kg}^{-1}$
$\rho$	Faser-Dichte	$\text{kg m}^{-3}$
$A$	Faser-Querschnittsfläche	$\text{m}^2$
$b$	Bindungsstärke unter Scherung pro Einheitsfläche	$\text{N m}^{-2}$
$P$	Faser-Umfang	$\text{m}$
$\lambda$	Mittelwert der Faser-Länge	$\text{m}$
$RBA$	Relative Bindungsfläche	$\text{m}^2$

Der Zugfestigkeits-Index ist nach [T 406] definiert als Quotient aus Zugfestigkeit (in diesem Fall Bruchkraft pro Probenbreite in Metern) und Flächengewicht. Die relative Bindungsfläche bezeichnet den Anteil der Gesamtoberfläche aller Fasern, bei dem Bindungen vorhanden sind. Diese kann über optische Verfahren bestimmt werden [IKS<sup>+</sup>06]. Der linke Summand in der Gleichung von Page gibt daher Auskunft über den Einfluss der Festigkeit der einzelnen Fasern für den Zugversuch, denn bei Einspannlänge 0 werden die einzelnen Fasern direkt zwischen den Klemmbanken der Versuchsanlage eingeklemmt und zerrissen. Im rechten Summanden wird deutlich, dass neben der Festigkeit der einzelnen Wasserstoffbrückenbindungen auch die Geometrie der einzelnen Faser sowie die Geometrie des Fasernetzwerkes wichtig sind. Ein Anstieg der Querschnittsfläche bzw. der Faser-Dichte resultiert in einem Abfallen des Zugfestigkeits-Index. Über die Dichte  $\rho$  geht bei konstantem Flächengewicht die Anzahl der Fasern im Netzwerk mit ein. Analog führt ein Wachsen der Wasserstoffbrücken-Bindungsstärke, des Umfangs, der Faserlänge oder der relativen Bindungsfläche zur Vergrößerung des Zugfestigkeits-Index.

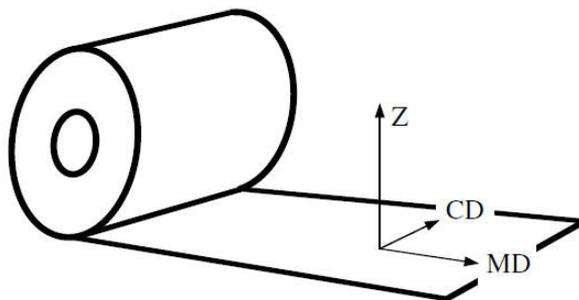


# Kapitel 3

## Stand der Technik

Bedingt durch die unterschiedlichen Herstellungsverfahren weisen Produkte aus Faserform im Vergleich zu Papier unterschiedliche mechanische Eigenschaften auf. Während bei der Papierherstellung in Langsiebpapiermaschinen die Fasern eine definierte Ausrichtung in Strömungsrichtung erhalten, richten sich beim Faserformverfahren die Fasern in der Anforme Ebene zunächst isotrop aus. Bei Papier wird deswegen von einem orthotropen Materialverhalten gesprochen, da es in der Papierebene die Maschinenrichtung (genannt MD) und die dazu orthogonale Richtung (genannt CD für engl. Cross-Direction) gibt. Neben den beiden Richtungen in der Ebene wird die dazu senkrecht stehende als z-Richtung bezeichnet (englisch Z-Direction bzw. ZD, siehe Abbildung 3.1). Auf Grund der geringen Dicke von Papier und aus Gründen der Vereinfachungen bei der Modellbildung wird das Materialverhalten in z-Richtung als homogen angenommen, d.h. es lässt sich im Modell mit Hilfe einer weiteren Faserrichtung beschreiben (ZD).

Bei Produkten aus Faserform wird die Fasersuspension per Über- oder Unterdruck durch das Anformsieb gepresst und dabei entwässert. Im Gegensatz zur Papierherstellung ruht die Suspension jedoch bis zum Moment der Druckbeaufschlagung. An schrägen Anformebenen können durch Scherströmungen - ähnlich wie bei Papier - orientierte Faserrichtungen entstehen.



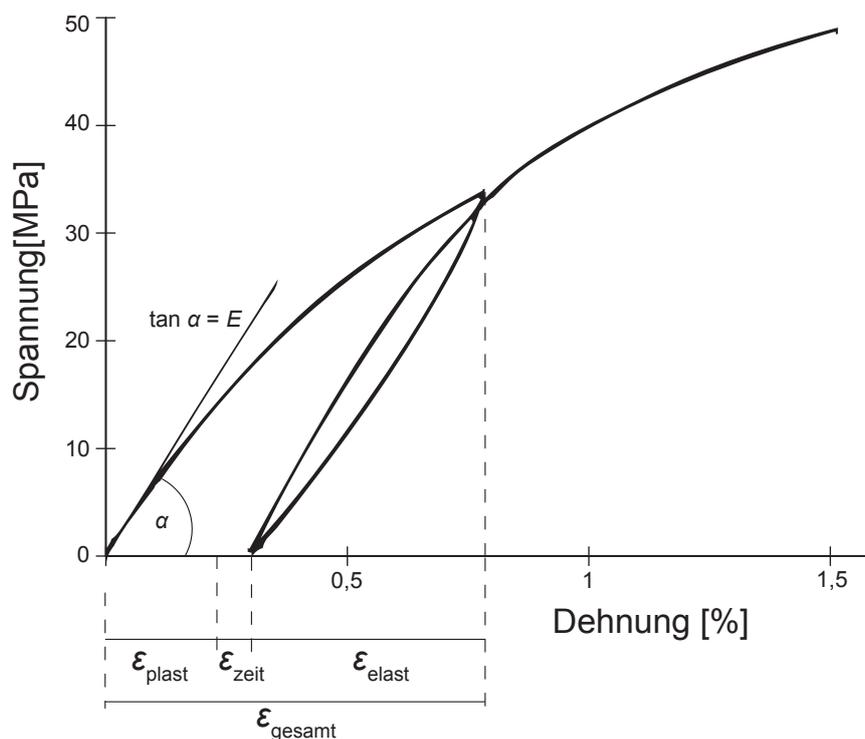
**Abbildung 3.1:** Die drei ausgezeichneten Faserrichtungen bei Papier nach [IHG04]. Die Bezeichnung z-Richtung findet im weiteren Verlauf auch bei den untersuchten Zellstoffproben aus Faserform Anwendung.

Dies soll im Verlauf dieser Dissertation weiter untersucht werden. Zudem werden sich Fasern bei fortschreitender Vliesdicke aufstellen, da sie schräg stehend in das schon vorhandene Netz aus Fasern gelangen. Die Materialeigenschaften in Dickenrichtung werden demnach nicht homogen sein, da zu erwarten ist, dass der Effekt der Faseraufstellung mit zunehmender Vliesdicke größer wird. Im Vergleich zu Papier ist außerdem das Flächengewicht bei Produkten aus Faserform größer und damit auch der Einfluss der Eigenschaften in Dickenrichtung größer als bei Papier.

Im Folgenden wird ein Überblick über den Stand der Forschung im Bereich der Materialmodelle für Papier und Faserform sowie deren Umsetzung in der FEM-Simulation gegeben. Anschließend daran werden insbesondere bei Papier benutzte Prüfverfahren und Normen vorgestellt. Es folgt eine Übersicht über Verpackungsprüfnormen, die sich hauptsächlich mit Prüfbedingungen bei Crash-Geschwindigkeiten und Schwingungen beschäftigen.

### 3.1 Papier

Die Untersuchung des Spannungs-Dehnungs-Zusammenhangs von Papier reicht zurück in die fünfziger Jahre des zwanzigsten Jahrhunderts. Wegen der Komplexität des Materialverhaltens von Papier konzentrieren sich die frühen Veröffentlichungen auf diesem Gebiet meist auf den Teilbereich der Elastizität. So wurden in [MBH80, BBH81] per Ultraschallverfahren die 9 benötigten Elastizitätskonstanten für ein orthotropes Materialmodell bestimmt. Dabei werden Ultraschallwellen durch das Papier geleitet und die Geschwindigkeit der Wellenausbreitung gemessen. Mit Hilfe dieser Geschwindigkeit können die E-Moduln und Schermoduln bestimmt werden. Während in [MBH80] alle Konstanten für die vollständige Klassifikation des elastischen Materialverhaltens orthotroper Materialien ermittelt werden, konzentriert sich [BBH81] auf die zwei E-Moduln in der Papierebene sowie Schubmodul und Querkontraktionszahl in Abhängigkeit von Papierdichte und Feuchtigkeit. Es wird ein Zusammenhang ermittelt, mit dessen Hilfe der Schubmodul in Abhängigkeit von E-Modul und der Poissonzahl ermittelt werden kann. In [JU84] wird ein Modell für die bei Wellpappen auftretende nichtlineare Elastizität vorgestellt. Da sowohl Papier als auch Wellpappen und Faserformteile aus durch Wasserstoffbrückenbindungen zusammengehaltenen Holzfasern bestehen, ist selbst bei kleinen Dehnungen davon auszugehen, dass das elastische Materialverhalten nicht rein linear ist, weil ein direktes Versagen von einzelnen Bindungen zu erwarten ist. [JU84] benutzt die Methoden der Kontinuumsmechanik, um eine nur von Dehnungen abhängige Energiedichtefunktion herzuleiten, die das Spannungs-Dehnungs-Verhalten in der Ebene beschreibt. In diesem Zusammenhang wird eine *effektive Dehnung* eingeführt, die die Notwendigkeit von damals noch nicht vorhandenen, biaxialen Messungen eliminiert.



**Abbildung 3.2:** Zyklischer Zugversuch bei Papier, zu erkennen ist das Einsetzen des Fließens bei 0,2% der Gesamtdehnung [PG89].

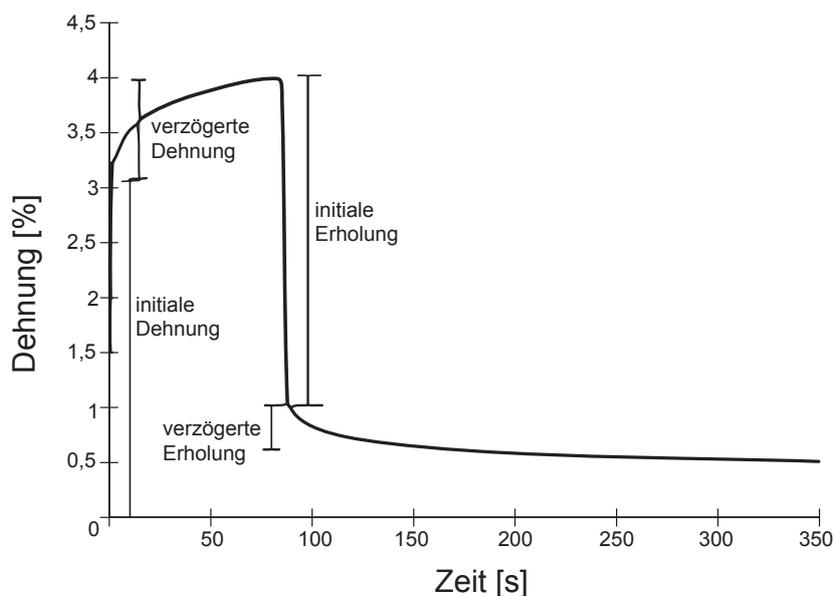
Eines der ersten Materialmodelle, welches Elastizität und Plastizität vereint, wird in [PG89] vorgestellt. Es wird ein eindimensionales elastisch-plastisches Modell für Zugbelastungen in Abhängigkeit von E-Modul und Anfangsnachgiebigkeit (bezeichnet den Kehrwert des initialen E-Moduls) beschrieben. Die in [PG89] durchgeführten Zugversuche in der Ebene geben einen Richtwert für die Fließgrenze, also den Übergang vom elastischen zum plastischen Materialverhalten, von 0,2% der Gesamtdehnung an (siehe Abbildung 3.2). Des Weiteren werden Mechanismen für das viskoelastische Gedächtnis von Papier beschrieben. Damit ist gemeint, dass die Spannungs-Dehnungs-Antwort bei Papier und ähnlichen Materialien von der Belastungsvorgeschichte abhängt. Paetow [PG89] führt sowohl das Versagen einzelner Wasserstoffbrückenbindungen als auch die bei Papier während der Fertigung extern aufgetragene Mikro-Kreppung als Ursachen für dieses Verhalten an.

Im Gegensatz zu [PG89] entwickelt Pecht in [PJR84] ein nicht-lineares, einachsiges viskoelastisches Modell für Papier. Versuche dort haben ergeben, dass Papier aus rheologischer Sicht bezogen auf die auftretenden Spannungen ein einfaches Material (*stress-rheologically simple material*) ist, da sich die Kriechkurven für unterschiedliche Anfangsspannungen durch geometrische Translationen aufeinander legen lassen. Materialien mit diesen Eigenschaften sind leichter zu charakterisieren, da sich ihr Kriechverhalten durch eine Haupt-Kriechkurve

beschreiben lässt. Die Bestimmung der Kriechkurve gelingt mit einem spannungsabhängigen Integrkern (siehe dazu auch [Gum78]).

Während in [PJR84] das Kriechverhalten von Papier beschrieben wird, widmet sich [Cra62] dem Spannungs-Relaxations-Verhalten verschiedener Papiersorten, d.h. dem Verhalten der Spannung bei konstanter Dehnung. In Versuchen wurde herausgefunden, dass das Relaxations-Verhalten unabhängig von der Faserlänge und dem Mahlgrad, jedoch abhängig von beim Trocknungsprozess aufgebrauchten Zugspannungen (also extern aufgebrauchte Spannung zur Vermeidung von Verformungen der Geometrie durch Eigenspannungen) ist. Craven folgert daraus, dass für die beobachteten Phänomene nicht die Intra-Faserbindungen, sondern die Bindungen zwischen Fasern verantwortlich sind, da proportional zur Höhe der Trocknungs-spannungen die Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den Fasern später bzw. überhaupt nicht einsetzt. Durch die Restriktionen beim Trocknungsprozess sind die Faser-Faser-Bindungen einheitlicher verteilt als beim Trocknen an der Luft, da im letzteren Fall Bindunganhäufungen im Bereich der größten Eigenspannungen zu erwarten sind. Bei Relaxationsversuchen können Papierblätter mit einheitlicher Bindungsverteilung die auftretenden Spannungen besser auf die einzelnen Inter-Faser-Bindungen aufteilen und weisen so eine kleinere Relaxationsrate auf als z.B. luftgetrocknete Blätter.

In [UKR80] wird ein lineares Modell für das zweidimensionale Relaxationsverhalten von Papier in der Ebene angegeben. Basierend auf Ergebnissen aus [RP63] für den allgemeinen isothermalen, anisotropen Fall für beliebige Materialien werden zwei Relaxationsfunktionen für Papier berechnet. Uesaka [UKR80] nimmt in diesem Fall transversale Isotropie an, d.h. Isotropie in der Ebene und eine ausgezeichnete, senkrecht dazu stehende weitere Faserrichtung. Mit Hilfe der Relaxationsfunktionen werden fünf charakteristische Funktionen für das viskoelastische Materialverhalten bestimmt, z.B. das Verhalten des E-Moduls in Abhängigkeit von der Zeit. Alfthan erweitert in [Alf10] die Überlegungen Uesakas um die Betrachtung des nichtlinearen Anteils der Viskoelastizität. Das Spannungs-Dehnungsdiagramm eines einachsigen Zugversuchs wird in einen linearen und einen nichtlinearen Anteil zerlegt, um im Anschluss daraus den Spannungsrelaxationsmodul  $E^{\text{re}}(t) = \sigma(t)/\epsilon^{\text{linear}}$  sowie die Kriechnachgiebigkeit (engl. *creep compliance*)  $J^{\text{Cr}}(t) = \epsilon^{\text{linear}}(t)/\sigma$  zu berechnen. Es wird für mehrere Papiersorten in Versuchen gezeigt, dass Spannungsrelaxationsmodul und Kriechnachgiebigkeit invers zueinander sind. Dieses Erkenntnis nutzt Alfthan für den Schluss, dass das nicht-lineare, zeitabhängige Materialverhalten von Papier in einen stark zeitabhängigen, nicht-linear plastischen Anteil sowie einen schwach zeitunabhängigen linearen viskoelastischen Anteil zerlegbar ist. Die schwache Zeitunabhängigkeit folgt nach [Lak98] aus der Tatsache, dass Spannungsrelaxationsmodul und Kriechnachgiebigkeit invers zueinander sind. Die der Arbeit zu Grunde liegende Theorie basiert auf Arbeiten von Drozdov zur nichtlinearen Viskoelastizität [DK96, Dro97, Dro98]. In [DK96] wird die nichtlineare Viskoelastizität von Polymeren untersucht, [Dro97, Dro98]



**Abbildung 3.3:** Kriechverhalten von Papier. Es sind zwei qualitativ unterschiedliche Erholungsbe-  
reiche zu erkennen [MRKA10].

erweitern das Konzept auf alternde, viskoelastische Materialien und für inkompressible Medien im drei-dimensionalen Anwendungsfall generell.

Kompressible Medien sind Gegenstand der Untersuchungen in [GG95]. Im Zusammenhang mit der Parameteridentifikation wird dort erwähnt, dass die Messung der Querdehnung bei Zug- und Druckversuchen mit kompressiblem Materialverhalten unverzichtbar ist. Außerdem untersuchen die Autoren die Anwendbarkeit verschiedener Modelle (unter anderem das Neo-Hooke-Modell [Riv48], Mooney-Rivlin [Moo40] und Ogden [Ogd72]) der Viskoelastizität bei hyperelastischen Elastomeren. Auf die Wichtigkeit der Berücksichtigung von eventuell vorhandenen Zug-Druck-Anisotropien auf Grund von Poren (wie z.B. beim Elastomer Moosgummi) wird ebenfalls hingewiesen. Mustalahti untersucht in [MRKA10] das viskoplastische Verhalten von Papier mit Hilfe von optischen Methoden. Es werden zwei beobachtete Mechanismen zur Erklärung des Kriechverhaltens beschrieben. Neben einer sofortigen Erholung (*initial recovery*) nach Lastaufgabe tritt weiter der Effekt der verzögerten Erholung (*delayed recovery*) gekoppelt mit Restdehnung auf (siehe Abbildung 3.3).

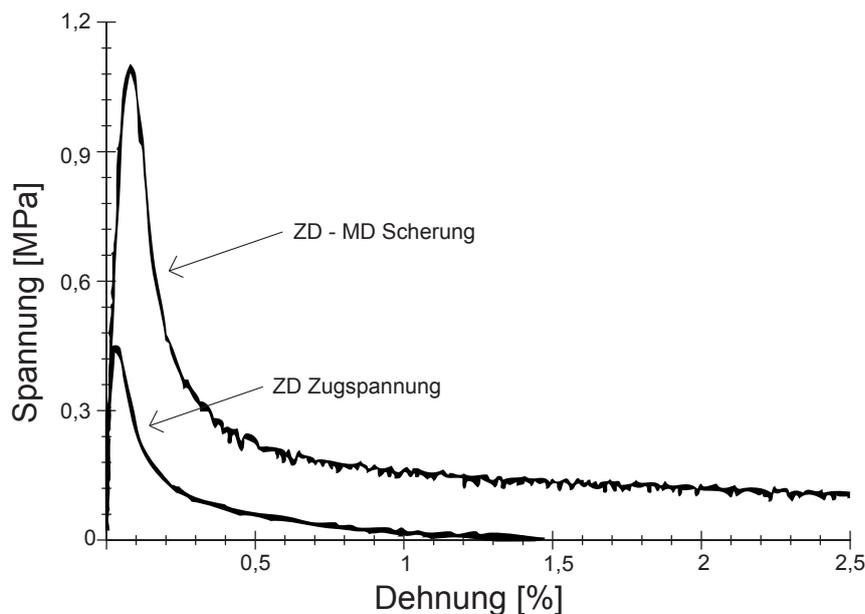
Im Hinblick auf die Beantwortung der Frage nach Festigkeit und Versagen von Produkten aus Papier ist neben der Betrachtung der (Visko-)Elastizität in erster Linie das plastische Materialverhalten interessant. In [DCF80] wurden Untersuchungen zur biaxialen Festigkeit von Papier durchgeführt, die die Anwendbarkeit von Modellen aus dem Bereich der Composite-Werkstoffe wie der Norris-Theorie [Nor62] (bildet keine Zug-Druck-Anisotropie ab) als auch des Puppò-Evensen-Kriteriums [PE70] (benötigt Kennwerte zur Scherung in der Papierebene)

als nicht praktikabel bezeichnen. Die Autoren erzielten mit der Tsai-Wu-Tensor-Theorie [TW71] die besten Ergebnisse. Diese Untersuchungen werden in [SRJG85] aufgegriffen und für Pappe überprüft. Im Vergleich zur weitverbreiteten Fließbedingung nach Hill [Hil48] sehen Suhling et al. [SRJG85] die Vorteile zum einen in der leichteren Konstruktion der Fließfläche und zum anderen in der besseren Modellgüte im Fall reiner Scherbelastung. Das vorgestellte Modell lässt sich allein durch uniaxiale Versuche kalibrieren.

Unabhängig davon wird in [KB93] ein für den allgemein anisotropen Fall gültiges Fließ-Kriterium für Feststoffe entwickelt, welches seitdem im Bereich Papier Anwendung findet. Das vorgestellte Kriterium lässt sich im isotropen Fall auf die bekannten Fließbedingungen nach von Mises [Mis13] und Tresca [Tre64] zurückführen, berücksichtigt jedoch eine eventuell vorhandene Zug-Druck-Anisotropie. Wie bei [DCF80] lassen sich die benötigten Materialkonstanten rein aus uniaxialen Experimenten bestimmen, und das Modell ist in der Lage, das Verhältnis von Querdehnung zur Dehnung in  $z$ -Richtung unter Last korrekt darzustellen. Der anisotrope Spannungstensor wird dabei linear in einen isotrop-plastischen Spannungstensor transformiert, der so erhaltene Tensor wird *isotropy plasticity equivalent*-Tensor genannt (abgekürzt *IPE*). Die Autoren geben für die rheologischen Standardfälle an, wie die lineare Transformation ermittelt werden kann.

Das erste drei-dimensionale, anisotrope Materialmodell speziell für Papier wird in [XBP02] hergeleitet. Dabei wird angenommen, dass sich Papier zunächst linear und orthotrop verhält, dann aber unter Belastung eine Anisotropie induziert wird, sobald die ersten Faser-Faser-Bindungen reißen. In  $z$ -Richtung wird Elastizität angenommen, die Fließgrenze wird mit einer nicht quadratischen, assoziierten Fließfläche beschrieben. Zur Kalibrierung des Modells werden uniaxiale Zug- und Schubversuche benutzt (siehe Abbildung 3.4). Im Gegensatz zu klassischen Fließbedingungen, wie sie von Metallen oder Polymeren bekannt sind, basiert die Fließbedingung hier nicht nur auf der Deviatorspannung, sondern auf dem gesamten Spannungszustand. In [MÖ03] wird versucht, die Modelle in [KB93] und die klassische  $J_2$ -Plastizität (von Mises) zu verknüpfen. Dies bedingt jedoch die Voraussetzung einer volumenerhaltenden Plastizität. Es resultiert ein orthotropes elastisch-plastisches Modell mit Verfestigung nach Ramberg-Osgood [RO43] auf Basis des *IPE*-Tensors aus [KB93]. Weiterhin werden Schätzwerte für die Poissonzahl (analog zu [BBH81]) sowie den Schermodul in der Ebene auf Basis der E-Moduln angegeben.

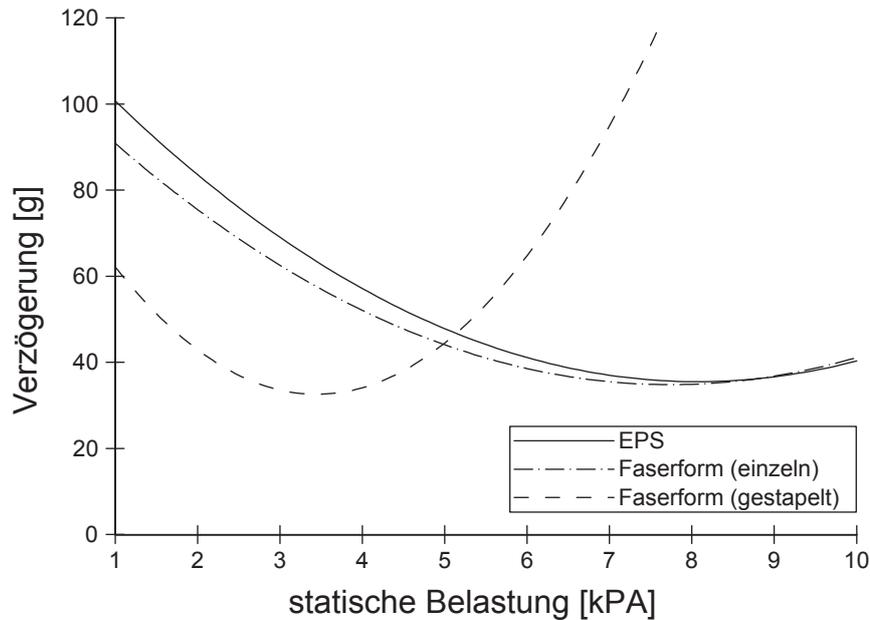
Im selben Jahr wird in [COS03] ein ähnliches, plastisches Materialmodell für Papier in der Ebene vorgestellt. Die Autoren sprechen das Problem der Definition der Fließgrenze an und sehen Parallelen zum hyperelastischen Materialverhalten, welches unter anderem [SRJG85] beschreibt. Als Grund für das inelastische Verhalten wird die Reibung der Mikrofibrillen untereinander genannt. Das viskoelastische Materialverhalten wird mit der Begründung ver-



**Abbildung 3.4:** Zug- und Schub-Spannungs-Dehnungs-Verhalten von Papier in z-Richtung [XBP02].

nachlässigt, dass diese stark von der Feuchtigkeit abhängt und zudem bei kleinen Dehnraten nicht stark ins Gewicht fällt. Das Modell von [MÖ03] wird in [IHG04] durch Einbringung von Schädigungsmechanismen unter Zugbelastung erweitert. Die Schädigung fließt als interne Variable in das freie Energiepotential nach Helmholtz ein, das plastische Materialverhalten wird durch eine Hill'sche Fließbedingung [Hil48] sowie Verfestigung nach Ramberg-Osgood [RO43] beschrieben. Haegglund erweitert diese Überlegungen in [HI06] um die Betrachtung der *fracture toughness*, also die Eigenschaft, die die Rissausbreitung verhindert. Der Degradationsgrad des Papiers wird mit Hilfe von akustischen Sensoren gemessen und dann als interne Variablen in das orthotrope Materialmodell eingebracht. Schädigung tritt entweder durch Faserriss oder durch Bindungszerstörung auf. Im ersten Fall ist wegen der Orthotropie von Papier pro ausgezeichneter Richtung eine interne Variable nötig, im zweiten Fall reicht insgesamt eine Variable für alle Richtungen. In [IGK06] wird dies ähnlich formuliert, jedoch ist laut Autoren der Bindungsbruch ausschlaggebend für die Schädigung. Aus diesem Grund reicht dort ein materialabhängiger Parameter zur Modellierung der Schädigungsmechanismen.

Das Materialverhalten von Wellpappe bei Belastung in z-Richtung wird in [Nyg09] untersucht. Sowohl bei Zugversuchen orthogonal zur Papierebene als auch unter Scherbelastung stellt sich zunächst elastisches Materialverhalten bis zur maximalen Spannung ein, danach setzt eine Entfestigung ein. Auf Basis dieser Überlegungen wird ein Materialmodell vorgestellt, welches nur für den ersten Teil auf kontinuumsmechanischen Grundlagen basiert. Nach Einsetzen der Entfestigung auf Grund von Delamination wird ein Modell nach [XBP02] präferiert.



**Abbildung 3.5:** Dämpfungsverhalten von Faserform im Vergleich zu Polystyrol. Bis zu einer Last von ca. 5 kPa dämpft Faserform besser als Polystyrol, danach kann durch ein Stapeln von mehreren Faserformdämpfungselementen ein ähnliches Dämpfungsverhalten wie bei Polystyrol erreicht werden [EM94].

### 3.2 Faserform

Obwohl das erste Patent für Formteile aus Faserform schon bereits im Jahr 1903 erteilt wurde [TR07], ist die Untersuchung der Materialeigenschaften dieser bei Weitem noch nicht ähnlich fortgeschritten wie bei Papier oder Wellpappe. Dies liegt hauptsächlich an der Tatsache, dass im Bereich der Verpackungsmaterialien erst seit einigen Jahrzehnten verstärkt auf den Einsatz von naturfaserbasierten Werkstoffen zurückgegriffen wird, da Faserform, im Gegensatz zum Hauptkonkurrenten Polystyrol, nach Gebrauch natürlich abbaubar ist.

In [EM94] werden die Dämpfungseigenschaften von Faserformteilen mit denen von Polystyrol verglichen. Dazu wird das zu prüfende Dämpfungsmaterial mit einer statischen Last beaufschlagt und dann aus einer Fallhöhe von 60 cm bei gleichzeitiger Messung der Beschleunigung an der Last fallen gelassen. Bei Aufschlägen mit Lasten über 5 kPa ist die Dämpfung von Faserform schlechter als bei Polystyrol (siehe Abbildung 3.5). Analoges gilt für wiederholt aufeinanderfolgende Aufschläge sowie Fallhöhen über 60 cm. Die für die Dämpfung wichtigen Hohlräume werden beim Initialaufschlag zerstört. Der Autor kommt zum Ergebnis, dass Produkte aus Faserform eingeschränkt in der Lage sind, Polystyrol zu ersetzen.

Die Zusammenhänge zwischen der Geometrie von Faserformteilen und deren Festigkeiten unter statischer sowie dynamischer Belastung werden in [Hof00] untersucht. Dabei werden der Einfluss der Dichte, der Grad der Entformungsschrägen und der Dämpfungshöhe zunächst separat

untersucht. Sowohl die Dichte als auch die Probengesamthöhe beeinflussen die Dämpfungseigenschaften, während der Grad der Entformungsschrägen nur einen geringen Einfluss besitzt. Weiterhin untersucht Hoffmann den Einfluss der Probenform auf die Druckfestigkeit und die Dämpfungseigenschaften. Keil- oder kegelförmige Probenkörper halten im Durchschnitt 20 % mehr Spannung unter Druckbelastung aus als rechteckige Proben. Außerdem werden bei diesen Geometrien gleiche Dämpfungseigenschaften bei weniger Materialeinsatz als bei rechteckigen Probenkörpern erreicht. Zum Abschluss wird in [Hof00] eine Auslegungsformel für Faserformteile präsentiert, die einen minimalen Wert  $s_{\min} = 2,5 \cdot h/G$  für die Dämpfungshöhe in Abhängigkeit von Fallhöhe  $h$  und dem maximal erlaubten Beschleunigungswert  $G$  für das verpackte Gut angibt.

In [GBHK03] wird das mechanische Verhalten einer Videorekorder-Verpackung mit Hilfe von Zug- und Druckversuchen untersucht. Auf Basis der Versuchsergebnisse wird ein quasi-statisches FE-Modell erstellt, bei dem das plastische Verhalten mit multilinear, isotroper Verfestigung beschrieben wird. Die Autoren entwickeln ein Modell für die Verteilung der Dicke der Proben, indem sie die Dicke der benutzten finiten Elemente gleichverteilt variieren. Im Durchschnitt besitzt die so modellierte Geometrie die gemessene, nominale Dicke der experimentell untersuchten Probe. Weiterhin wird der Einfluss von Rippen unter Verwendung des erzeugten FE-Modells analysiert. Dadurch konnte laut Simulation die maximale Druckkraft um fast 50 % gesteigert werden.

Einen industrieorientierten Ansatz wählt [MSW04], indem vier Basisgeometrien vorgestellt werden, aus denen jede andere herzustellende Geometrie erzeugt werden kann: Pyramide, Konus, Prisma und Treppe. Der Einfluss der Wanddicke, des Winkels zwischen Anformrichtung und Bauteilwand, der Bauteilhöhe sowie der Rundungsradien werden bei allen vier Basisgeometrien mit Hilfe einer FEM-Simulation (isotrope Elastizität und Fließgrenze nach von Mises [Mis13]) untersucht. Unter simulierter Druckbelastung hat die Wanddicke beim Konus einen linearen Einfluss auf die Druckspannung, bei den drei weiteren Geometrien ist sogar ein mindestens quadratischer Zusammenhang zu erkennen. Eine Erhöhung des Winkels zwischen Anformrichtung und Bauteilwand hat bei allen Basisgeometrien eine Reduzierung der maximal möglichen Druckspannung zur Folge. Analoges gilt für die Dämpfungshöhe. Eine Vergrößerung des Rundungsradius resultiert in einem geringeren E-Modul unter Druck, was zur Folge hat, dass Grenzspannungen, bei denen Phänomene wie z.B. Knicken stattfinden, später einsetzen. Das Verhalten von Faserformproben unter dynamischer Druckbelastung wird in [GX10] und [JW10] untersucht. Während in [GX10] das Hauptaugenmerk auf die dynamische Simulation mit *LS-DYNA* gelegt wird, dienen in [JW10] experimentelle Untersuchungen der Druckfestigkeit in Abhängigkeit von der Materialdichte und Dehnrates. Ein Anstieg der Materialdichte hat eine Steigerung des E-Moduls und der Bruchfestigkeit zur Folge. Dahingegen führt eine erhöhte Dehnrates zu einem leichten Abfall des E-Moduls, die Bruchfestigkeit steigt

an. Im nächsten Schritt wird ein vorhandenes Materialmodell für das Druckverhalten von Polymerschäumen mit den experimentellen Daten durch die Methode der kleinsten Quadrate angepasst. Wang und Mitautoren führen in [WGL11] die Theorien von [Hof00] und [MSW04] fort, indem das Konzept der *äquivalenten Flächen* eingeführt wird. Die einzelnen Flächen einer Verpackung werden dabei mit Faktoren für Dicke, Höhe, Querschnittsform und Grad der Entformungsschräge gewichtet. Experimentelle Untersuchungen ergeben, dass Formteile aus Faserform bis zu einer Bruchspannung von  $3,5 \text{ kg cm}^{-2}$  zu empfehlen sind. In [WL14] werden die Dämpfungseigenschaften von Faserformteilen bei statischer und dynamischer Belastung untersucht. Dazu wird das Energieaufnahmevermögen bei unterschiedlichen Bauteilfeuchten experimentell ermittelt und im Anschluss daran mit Hilfe von *Abaqus/Explicit* simuliert.

Die Untersuchungen in [Baa06] am Fachgebiet Maschinenelemente betreffen die Werkstoffigenschaften von Papierfaserprodukten ebenfalls. Dabei wurde das Materialverhalten in Abhängigkeit von der Rohstoff-Art, der Rohstoff-Konzentration, der Presskraft, der relativen Luftfeuchtigkeit sowie der Prüfgeschwindigkeit abgebildet. Zur Auswahl der Fließgrenze wurden zunächst die bekannten Hypothesen nach [Mis13, Tre64, Hil48] sowie das Mohr-Coulombsche-Versagenskriterium [OR05] im Hinblick auf die Abbildbarkeit der Zug-Druck-Anisotropie untersucht. Mit Hilfe von biaxialen Zugversuchen wurde das Mohr-Coulombsche-Versagenskriterium als das am besten für den Werkstoff geeignete Modell verifiziert. Alle Überlegungen finden hierbei auf Basis von Zug- und Druckversuchen in der Anforfebene statt, eine Betrachtung des Materialverhaltens in z-Richtung erfolgt nicht. Abschließend wird eine FEM-Simulation auf Basis der Vergleichsspannungshypothese nach [Mis13] mit isotroper Verfestigung durchgeführt.

Viele der zuvor beschriebenen, mechanischen Betrachtungen von naturfaserbasierten Produkten bedürfen der Messung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens unter Normal- und Schubbelastung. Neben diesen meist uniaxialen Versuchen existiert eine Vielzahl von Prüfnormen explizit für Verpackungsmaterialien.

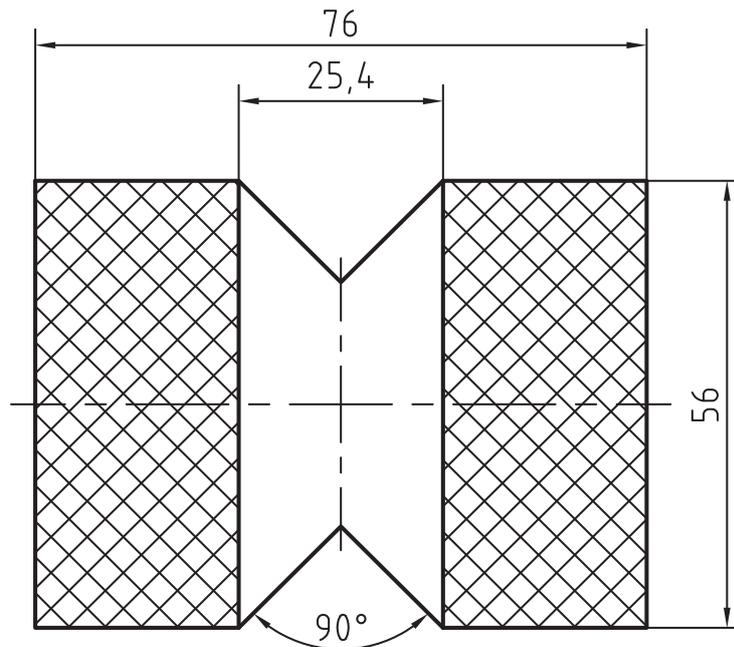
### 3.3 Prüfverfahren und Normen

Die in diesem Kapitel vorgestellten Normen und Prüfverfahren lassen sich in drei Teile gliedern:

1. Erstellung und Konditionierung von Proben
2. Prüfverfahren zur Bestimmung von mechanischen Konstanten
3. Prüfverfahren zur Bewertung von Verpackungen

Dabei werden die zu den Punkten (1) und (2) gehörenden Normen und Verfahren, wie sie im Verlauf dieser Dissertation Anwendung finden, im Kapitel 6.1 detailliert vorgestellt. Darauf folgend wird der Einsatz einiger Methoden in der Literatur zu Papier und Faserform präsentiert. Anschließend werden die gängigen Verpackungsprüfnormen zusammengefasst. Eine detaillierte Aufführung dieser Prüfnormen ist z.B. in [Baa06] zu finden.

Bei der experimentellen Untersuchung von holzfaserbasierten Produkten wird in der Regel zwischen Versuchen in der Papierebene und der senkrecht dazu stehenden Ebene unterschieden. Die Schwierigkeit von Versuchen in z-Richtung ist zum einen in der Fixierung der Proben begründet, zum anderen erweist sich die Messung von Materialparametern wie der Querdehnung bei diesen Versuchen als schwierig. Letzteres liegt an der sehr geringen Dicke von Proben aus Papier. Bei Scherversuchen in der Papierebene muss sichergestellt werden, dass die Spannungsverteilung möglichst homogen ist, um eine repräsentative Aussage über das Materialverhalten treffen zu können. Gerade die Auswahl eines geeigneten Versuchsaufbaus zur Messung der Schereigenschaften in der Papierebene gestaltet sich als schwierig, da eine Vielzahl verschiedener Verfahren existiert. Im Vergleich zu Papier weisen Produkte aus Faserform auf Grund des höheren Flächengewichts eine wesentlich höhere Dicke und somit auch höhere Biegesteifigkeit auf, was die Durchführung von Scherversuchen erleichtert, da die Gefahr der Wölbung der Probe bei der Durchführung des Versuchs geringer ist als bei Papier. Bei Papier und Holz werden wegen der zwei ausgezeichneten Faserrichtungen in der Ebene zur Klassifikation der Schereigenschaften Off-Axis-Tests benutzt, wobei diese Möglichkeit für Faserform auf Grund der angenommenen Isotropie in der Ebene entfällt. Weit verbreitet bei der Untersuchung von Faserwerkstoffen ist der Scherversuch nach *Iosipescu* [Ios67] [AST63]. In [Mel08] wird eine abgewandelte Form dieses Versuchs vorgestellt, die das Problem der inhomogenen Spannungsverteilung adressiert. Mit Hilfe zweier Dehnungsmessstreifen wird ein Korrekturfaktor in Abhängigkeit der beiden E-Moduln in der Papierebene für den Öffnungswinkel der Probenkerbe ermittelt, der die auftretenden Spannungsinhomogenität minimiert. Der sog. *V-Notched Rail Shear*-Tests wird in [AMG<sup>+</sup>07] [AST12] vorgestellt. Im Gegensatz zum Versuch nach *Iosipescu* erfolgt das Einspannen der Proben bei diesem Test flächig, die Proben stimmen ansonsten mit denen aus dem *Iosipescu*-Versuch überein. Durch die V-förmige Kerbe in der Mitte der Probe wird eine homogene Scher-Spannungsverteilung bei gleichzeitiger Minimierung der auftretenden Biegespannungen erreicht (siehe Abbildung 3.6). Weiterhin wird durch die Verringerung des Querschnitts der Einfluss der möglicherweise an den Einspannungen auftretenden Scherspannungen reduziert [AMG<sup>+</sup>07]. Hung untersucht in [HL97] das Scherverhalten von faserverstärkten Kompositwerkstoffen in der Ebene mit einem Aufbau nach [AHV78]. Bei Scherbelastung in Faserrichtung treten jedoch nicht nur reine Scherbelastungen in der Probe auf. Auch in [XOMP09] wird bei der Anwendung des Tests nach *Arcan* bei Holz festgestellt, dass die Proben in der Nähe der V-förmigen Kerbe

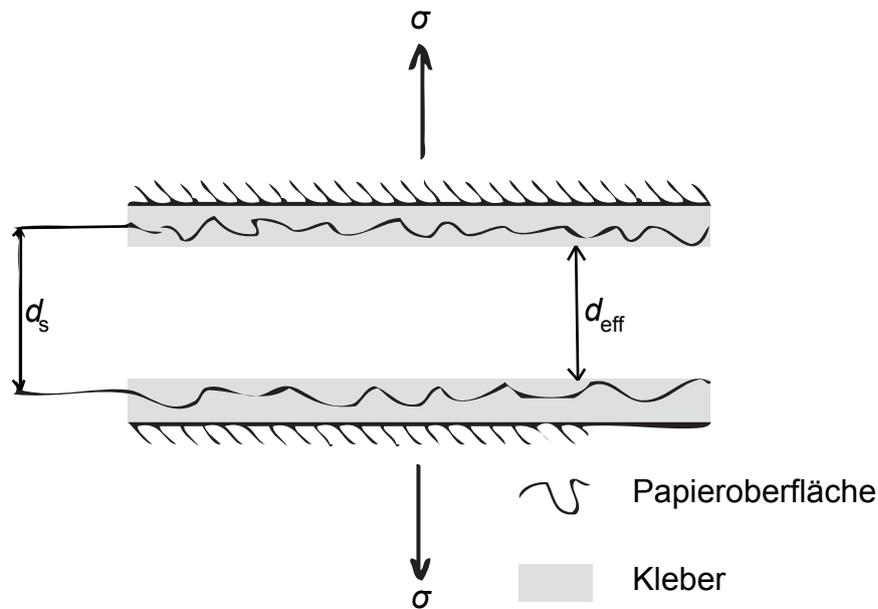


**Abbildung 3.6:** Probenform für den Scherversuch in der Ebene nach [AMG<sup>+</sup>07].

auf Grund dort auftretender Spannungsspitzen brechen. Der Test eignet sich dennoch für die Bestimmung der Schermoduln [XOMP09, HL97].

Zugversuche in z-Richtung sind Gegenstand vieler Untersuchungen bei Papier der letzten Jahre. Das Hauptproblem bei dieser Art von Versuch ist die Fixierung der Proben. Die für Papier und Pappe veröffentlichte Norm zur Bestimmung der Bruchkraft in z-Richtung [DIN10] schreibt zur Fixierung doppelseitiges Klebeband vor mit der Einschränkung, dass das Klebeband fester sein muss als die zu prüfende Probe. Diese Art und Weise des Verklebens versagt bei Produkten aus Faserform, da diese eine inhomogenere Oberfläche aufweisen. In der Regel besitzt Klebeband zudem ein viskoelastisches Materialverhalten, das im Vorfeld schwer zu bestimmen ist. Aus diesen Gründen ist man auch bei Papier zum Verkleben mit aushärtendem Flüssigkleber übergegangen, wobei dabei die Eindringtiefe des Klebers in die Probe zu ermitteln und zu beachten ist. Mechanisch betrachtet wird bei dem Zugversuch in z-Richtung neben der Faser-Faser-Bindungsenergie auch die Energie von versagenden Bindungen innerhalb einer Faser gemessen [KK95].

In diversen Arbeiten [SFs01a, SFs01b, Ste02] widmet sich eine Forschergruppe aus Schweden der Durchführung von Zug- und Druckversuchen in z-Richtung. Die plastische Modellierung des Verhaltens von Papier in z-Richtung steht im Vordergrund der Untersuchungen in [SFs01b]. Die Autoren benutzen einen modifizierten Versuchsaufbau nach *Arcan*, um kombinierte Scher- und Normalspannungen aufzubringen. Die Spannungsverteilung ist homogen in Punkten, die mindestens so weit vom Rand entfernt sind, wie der Probenkörper dick ist. In [SFs01a, Ste02]



**Abbildung 3.7:** Definition der effektiven Probendicke bei der Vorbehandlung mit Klebstoff [Ste02].

werden der E-Modul sowie die Eindringtiefe des verwendeten Klebers in die Probe untersucht und daraus eine effektive Probendicke abgeleitet (siehe Abbildung 3.7). Weiterhin zeigt [Ste02] für Papier, dass die Poissonzahl bei Versuchen in z-Richtung zu vernachlässigen ist. Analoge Untersuchungen (zyklische Zug/Druckversuche in z-Richtung und Scherung) für Wellpappe werden in [Nyg08] durchgeführt.

Generell ist bei der Durchführung von Versuchen darauf zu achten, dass die Dimension der benutzten Probenkörpern in der Form gewählt wird, dass ein sog. *repräsentatives Volumenelement* entsteht [MÖ03]. Konkret heißt das für Papier und Faserformprodukte, dass eine Mindestmenge an Fasern und Faser-Faser-Bindungen in der Probe enthalten sein müssen, damit die gemessenen mechanischen Eigenschaften repräsentativ für den Werkstoff sind. Gerade bei Fasermaterialien ist zudem darauf zu achten, dass die Einspannlänge größer als die maximale Faserlänge ist, da ansonsten ganze Fasern eingespannt werden (siehe dazu Kapitel 2.2.3).

Die zuvor dargelegten Versuche dienen hauptsächlich der mechanischen Klassifikation der Materialeigenschaften, ohne welche die FEM-Simulation der untersuchten Produkte nicht möglich ist. Simuliert werden in der Regel für den Anwendungsfall der jeweiligen Materialien typische Belastungsfälle. Auf Grund der fehlenden Materialmodelle für Faserform erfolgt die Auslegung dieser Produkte wie zuvor bereits beschrieben oft im Trial-und-Error-Verfahren, d.h. ausgehend von einem initial konstruierten Anformwerkzeug und der resultierenden Geometrie werden iterativ Optimierungen auf Basis von genormten Produktprüfungen durchgeführt. In die Bewertung fließen dabei nicht selten auch Erfahrungswerte mit ein.

Eingeordnet in die Terminologie von Verpackungen [DIN06] wird der Werkstoff Faserform als Packstoff bezeichnet, dessen Charakterisierung durch die mechanische Klassifikation erfolgt. Bezogen auf das verpackte Gut und die umhüllende Verpackung dienen Konstruktivpolster aus Faserwerkstoffen im Sinne der Norm [DIN06] als Packhilfsmittel, da sie nicht alleinig für die Umverpackung verantwortlich sind, sondern als Fixierung und Dämpfungsmittel im Kontext Packmittel-Packhilfsmittel-Packgut dienen. Als Beispiel für weitere Packhilfsmittel dienen z.B. Polster aus Polystyrol oder aus Holzwolle. Die Dimensionierung von Verpackungen hängt also ab von den Anforderungen, die das zu verpackende Gut an die Kombination aus Packhilfsmitteln und Packmitteln stellt. Die Norm *DIN 55405 - Verpackung - Terminologie - Begriffe* [DIN06] liefert einen Überblick über die Prüfverfahren zur mechanischen Festigkeit von Verpackungsmaterialien, welche im Folgenden kurz vorgestellt werden.

Von großer Wichtigkeit bei der Prüfung von Materialien aus Faserstoffen wie Faserform oder Papier ist die Einhaltung von konstanten klimatischen Bedingungen, da die Faser-Faser-Bindungen als Wasserstoffbrückenbindungen stark von der im Bauteil vorhandenen Feuchtigkeit abhängen. Die Norm *Verpackung - Versandfertige Packstücke und Ladeeinheiten - Klimatische Vorbehandlung für die Prüfung* [DIN01b] schreibt bei der Prüfung von Verpackungen die Verwendung von 12 Klimastufen (Kombinationen aus Temperatur und rel. Luftfeuchtigkeit) vor und grenzt die davon erlaubten Abweichungen in der Spitze und im Mittel ein. Ebenso werden Anforderungen an die Räumlichkeiten formuliert, in denen die Prüfungen durchgeführt werden. Zur Klimatisierung der Proben müssen diese eine durch die Norm vordefinierte Zeit mit mindestens 75 % ihrer Oberfläche dem Klima ausgesetzt sein. Ändern die Proben im Abstand von mindestens 6 Stunden ihr Gewicht um nicht mehr als 0,5 %, hat sich ein Feuchtegleichgewicht eingestellt.

Die weiteren Prüfverfahren lassen sich in die Bereiche Lagerung sowie Transport einteilen. Während der Lagerung von Verpackungen treten gleichbleibende Lasten meist über längere Zeitspannen hinweg auf, und das Materialverhalten wird in diesem Fall stark von der Belastungsgeschichte bestimmt. Dahingegen treten beim Transport von Packmitteln meist Schwingungen oder abrupte, hohe Beschleunigungen auf.

Als reine lagerungsspezifische Belastungen können die Stapelprüfungen nach den Normen [DIN01a] bzw. [DIN02a] angesehen werden. Letztere beschreibt zwei Verfahren zur Aufbringung der vordefinierten Last. Diese kann entweder über eine verfahrbare Druckplatte oder durch das Stapeln von ausreichend Proben erreicht werden. Das Packgut inklusive der Verpackung selbst dient als Probe, wie auch bei den meisten anderen Verpackungsprüfnormen. Über die Dauer des Versuchs wird bei Bedarf das Verformungsverhalten gemessen. Das Verhalten von Verpackungen unter Transportbedingungen wird in den beiden Normen [DIN02b, DIN02c] ermittelt, indem die Proben zum Teil variablen, sinusförmigen Schwingungen ausgesetzt wer-

den. Während in [DIN02b] Schwingungen auf einem Schwingtisch erzeugt werden, die das verpackte Gut vom Tisch abheben lassen und dieses somit wiederholten Stößen aussetzen, zielt [DIN02c] auf das Verhalten der Probenkörper unter Resonanz ab. Die Festigkeit einer Verpackung unter Crash-Bedingungen wird in [DIN93b] untersucht. Weitere Verfahren zur Prüfung sind die Kompressionsprüfung nach [DIN01a], die Stauchprüfung nach [DIN91], die Analyse der Biegesteifigkeit [DIN14a] und Kantensteifigkeit [DIN13] sowie die Ermittlung der Berstfestigkeit nach [DIN14c]. Ein Zusammenhang zwischen Biege- und Kantensteifigkeit wird in der *McKee*-Formel hergestellt [MGW63].



## Kapitel 4

# Spezifische Problemstellung, Zielsetzung und Vorgehen

### 4.1 Spezifische Problemstellung

Die Analyse des Stands der Technik zeigt, dass eine ganzheitliche Modellierung der Materialeigenschaften von Faserform noch nicht durchgeführt wurde. Im Hinblick auf den momentan noch aufwendigen und teuren Entwicklungsprozess fehlt die Möglichkeit der Modellierung und Simulation zur Anfertigung neuer Geometrien aus Faserform. Gerade die im Bereich der Papierforschung gewonnenen Erkenntnisse über das plastische und viskoelastische Verhalten fließen selten mit in die Überlegungen für Faserform ein, obwohl die beiden Materialien verfahrensbedingt verwandt sind. So ist z.B. die Abhängigkeit des Materialverhaltens von der im Bauteil vorhandenen Feuchtigkeit wegen der zu Grunde liegenden Bindungsprinzipien zu untersuchen und mit in die Modellbildung einzubringen. Im Vergleich zu Papier spielt die Dicke der zu untersuchenden Proben ebenfalls eine Rolle bei der Betrachtung der Materialantwort. Hier ist nicht direkt und eindeutig klar, wie Kennwerte in dieser Richtung bei Zug- und Schubbelastung in geeigneter Form ermittelt werden können. Zudem bringt die höhere Dicke und die damit einhergehende höhere Anzahl an Poren eine starke Kompressibilität mit sich, die bei der Modellbildung berücksichtigt werden muss.

Formkörper aus Faserform dienen hauptsächlich als Packhilfsmittel und sind deswegen Belastungen im Zuge von Transport und Lagerung ausgesetzt. Diese Belastungen sind breit gefächert und reichen von statischen Druckbelastungen (wie z.B. beim Stapeln) bis hin zu Aufprallen mit Geschwindigkeiten von mehreren Metern pro Sekunde. Von Papier und anderen naturfaserbasierten Materialien ist bekannt, dass diese ein stark viskoelastisch-viskoplastisches Materialverhalten besitzen. Bei der Lagerung von Papierfaserprodukten wird dieses zeitabhängige Verhalten des Materials bei konstanter Belastung eine maßgebliche Rolle spielen. Ebenso ist eine Dehnratenabhängigkeit zu erwarten, die das Spannungs-Dehnungsverhalten bei Crash-Bedingungen beeinflussen wird.

Wie bei den meisten anderen Materialien aus Naturfasern ist zudem zu erwarten, dass kein ausgezeichneter Übergang zwischen dem (linear) elastischen und dem plastischen Bereich

erkennbar ist, sondern vielmehr ein glatter Übergang beider Abschnitte ineinander. Die Auswahl einer geeigneten Fließgrenze ist für das Material Faserform noch nicht eindeutig und zufriedenstellend geklärt. Erschwert wird dies durch das zu erwartende Einsetzen einer induzierten Anisotropie unter Verlust der anfänglichen Isotropie in der Anformebene, da sich unter Zug belastete Fasern ausrichten werden.

## **4.2 Zielsetzung und Vorgehen**

Das Ziel der vorliegenden Dissertation ist es, die Konstruktion von beanspruchungsgerechten Verpackungen aus Papierfaserprodukten mit Hilfe einer FEM-Simulation zu ermöglichen. Dadurch kann vermieden werden, dass Produktprüfungen zur Festigkeit am fertigen Produkt durchgeführt werden müssen, und es wird erreicht, dass der teure und aufwendige Entwicklungs- und Herstellungsprozess der Anformwerkzeuge nur noch einmalig stattfinden muss. Ebenso entfällt die Notwendigkeit von speziell auf eine Geometrie angepassten Prüfständen.

Aufgrund der Verwendung des Materials als Verpackungshilfsmittel wird ein Materialmodell angestrebt, mit dessen Hilfe die Bruchspannung vorhergesagt werden kann. Auf die Modellierung von Schädigungsmechanismen bei Belastung in der Anformebene oder die Beschreibung der Rissausbreitung wird nicht eingegangen, da diese für eine Vorhersage des Materialversagens nicht zwingend notwendig sind. Jedoch soll das Schädigungsverhalten in der zur Anformebene senkrechten Richtung höhere Beachtung finden, da dies maßgeblich für die makroskopisch zu beobachtenden Phänomene verantwortlich ist. Der zu erwartende Einfluss der Belastungsvorgeschichte wird ebenfalls untersucht und bei der Modellbildung berücksichtigt. In Abgrenzung zur dynamischen Betrachtung der Crash-Versuche wird auch auf eine systematische, experimentelle Ermittlung des Einflusses der Dehnrates verzichtet.

In einem ersten Schritt wird dazu die physikalische Komposition des zu prüfenden Materials untersucht, um zum einen eine möglichst hohe Homogenität der Proben zu erreichen und zum anderen durch das tiefgründige Verständnis der materialspezifischen Eigenschaften Rückschlüsse bei der Auswertung der im späteren Verlauf durchgeführten Klassifikationsversuche zu ziehen. Zudem wird ein Modellrahmen definiert, in dessen Grenzen das Material Faserform untersucht werden soll. Hierzu zählt neben der Auswahl von Fließgrenze, Verfestigungsgesetz und Versagenskriterium auch die Festlegung der zu betrachtenden Richtungsabhängigkeiten bei der Modellierung. Gleichzeitig erfolgt eine Prüfung der (Nicht-)Anwendbarkeit von bei Papier- und Faserform benutzten Theorien. Auf dieser Basis wird dann entschieden, mit Hilfe welcher Versuche die Untersuchung des Materialverhaltens durchgeführt wird. Die dazu ggf. benötigten Anpassungen der Universalprüfmaschine, wie z.B. die Konstruktion neuer Probenaufnahmen oder Modifikationen der Programmierung, bilden den nächsten Schritt.

Die Ermittlung der Materialkennwerte erfolgt anhand von ebenen Proben mit repräsentativer Dicke, wobei bei deren Erstellung Wert auf eine hohe Reproduzierbarkeit der Ergebnisse gelegt wird. In Abhängigkeit von den Ergebnissen der Klassifikation des Materialverhaltens findet eine Auswahl der anzuwendenden Modelle statt. Nach der Verifikation der Anpassungsgüten der Modelle an die Versuchsergebnisse soll im letzten Schritt eine Validierung bei Versuchskonfigurationen, z.B. anhand einer Probe mit Loch, durchgeführt werden.



## Kapitel 5

### Statistische Grundlagen

Im Rahmen dieser Arbeit werden diverse Hilfsmittel eingesetzt, um aus den aufgenommenen Messwerten statistisch abgesicherte Erkenntnisse abzuleiten. Dabei gilt es zunächst, die im weiteren Verlauf ermittelten Kenngrößen (z.B. der E-Modul bei Zugversuchen in der Anformebene) bezüglich ihrer Allgemeingültigkeit zu prüfen. So entspricht die Nennung des Mittelwertes einer Zielgröße nur dann dem, was intuitiv darunter verstanden wird, sofern die Menge der betrachteten Größen normalverteilt ist und die Standardabweichung im Verhältnis zum Mittelwert gering ist. Das folgende Kapitel stellt die beschriebenen, statistischen Werkzeuge vor und erklärt, welche Interpretationen im Detail abzuleiten sind. Die nun folgenden Standarddefinitionen sind [FKPT12] entnommen.

Bezeichne im weiteren Verlauf  $Y = (Y_1, Y_2, \dots, Y_n)$  eine Menge von  $n$  Beobachtungen (z.B. die in  $n$  Zugversuchen ermittelten  $n$  E-Moduln). Als der Mittelwert  $\bar{Y}$  dieser Beobachtungen im statistischen Sinne gilt das arithmetische Mittel

$$\bar{Y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Y_i . \quad (5.0.1)$$

Die Angabe des Mittelwerts einer mechanischen Kenngröße z.B. zur FE-Simulation macht nur dann Sinn, wenn dieser repräsentativ für die Gesamtmenge der Beobachtungen steht, wenn also die Kenngrößen des überwiegenden Teils der Beobachtungen in der Nähe des Mittelwertes liegen. Für eine reellwertige Zufallsvariable  $X$  mit Riemann-Integrierbarer Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion  $f$  (also eine Abbildung, die jedem möglichen Ergebnis eines Zufallsversuch eine reelle Zahl zuordnet) definiert

$$E(X) = \int_{-\infty}^{\infty} x f(x) dx \quad (5.0.2)$$

den Erwartungswert der Zufallsvariablen. Ist die Menge der möglichen Beobachtungen diskret, d.h. besteht diese aus einer abzählbaren Anzahl von möglichen Beobachtungen  $(x_i)_{i \in I}$  die

jeweils mit Wahrscheinlichkeit  $(p_i)_{i \in I}$  auftreten können, vereinfacht sich Gleichung (5.0.2) zu

$$E(X) = \sum_{i \in I} x_i p_i. \quad (5.0.3)$$

In dieser Form ist die mathematische Ähnlichkeit des theoretischen Erwartungswert der Zufallsvariablen (5.0.3) und dem Mittelwert realer, in einem Experiment gewonnener Daten (5.0.1) zu erkennen. Der Erwartungswert lässt sich jedoch im Gegensatz zum Mittelwert allein auf Basis der Verteilung definieren und berechnen, ganz ohne Kenntnis von praktisch gewonnenen Daten. Der Mittelwert (s. Gleichung (5.0.1)) wiederum ist ein erwartungstreuer Schätzer des Erwartungswertes [FKPT12], d.h. sein Erwartungswert entspricht immer dem Erwartungswert der Zufallsvariablen  $X$ .

Mit Hilfe des Erwartungswerts einer Zufallsvariable lässt sich die Varianz der Zufallsvariablen definieren. Dazu sei  $\mu = E(X)$  der Erwartungswert von  $X$ , dann gilt für die Varianz

$$\text{Var}(X) = E((X - \mu)^2). \quad (5.0.4)$$

Die Varianz ist also ein Maß für die Abweichung der Zufallsvariablen von ihrem Erwartungswert. Die Standardabweichung  $\Sigma$  der Zufallsvariablen  $X$  ist dann als

$$\Sigma = \sqrt{\text{Var}(X)} \quad (5.0.5)$$

definiert. Sie besitzt die gleiche Einheit wie die gemessenen Daten und misst die Streuung der Zufallsvariablen um den Erwartungswert. Bei einer normalverteilten Zufallsvariable legen Erwartungswert  $\mu$  und Varianz  $\Sigma^2$  die gesamte Verteilung fest, da die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion (Gaußsche Glockenfunktion) ausschließlich von  $\mu$  und  $\Sigma$  abhängt. Zudem existiert in diesem Fall ein erwartungstreuer Schätzer für die Standardabweichung der Zufallsvariablen (s. [FKPT12]). Sofern also für die jeweilige Verteilung der Zielgrößen nachgewiesen werden kann, dass diese normalverteilt ist, können sowohl Mittelwert als auch Standardabweichung erwartungstreu geschätzt werden, mit dem Resultat, dass die gesamte Verteilung bekannt ist.

Um zu prüfen, ob eine Menge von Beobachtungen einer Normalverteilung folgt, existiert in der Literatur eine Vielzahl von statistischen Tests und Verfahren. In der Regel bietet sich zunächst immer eine Sichtprüfung mit Hilfe eines Histogramms an. Dabei wird das minimale Intervall, welches alle gemessenen Beobachtungen  $Y_i$  enthält, in eine endliche Zahl von Teilintervallen  $T_j$  zerlegt und dann in jedem Teilintervall  $T_j$  die Anzahl  $n_j$  der darin liegenden Beobachtungen bestimmt. Das Histogramm ist ein Balkendiagramm, welches jedem  $T_j$  das zugehörige  $n_j$  zuordnet. Ist hier bereits der von der Gaußschen Glockenkurve bekannte

Verlauf zu erkennen, ist dies ein Indiz für eine vorliegende Normalverteilung. Zusätzlich zum reinen Balkendiagramm lässt sich per Software die Dichtefunktion der Normalverteilung  $\mathcal{N}(\mu; \Sigma^2)$  mit aus den Beobachtungen geschätztem Mittelwert  $\mu$  und Varianz  $\Sigma^2$  einzeichnen, um den Verlauf der Balken direkt mit dieser vergleichen zu können.

Ein weiteres Hilfsmittel zur Prüfung auf Normalverteilung ist der Normalwahrscheinlichkeitsplot. Hierbei werden die  $n$  Beobachtungen  $Y_i$  zunächst aufsteigend sortiert. Dann wird für jedes  $1 \leq i \leq n$  mit Hilfe der Umkehrfunktion der Verteilungsfunktion der Standardnormalverteilung  $\Phi^{-1}$  das Urbild einer  $n$ -elementigen Ordnungsstatistik  $z_i = \Phi^{-1}\left(\frac{i-0,5}{n}\right)$  berechnet und über den  $Y_i$  aufgetragen. Liegen die so dargestellten Punkte auf einer Geraden, ist dies ein weiteres Indiz für eine Normalverteilung.

Zuletzt erfolgt eine Überprüfung mit Hilfe des Normalverteilungstests nach Shapiro-Wilk [SW65]. Die von [Roy82] erweiterte Variante eignet sich für Stichprobengrößen von 3 bis 5 000 Beobachtungen. Der Test erlaubt die Angabe des gewünschten Signifikanzniveaus  $\alpha$ , welches angibt, mit welcher Wahrscheinlichkeit die vom Test überprüfte Nullhypothese „*Y ist normalverteilt mit unbestimmter Varianz und Mittelwert*“ verworfen wird, obwohl sie wahr ist. Für die zu untersuchenden Versuchsergebnisse kommt, sofern nicht anderweitig angegeben, ein Signifikanzniveau von  $\alpha = 5\%$  zum Einsatz. In [Sei02] wurde gezeigt, dass der Test auch bei kleinen Stichprobenanzahlen eine hohe Teststärke im Vergleich zu anderen Tests besitzt.

Sofern sich Standardabweichung und Mittelwert der Verteilung schätzen bzw. bestimmen lassen, können weitere statistische Kenngrößen berechnet werden, die ebenfalls eine Aussage über die Streuung bzw. die Verteilung selbst zulassen. Der Variationskoeffizient  $c_v = \Sigma/\mu$  ist eine dimensionslose Größe, die die Standardabweichung in Bezug zum Mittelwert setzt. Auf Grund der Dimensionslosigkeit eignet sich dieser gut, das Streuungsverhalten unterschiedlicher Verteilungen miteinander zu vergleichen. Zu beachten ist jedoch, dass die Definition nur für Kenngrößen sinnvoll ist, die einen echt positiven Mittelwert besitzen. Zudem ist der Variationskoeffizient als Quotient aus Standardabweichung und Mittelwert nicht robust gegenüber Ausreißern [HBC<sup>+</sup>15]. Deswegen wird zusätzlich der sogenannte Quartildispersionskoeffizient  $qcod$  betrachtet, der sich aus erstem Quantil Q1, dritten Quantil Q3 und Median Q2 über

$$qcod = \frac{Q3 - Q1}{2 \cdot Q2} \quad (5.0.6)$$

ergibt [Fra04]. Liegt eine Normalverteilung mit bekannter Varianz  $\Sigma^2$  und bekanntem Mittelwert  $\mu$  vor, kann zu einer vorgegebenen Irrtumswahrscheinlichkeit  $\alpha$  das Intervall  $I_\alpha$  bestimmt

werden, in welchem  $(100 - \alpha)$  Prozent der gemessenen Daten liegen. Im beschriebenen Fall (von bekannter Varianz und bekanntem Mittelwert) berechnet sich  $I_\alpha$  über

$$I_\alpha = \left[ \mu - \Phi^{-1}(1 - \alpha/2; 0; 1) \cdot \frac{\Sigma}{\sqrt{n}}; \mu + \Phi^{-1}(1 - \alpha/2; 0; 1) \cdot \frac{\Sigma}{\sqrt{n}} \right]. \quad (5.0.7)$$

In einigen Situation ist es zudem erforderlich, Ausreißer in den Messdaten zu identifizieren. Im Rahmen dieser Arbeit wird dies über eine Sichtprüfung des Normalitätsplots der Residuen durchgeführt. Das Vorgehen, welches unter anderem in [NKNW96] beschrieben ist, wird in Kapitel 7.1.1 bei der Untersuchung der E-Moduln unter uniaxialer Zugbelastung in der Anformebene erstmalig angewandt und dort am Beispiel erklärt.

Neben den Werkzeugen zur Bewertung von Verteilungen besteht die Notwendigkeit, die Anpassungsgüte mathematischer Modelle an gemessenen Beobachtungen zu bewerten. Gilt es, den Verlauf von aufgenommenen Werten durch eine Funktion zu approximieren, lässt sich die Anpassungsgüte der Funktionswerte  $\hat{Y}_i$  an die Messwerte  $Y_i$  durch einen  $R^2$ -Test ermitteln. Mit dem Mittelwert der Messwerte  $\bar{Y}$  gilt

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{Y}_i - \bar{Y})^2}{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2}. \quad (5.0.8)$$

Durch den  $R^2$ -Test wird also die durch das Modell erklärte Streuung in Relation zur Gesamtstreuung gesetzt. Nach [Coh88] gilt ein  $R^2$ -Wert größer als 0,8 als hohe Varianzaufklärung. Um den Effekt zu reduzieren, dass durch die Hinzunahme weiterer, nicht das Modell erklärender Variablen der  $R^2$ -Wert ansteigt, wird in der Literatur oft der angepasste  $R_{\text{adj}}^2$ -Wert betrachtet, bei dem der berechnete  $R^2$ -Wert durch die Anzahl der Beobachtungen sowie der unabhängigen Variablen gewichtet wird.

Zusätzlich zum  $R^2$ -Wert lässt sich die Wurzel aus der mittleren quadratischen Abweichung  $RMSE$  bestimmen. Der  $RMSE$

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2} \quad (5.0.9)$$

besitzt die gleiche Einheit wie die Zielgröße. Aus dem Verhältnis von  $RMSE$  zum Beispiel zum Mittelwert  $\bar{Y}$  lässt ebenfalls eine Aussage über die Güte der Anpassung treffen. Nichtsdestotrotz empfiehlt es sich, zusätzlich immer auch eine Sichtprüfung der durchgeführten Modellanpassung vorzunehmen, um eventuell auftauchende Probleme, die z.B. durch eine große Zahl an Ausreißern entstehen, zu erkennen.

Letztendlich wird eine Betrachtung der Residuen  $e_i = Y_i - \hat{Y}_i$ , also der beobachteten Fehler, durchgeführt. Da diese aus den Modellwerten  $\hat{Y}_i$  berechnet werden, unterscheiden sie sich

vom wahren Fehler  $f_i = Y_i - E(Y_i)$ . Nach [NKNW96] sind die wahren Fehler normalverteilt mit Mittelwert 0 und konstanter Varianz  $\Sigma^2$ . Dieses Verhalten überträgt sich, sofern das Modell die Beobachtungen erklärt, auch auf die Residuen und sollte deswegen mit den zuvor beschriebenen Methoden zur Erkennung von Normalverteilung überprüft werden. Zusätzlich können die Residuen über den zeitlichen Verlauf der Aufnahme der Messdaten aufgetragen werden, um zu erkennen, ob ein Zusammenhang zwischen Zeitpunkt und beobachtetem Fehler existiert. Ist dies der Fall, lässt es z.B. auf ein technisches Problem oder ein Problem im Ablauf bei der Durchführung der Versuche schließen.



# Kapitel 6

## Versuchsauswahl und Voruntersuchungen

Im folgenden Kapitel werden die anhand der durch Vorversuche und Überlegungen im Hinblick auf den Urformvorgang abgeleiteten Modellvorstellungen ausgewählten Versuche dargelegt. In Fällen, wo die exakte Ausprägung eines Versuches nicht offensichtlich ist, wie z.B. beim Scherversuch in der Anformebene, wird die für den vorliegenden Anwendungsfall gewählte Versuchsanordnung deduziert. Zudem sind gerade bei der Untersuchung des Materialverhaltens in z-Richtung umfangreiche Überlegungen notwendig, da hier die Fixierung der Probenkörper auf den Klemmen schwierig ist. Das Kapitel 6.2 widmet sich im Anschluss hauptsächlich der Homogenisierung der für die Versuche zu erstellenden Proben sowie der geometrischen und hygroskopischen Eigenschaften der resultierenden Probenkörper.

Im Hinblick auf die Komplexität der durchzuführenden Versuche und der zu erwartenden Streuung der Proben auf Grund der vielen Einflussparameter beim Anformvorgang wird sich bei der Durchführung der Versuche auf genau eine Probenart aus Primärfasern konzentriert (s. Kapitel 6.2). Die Versuche werden mit einer konstanten Dehnrates in Bezug auf die Ingenieurdehnung von  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$  und unter Normalklima nach [DIN93a] durchgeführt. Konstante Dehnrates meint hier, dass für jede Probengeometrie ausgehend von der jeweiligen Einspannlänge auf Basis der im Vorfeld beschriebenen Dehnrates eine initiale Prüfgeschwindigkeit ermittelt wird. Da sich mit fortschreitender Dehnung die Einspannlängen bzw. die dehnungsrelevanten Geometrieparameter ändern, ist die Dehnrates über alle Versuche nur zu Beginn der Versuche konstant. Eine variable Anpassung der Prüfgeschwindigkeit basierend auf der aktuellen Bezugsgröße der Dehnung wird bei den durchgeführten Versuchen nicht umgesetzt. Dieser Umstand wird im Folgenden bei der Erwähnung einer konstanten Dehnrates implizit angenommen.

Um die Streuung der Proben in jedem Fall genug zu berücksichtigen und quantifizieren zu können, werden bei jedem Versuchstyp mindestens 10 Wiederholungen gefahren. Eine Ausnahme zu den zuvor erwähnten Versuchen mit konstanter Dehnrates bilden die Untersuchungen der Viskoelastizität in Kapitel 7.4, welche das Materialverhalten bei Spannungsrelaxation

bzw. das Kriechverhalten evaluieren. Bei diesen Versuchen kommen Faserformproben aus Sekundärfasern zum Einsatz.

## 6.1 Auswahl der Versuche

Alle durchzuführenden Versuche werden an einer am Fachgebiet Maschinenelemente vorhandenen frei programmierbaren Universalprüfmaschine durchgeführt. Diese besteht aus einer Steuerung (Typ *Bosch Rexroth* CLM01.3-X-0-2-0-FW) sowie einem regelbaren Servomotor (Regler DKC11.1-040-7-FW / Motor MKD071B-061-KG1-KN), der einen auf einer Lineareinheit angebrachten Schlitten verfährt. An diesem Schlitten wird die obere Klemme montiert. Die untere Klemme ist fest auf der Kraftmessdose verschraubt. Die freie Programmierbarkeit ermöglicht es, insbesondere bei Versuchen in z-Richtung, die für die Klebevorgänge und Eindringtiefenbestimmung notwendigen Abläufe zu realisieren (siehe Kapitel 6.1.5). Werksseitig ist eine Beschleunigung des Schlittens von  $6\,000\text{ mm s}^{-2}$  einprogrammiert, die ein Erreichen der Sollgeschwindigkeiten nach maximal 0,2 ms bei den Versuchen mit der längsten Einspannlänge (Zugversuch, Einspannlänge  $l_0 = 100\text{ mm}$ ) garantiert. Der Servomotor erlaubt eine mikrometergenaue Positionierung des am Schlitten montierten Hebelarms.

Im Folgenden werden die zur Bestimmung der Parameter für die Simulation benötigten Versuche vorgestellt. Neben der Auswahl der Versuche anhand von vorhandenen Normen oder Veröffentlichungen bei Papier wird auch auf die sowohl hardware- als auch softwareseitige Realisierung des jeweiligen Versuchs im Bezug auf die zuvor erwähnte Prüfmaschine eingegangen. Die im Kapitel 6.2.1 gewonnenen Erkenntnisse bezüglich der Faserausrichtung vorwegnehmend, weisen die zu untersuchenden Proben ein Materialverhalten auf, das durch die Annahme einer transversalen Isotropie charakterisiert ist. Dies lässt sich aus der Modellvorstellung ableiten, dass durch die flächige Entwässerung der Faservliese beim Anformvorgang keine, etwaig die Faserausrichtung begünstigende, Scherströmungen im Anformkasten auftreten. Das mechanische Verhalten von Faserformproben lässt sich also analog zu Papier aufteilen in Untersuchungen in der Ebene (*in-plane*) sowie Versuche aus der Anformebene heraus (*out-of-plane*), mit dem entscheidenden Unterschied, dass im Gegensatz zu Papier keine zwei Vorzugsrichtungen in der Ebene existieren, sondern nur eine. Dadurch reduziert sich die Anzahl der zu bestimmenden Parameter im Falle der reinen Elastizität von 21 im orthotropen Fall auf 5 im transversal isotropen Fall und somit auch die Anzahl der durchzuführenden Versuchsarten, da in der Anformebene pro Belastungsfall (Normalbelastung in Zug-/Druckrichtung sowie Scherbelastung) nur noch ein Versuchstyp durchzuführen ist. Die Tabelle 6.1 liefert eine Übersicht über die für die Versuche verwendeten Normen. Die dritte Spalte enthält die durch die Norm bzw. Veröffentlichung vorgegebene Mindestanzahl an Versuchen.

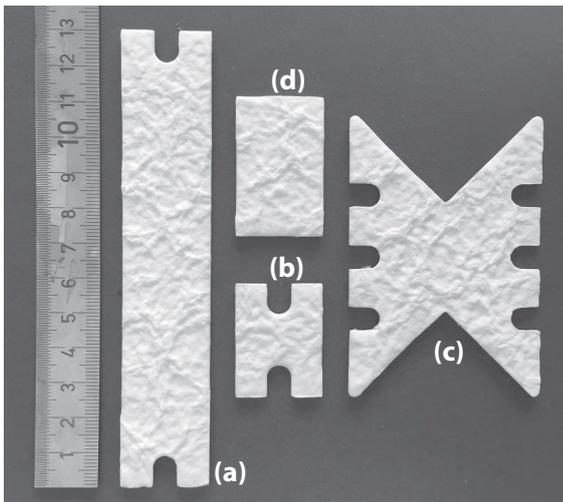
**Tabelle 6.1:** Übersicht der verwendeten Normen.

Versuchsart	Norm / Veröffentlichung	empf. Versuchsanzahl
Zug Anforme Ebene	ISO 1924-3 [DIN09]	10
Druck Anforme Ebene	DIN ISO 9895 [DIN08]	10
Scherung Anforme Ebene	ASTM D7078 [AST12]	6
Zug z-Richtung	ISO 15754:2009 [DIN10]	5
Druck z-Richtung	in Anlehnung an [AHV78]	10
Interlaminiere Scherung	<i>Arcan</i> nach [AHV78]	10

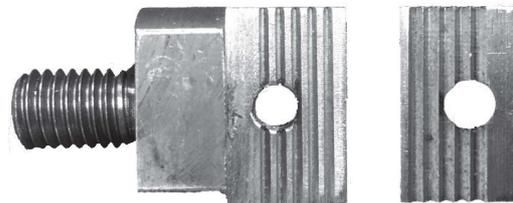
### 6.1.1 Zugversuche in der Anforme Ebene

Die Norm [DIN09] dient der „Bestimmung von Eigenschaften bei zugförmiger Belastung bei Papier und Pappe“. Der dritte Teil der Norm bezieht sich dabei auf „Verfahren mit konstanter Dehngeschwindigkeit ( $100 \text{ mm min}^{-1}$ )“. Abbildung 6.1a zeigt die gewählte Geometrie, die sich im Einklang mit den in der Norm vorgegebenen Dimensionen befindet. Die Probe besitzt eine Gesamtlänge von 130 mm und an beiden Längsenden Aussparungen für die Klemmen, die mit jeweils nur einer Schraube fixiert werden, um einem Verkanten bei der Befestigung vorzubeugen. Die Klemmen (siehe Abbildung 6.1b) greifen die Proben auf einer Länge von jeweils 15 mm, so dass die effektive Einspannlänge 100 mm beträgt, was genau der in der Norm empfohlenen Einspannlänge entspricht. Im Gegensatz zur in der Norm empfohlenen Kontaktlinie, die entsteht, wenn mindestens eine der benutzten Klemmbacken eine zylindrische Geometrie aufweist, wird die Probe auf jeder Seite flächig von beiden Seiten durch die Klemmen fixiert. Dies ist laut Norm erlaubt, solange dadurch keine Beschädigung der Proben während des Versuchs entsteht. Es ist also während des Versuchs darauf zu achten, dass die Orte des Versagens weit genug von den Klemmen entfernt sind (laut Norm müssen Proben verworfen werden, deren Riss bei Versagen näher als 2 mm an der Klemmfläche ist). Die Einklemmkraft der Probe ist über die beiden Schrauben mit Hilfe eines Drehmomentschraubers (Modell *KILEWS* SKD-7800L) einstellbar. Vorversuche am Fachgebiet Maschinenelemente haben gezeigt, dass zur Fixierung von Faserformproben ohne Schlupf ein Drehmoment von 2,5 N m ausreichend ist.

Die Zugproben weisen demnach eine effektive Einspannlänge  $l_0 = 100 \text{ mm}$  auf. Basierend darauf wird unter Benutzung der ebenfalls in [DIN09] angeführten Dehngeschwindigkeit  $v(t) = 100 \text{ mm min}^{-1}$  eine für alle nachfolgend behandelten Versuche benutzte Dehnrage von  $\dot{\epsilon} = v(t)/l = 1 \text{ min}^{-1}$  angestrebt. Diese Dehnrage lässt sich auf die unterschiedlichen Probengeometrien bei den nachfolgenden Versuchen übertragen und gewährleistet die Vergleichbarkeit der Versuche auch im Hinblick auf die im Kapitel 8 durchgeführte FE-Modellierung, da



(a) Geometrie der benutzten Proben: (a) Zugprobe Anforme Ebene (b) Druckprobe Anforme Ebene (c) Scherprobe (d) Arcan-Probe.



(b) Foto einer Zug- bzw. Druckklemme. Zu erkennen ist die zentrale Fixierung mittels einer Schraube, um ein Verkanten zu verhindern, sowie die Rillenstruktur.

**Abbildung 6.1:** Verwendete Klemmen und Probengeometrien.

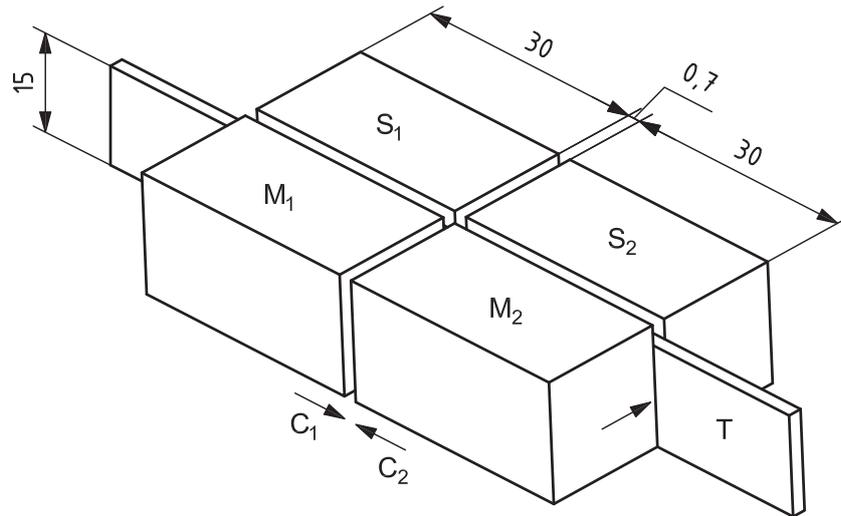
unterschiedliche Dehnraten nach dem Stand der Technik bei faserbasierten Werkstoffen unterschiedliche mechanische Materialantworten provozieren.

### 6.1.1.1 Probe mit Loch

Zur Validierung der Ergebnisse der Finite-Elemente-Simulation werden Zugversuche mit einer Zugprobe durchgeführt, die im Zentrum ein Loch besitzt. Zum Einsatz bei der Auswahl der Probengeometrie kommt hierbei die Prüfnorm [AST11], die ursprünglich für Composites formuliert wurde. Wichtig anzumerken ist, dass die bei den Versuchen ermittelte Bruchspannung basierend auf dem gesamten Querschnitt der Probe zu berechnen ist. Versuche sind nur zu verwerten, sofern das Versagen um das Loch auftritt. Dies sollte in der Regel erfüllt sein, da durch die Einbringung eines Loches in der Mitte der Probe eine Spannungskonzentration in der Lochumgebung unter Zugbelastung verursacht wird. Bei der Erzeugung der Fehlstelle sollte möglichst einheitlich verfahren werden, da Schädigungen an der Probe zu verfälschten Ergebnissen führen.

Die Norm [AST11] stellt im Wesentlichen drei Anforderungen an Geometrie und Lage des Lochs:

1. Das Loch befindet sich exakt in der Mitte der Probe,
2. Der Quotient aus Probenbreite und Lochdurchmesser beträgt 6,
3. Der Quotient aus Lochdurchmesser und Probendicke liegt zwischen 1,5 und 3.



**Abbildung 6.2:** Versuchsaufbau für Druckversuche in der Anformebene nach [DIN08].  $C_1$  bzw.  $C_2$  bezeichnen die Klemmen, die aus den beweglichen Klemmböcken  $M_1$  und  $M_2$  sowie den fixen Klemmböcken  $S_1$  und  $S_2$  bestehen. Die Probe ist mit  $T$  gekennzeichnet.

Die im vorherigen Kapitel vorgestellte Zugprobe besitzt eine Breite von 25 mm, nach Punkt 2 sollte der Lochdurchmesser demnach 4,17 mm betragen. Damit ist automatisch auch die Anforderung an die Probendicke erfüllt, da die benutzten Faserformproben in jedem Fall zwischen 1,39 mm bis 2,78 mm Probendicke besitzen.

### 6.1.2 Druckversuche in der Anformebene

In [DIN08] werden Versuche zur Bestimmung der Materialstärke von Papier und Pappe in Druckrichtung bei kurzer Einspannlänge beschrieben. Dazu wird eine 15 mm breite Probe zwischen zwei Klemmen mit einer Einspannlänge von 0,7 mm fixiert (s. Abbildung 6.2). Dann werden die Klemmen aufeinander zubewegt.

Sowohl die Geometrie der Probe selbst als auch die Einspannlänge werden für die im Rahmen dieser Dissertation durchgeführten Versuche geändert. Im Kontrast zur in der Norm beschriebenen Probenbreite von 15 mm wird wie bei den zuvor angesprochenen Zugversuchen eine Probenbreite von 25 mm gewählt, da so die dort benutzten Klemmen verwendet werden können. Eine Einspannlänge von 0,7 mm erscheint bezogen auf die bei dem verwendeten Zellstoff vorhandenen Faserlängen von bis zu 5 mm (siehe Kapitel 6.2) zu gering, da in diesem Fall gerade bei Versuchen in der Anformebene ein Einklemmen von ganzen Fasern wahrscheinlich scheint. Der Versuch würde dann nicht allein die Materialeigenschaften des Fasernetzwerkes unter Druck widerspiegeln, sondern in Teilen auch beeinflusst von der Druckfestigkeit einzelner Fasern sein. Um diesen Einfluss weitestgehend zu eliminieren, wird

eine Einspannlänge von  $l_0 = 3 \text{ mm}$  gewählt, da dann statistisch über 90 % der Fasern kürzer als die Einspannlänge sind (s. Kapitel 6.2).

Die Einspannlänge von 3 mm entspricht bei einer Dehnrate von  $1 \text{ min}^{-1}$  einer Dehngeschwindigkeit von  $3 \text{ mm min}^{-1}$ . Es werden laut Norm 20 Versuchswiederholungen empfohlen, da wegen der geringen Einspannlänge starke lokale Variationen zu erwarten sind.

### 6.1.3 Scherversuche in der Anformebene

Zur Untersuchung des Schubverhaltens in der Ebene wird in der Literatur eine Vielzahl von Versuchsaufbauten diskutiert. Im Vergleich zu Papier sind für Faserformwerkstoffe jedoch wesentlich größere Dicken und daher auch höhere Biegesteifigkeiten vorhanden. Somit sind die papierzugeordneten Problemstellungen bezüglich der Messung der Schermoduln wie z.B. Wölbung und Bestimmung des Querschnitts nicht zu erwarten. In [Bas11] werden Prüfverfahren zur Untersuchung des Materialverhaltens von Faserverbundwerkstoffen bei intralaminarer Schubbelastung gegenübergestellt. Die vom Autor betrachteten Verfahren sind:

1. Schubrahmen
2.  $\pm 45^\circ$ -Zugprobe
3. Rohrprobe Torsion
4. Rohrprobe Längskraft
5. Off-Axis-Test
6. Iosipescu-Versuch [AST63]
7.  $\pm 45^\circ$ -Druckprobe
8. Rail-Shear-Methode [AST12]

Die exakten Funktionsweisen der einzelnen Prüfmethode können z.B. in [Bas11] nachgelesen werden. Während die Versuchsaufbauten 2, 5 und 7 explizit eine Ausrichtung der Fasern in der Probe erfordern und somit für die angenommene, initiale Isotropie in der Ebene bei Faserformproben nicht anwendbar sind, entfallen die Varianten 3 und 4 verfahrensbedingt wegen der fehlenden Möglichkeit der Herstellung, da eine Entformungsschräge zur Herstellung notwendig ist. Somit fallen die Varianten 1 (Schubrahmen), 6 (Iosipescu-Versuch) sowie 8 (Rail-Shear-Methode) in die engere Auswahl zur Untersuchung der intralaminaren Schereigenschaften. Auf Grund der hohen Kosten des Schubrahmens und des großen Aufwands beim Wechseln der Proben [Bas11] wird in Abwägung der in Tabelle 6.3 dargelegten Eigenschaften gerade im Hinblick auf die vorhandenen Spannungen in den einzelnen Faserschichten

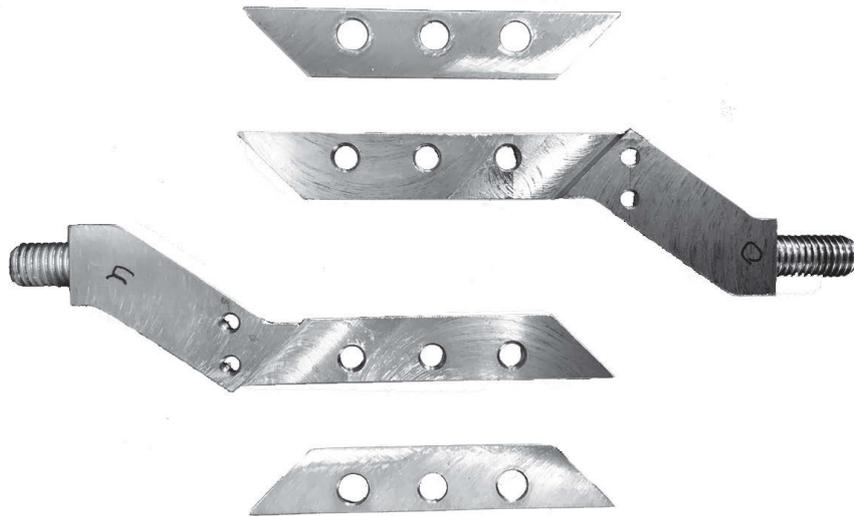
	Schubrahmen	$\pm 45^\circ$ -Zugprobe	Rohrprobe Torsion	Rohrprobe Längskraft	Off-Axis-Test	Iosipescu-Versuch	$\pm 45^\circ$ -Druckprobe	Rail-Shear-Method
Spannungszustand	++	-	++	-	--	o	-	++
Randeffluss	++	--	+	+	--	-	--	-
Einspannungseinfluss	++	++	++	++	-	o	++	o
Homogenität	+	+	+	++	+	-	+	o
Steifigkeitsbestimmung	+	++	++	++	++	+	++	+
Festigkeitsbestimmung	+	-	++	-	-	--	-	-
Faserhalbzeugvariabilität	++	o	+	o	--	++	o	++
Probenkomplexität	o	++	--	--	++	o	++	++
Versuchsaufwand	--	++	+	+	++	+	-	o
Kosten	--	++	-	o	++	o	o	o

Legende: ++ sehr gut, + gut, o neutral, - schlecht, -- sehr schlecht

**Abbildung 6.3:** Übersicht und Bewertung von Schubversuchen übernommen aus [Bas11].

(Kenngröße Spannungszustand) und die Homogenität von sowohl Spannungen als auch Dehnungen die Rail-Shear-Methode nach [AST12] gewählt. Dabei wird darauf geachtet, dass das Verhältnis zwischen der Höhe der Einkerbung und der Breite der Einspannung dem in [AST12] bzw. [AMG<sup>+</sup>07] angegebenen Verhältnis entspricht. Nach [AMG<sup>+</sup>07] besitzen die so hergestellten Proben gegenüber dem Iosipescu-Versuch nach [AST63] bzw. ohne Einkerbung auskommenden *Rail-Shear*-Test nach [AST15] zwei entscheidende Vorteile. Zum einen ist die Gleichmäßigkeit der Scherspannungsverteilung innerhalb des eingeklemmten Probenkörpers verbessert worden, und zum anderen wird durch die Kerbe das Verhältnis der dort auftretenden Scherspannung zu etwaig an den Probenfixierungen auftretenden Scherspannung vergrößert. Abbildung 6.1a zeigt die für die Versuche verwendete Schubprobe, die mit Hilfe der Probenstanze hergestellt wird, in Abbildung 6.4 sind die verwendeten Probenklemmen zu sehen.

Die zuvor beschriebenen Versuchsaufbauten und Probengeometrien dienen allesamt der Klassifikation des Materialverhaltens in der Anformebene. Es konnte dabei im Wesentlichen auf vorhandene Normen Bezug genommen werden, die für Papier bzw. Pappe formuliert wurden. Die Situation bei *out-of-plane*-Versuchen gestaltet sich schwieriger, da für diese Belastungsfälle zwar Normen (wie z.B. [DIN10, T 510]) zur Versuchsdurchführung existieren, diese jedoch zur Fixierung der Proben in der Regel doppelseitiges Klebeband vorschreiben bzw. empfehlen. Auf Grund der hügeligen Struktur der dem Sieb abgewandten Oberfläche ist diese Form der Probenfixierung nicht auf Faserformproben übertragbar, da das Klebeband



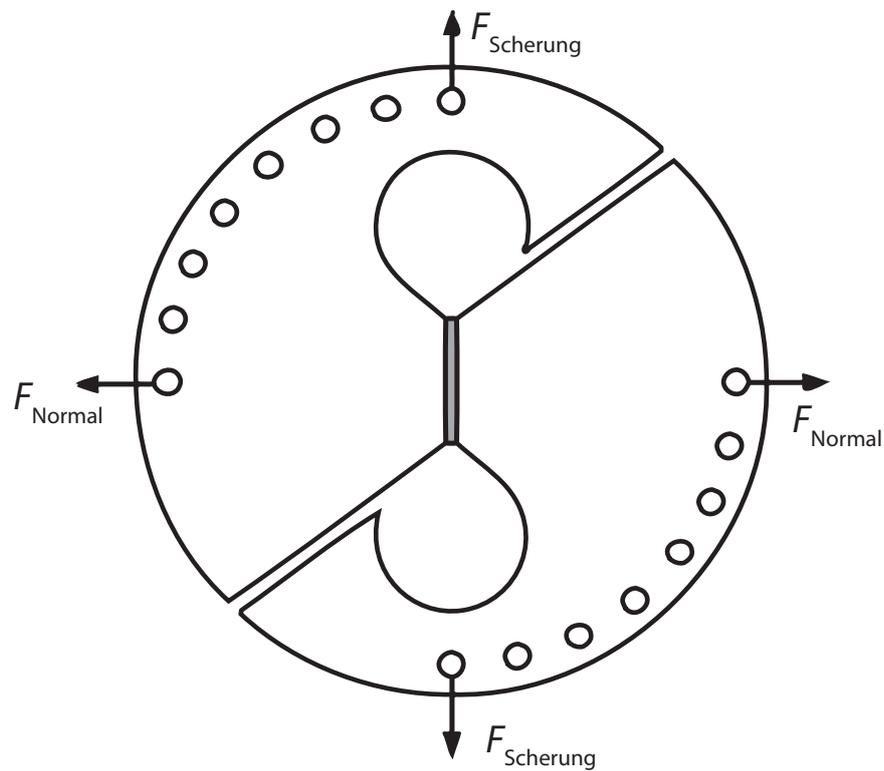
**Abbildung 6.4:** Probenklemme für Scherversuche in der Anformebene.

unter Zug- bzw. insbesondere bei Schubbelastung versagt, wie die durchgeführten Vorversuche im anschließenden Kapitel zeigen.

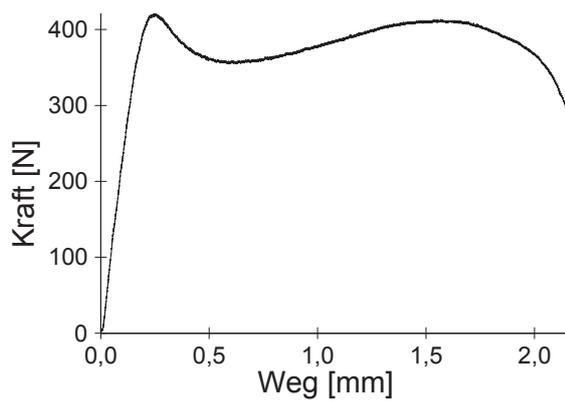
#### 6.1.4 Versuchsaufbau für Versuche in z-Richtung

In einem ersten Schritt wird zunächst die in [AHV78] vorgestellte Probengeometrie am Fachgebiet Maschinenelemente nachkonstruiert und gefertigt (siehe Abbildung 6.5). Durch die symmetrisch zur Winkelhalbierenden zwischen Scher- und Normalenrichtung angeordneten Bohrungen können neben reiner Normalen- und Schubbelastung auch sechs äquidistante Kopplungswinkel zur gekoppelten Ausführung beider Belastungsarten realisiert werden. In der Mitte der Abbildung 6.5 ist in grau die fixierte Probe dargestellt, die eine Breite von 40 mm und eine Tiefe von 25 mm besitzt. Anschließend wird in Vorversuchen begonnen zu prüfen, ob die in den Normen für Papier und Pappe vorgeschlagene Fixierungsmethode mit doppelseitigem Klebeband auf dickere Proben aus Faserform mitsamt der vorliegenden Hügelstruktur übertragbar ist. Dazu wird neben handelsüblichem, doppelseitigem Klebeband (Modell *KIP-342*) auch auf speziell für den Einsatz in der Industrie optimierte Klebebänder der Firma *3M* zurückgegriffen (*3M 5915F*, *3M 5952F*, *3M 410M*) und mit diesen Zugversuche durchgeführt.

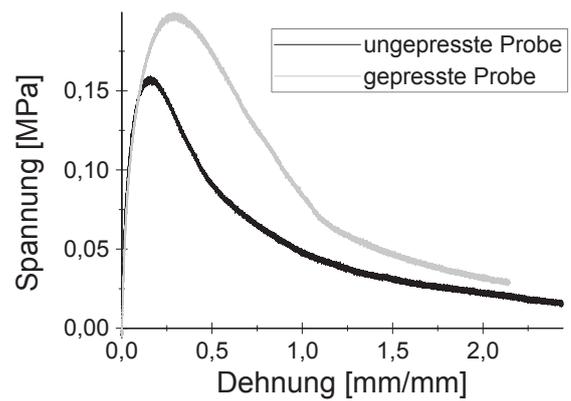
In Abbildung 6.6a ist erkennbar, dass sich das verwendete Klebeband (*KIP-342*) vor Erreichen der Bruchspannung löst. Für diese rein qualitative Aussage genügt die Betrachtung des Weg-Kraft-Zusammenhangs. Durch das Ablösen des Klebebandes verringert sich die Kontaktfläche zwischen Klemmen und Probe, so dass die Bruchspannung zum Ende des Versuchs höher liegen wird als die Spannung, bei der sich das Klebeband gelöst hat.



**Abbildung 6.5:** Schematische Darstellung der am Fachgebiet Maschinenelemente konstruierten Arcan-Klemme nach [AHV78].



(a) Fixierung durch Klebeband *KIP-342*.



(b) Fixierung durch Klebeband *3M 410M*.

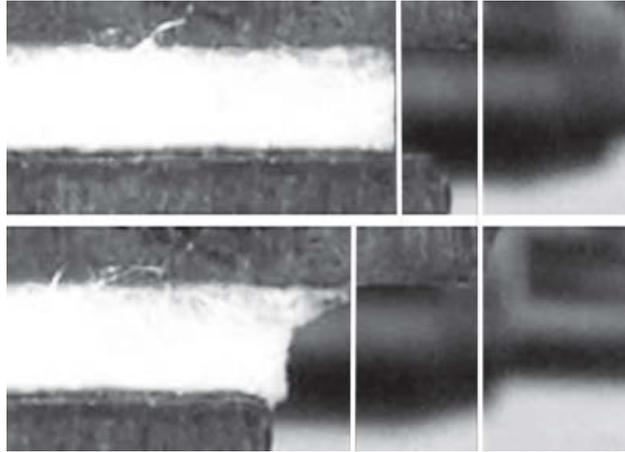
**Abbildung 6.6:** Durchgeführte Zugversuche zur Bewertung des Haftverhaltens diverser Klebebänder in z-Richtung.

Um der unebenen Oberflächenstruktur Rechnung zu tragen werden im nächsten Schritt zunächst zwei dickere Klebebandtypen untersucht (*3M 5915F*, *3M 5952F*), bei denen der Klebstoff auf Acrylat-Basis auf einer schaumartigen Zwischenstruktur sitzt. Dadurch werden Klebebanddicken von 0,4 mm beim Typ *3M 5915F* bzw. 1,1 mm beim Typ *3M 5952F* erreicht. Die schaumartige Konsistenz ermöglicht den Ausgleich von Unebenheiten des zu klebenden Materials, wozu jedoch eine Mindestanpresskraft nötig ist. In der Norm [DIN10] wird diese mit 1,4 MPa angegeben, der Teststandard [SCA98] spricht sogar von 3 MPa. Vorweg genannte Umstände können gleich zwei unerwünschte Einflüsse für die durchzuführenden Versuche mit sich bringen. Zum einen kann nicht ausgeschlossen werden, dass durch die für die Haftung der Klebebänder benötigte Anpresskraft eine Komprimierung der Proben selbst erfolgt. Da nicht abgeschätzt werden kann, inwieweit dies die zu untersuchenden Materialparameter beeinflusst, stellt dieser Umstand bereits ein Ausschlusskriterium für die Verwendung von Klebeband dar. Zudem lässt die schaumartige Konsistenz des doppelseitigen Klebebandes auf einen für die späteren Versuche nicht gewünschten viskosen Einfluss schließen.

Letztendlich wird das vom Teststandard [SCA98] genannte Klebeband *3M 410M* untersucht. Der Spannungs-Dehnungs-Verlauf eines Zugversuchs ist in Abbildung 6.6b zu sehen. Es ist zu erkennen, dass im Gegensatz zum initial geprüften Klebeband *KIP-342* die Fixierung der Probe bis zum Erreichen der Bruchkraft hält. Wie im Abschnitt zuvor beschrieben, wird das Klebeband jedoch auch hier mit einer Presskraft von ca. 1,4 MPa angedrückt.

Trotz der hohen Komprimierung und des daraus resultierenden (zu erwartenden) Einflusses auf die Versuchsergebnisse in Zug- und Scherrichtung wird in einem weiteren Schritt das Klebeverhalten dieses Klebebandes unter Scherbelastung untersucht. Dazu wird in Analogie zu den Zugversuchen zunächst die Faserformprobe in die mit den Klebebändern beklebten oberen und unteren *Arcan*-Klemmen eingelegt und mit einer definierten Anpresskraft von 1,4 MPa verpresst. Im Anschluss daran wird die gesamte Klemme mitsamt fixierter Probe mit zwei Platten aus Flachstahl fixiert und in Scherversuchsrichtung gedreht. Wie in Abbildung 6.7 zu erkennen, versagt die Haftung des Klebebands an der Probe, da die Probe sichtbar vom Klebeband abgleitet.

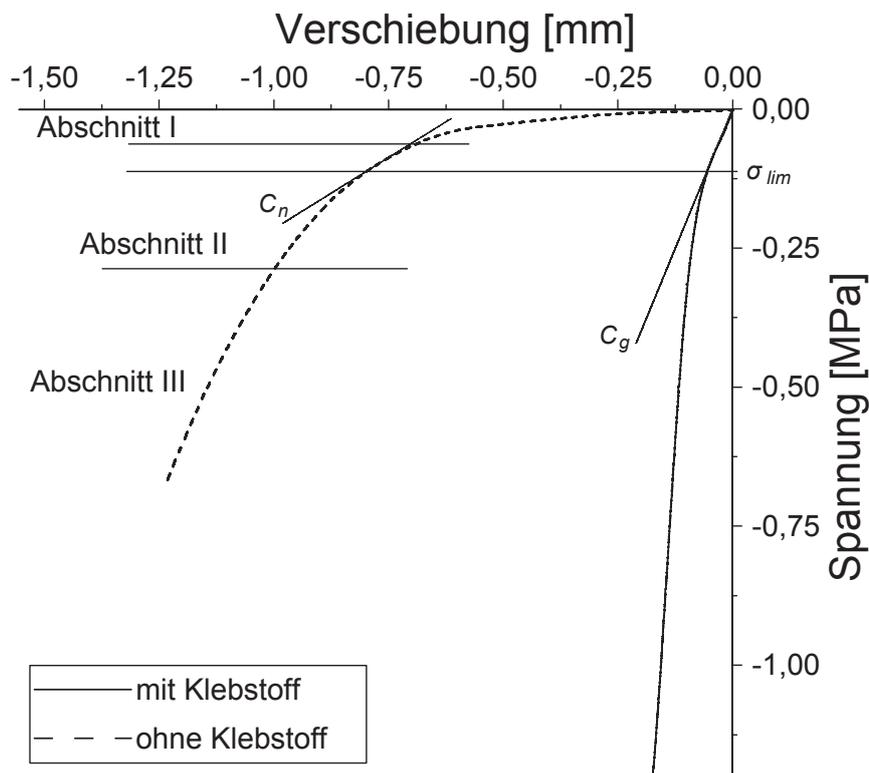
Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die Benutzung von Klebeband für die Fixierung von Faserformproben aus mehreren Gründen nicht sinnvoll erscheint. Das entscheidende Kriterium ist, dass keines der geprüften Klebebänder genug Fixierungspotential besitzt, um alle Belastungsfälle abzudecken. Darüber hinaus erscheint eine weitere Suche nach anderen, eventuell stärkeren Klebebändern nicht zielführend, da selbst in dem Fall, dass dabei gefundene Klebebänder stark genug sind, der Einfluss der für die Klebekraft benötigten Anpresskraft nur schwer quantifizierbar ist. Aus gleichem Grund wird auch das mit hoher Wahrscheinlichkeit vorhandene viskose Materialverhalten der Klebeschicht nicht weiter untersucht.



**Abbildung 6.7:** Durchgeführter interlaminarer Scherversuch / Fixierung durch Klebeband 3M 410M. Es ist ein Abgleiten der Probe vom Klebeband zu erkennen.

In [SFs01a, SFs01b] wird beschrieben, wie bei Papier und Pappe Materialeigenschaften in Dickenrichtung mit Hilfe einer Fixierung durch Klebstoff ermittelt werden. Im Gegensatz zu doppelseitigem Klebeband besitzt ausgehärteter Klebstoff einen im Vergleich zu Fasermaterialien hohen E-Modul, so dass der Klebstoff bei Zug- und Scherversuchen keinen Einfluss auf die Messergebnisse haben wird. Jedoch muss bei der Verwendung von aushärtendem Flüssigkleber sichergestellt werden, dass dieser die Proben nicht vollständig durchdringt. Selbst die partielle Durchdringung beeinflusst die Messergebnisse, da sich dann die effektive Dicke der Probe verringert (siehe Abbildung 3.7). Daher ist es essentiell, dass vor dem eigentlichen Versuch ermittelt wird, wie tief der Klebstoff in die Probe eindringt. Das in [SFs01a] beschriebene, zerstörungsfreie Verfahren wird im Folgenden kurz vorgestellt.

Nach [SG91] verhält sich Papier unter Druckbelastung in  $z$ -Richtung wie ein Feststoff, dessen unebene Oberfläche durch Pyramiden approximiert werden kann. Abbildung 6.8 zeigt exemplarisch das unterschiedliche Materialverhalten unter Druckbeanspruchung in  $z$ -Richtung einer geklebten und einer ungeklebten Probe. Es handelt sich dabei um eine aus Primärfasern hergestellte Zellstoffprobe mit einem Flächengewicht von  $g = 600 \text{ g m}^{-2}$ . Zur Beschleunigung der Klebertrocknung wird die *Arcan*-Klemme per Heißluftpistole auf eine Temperatur von  $80^\circ\text{C}$  gebracht. Der Modellvorstellung von [SG91] folgend lässt sich der Graph der ungeklebten Probe in drei Abschnitte unterteilen. Im ersten Bereich wird unter Druckbelastung die pyramidenähnliche Oberfläche der Faserformprobe komprimiert. Wird die Probe nun weiter zusammengedrückt, wird der Einfluss der Hügelstruktur auf die Materialantwort immer geringer. Das Material zeigt zunächst ein fast lineares Materialverhalten, ähnlich dem elastischen Bereich eines Feststoffes, bevor im letzten Bereich durch die immer stärkere Komprimierung des Materials die Steigung des Spannungs-Verschiebungs-Graphen immer weiter ansteigt. Nach [SFs01a] gehen die Bereiche bei Papier und Pappe fließend ineinander



**Abbildung 6.8:** Druckversuche in Dickenrichtung bei einer ungeklebten und einer bei 80 °C geklebten Faserformprobe zur Illustration des Verfahrens der Eindringtiefenbestimmung nach [SFs01a].

über. Dies ist auch beim vorliegenden Graphen bei Faserform zu sehen. Die geklebte Probe hingegen weist zu Beginn der Belastung ein anderes Materialverhalten auf, was ebenfalls durch Modellvorstellung aus [SG91] erklärt werden kann. Hier ist die hügelige Oberfläche vollständig von Klebstoff umgeben, weshalb die Komprimierung der pyramidenähnlichen Oberfläche entfällt. Der Graph zeigt also direkt ein zunächst linear-elastisches Verhalten und beginnt dann auf Grund des immer höheren Komprimierungsgrades abzuknicken.

Entscheidend für die Bestimmung der Eindringtiefe ist nun die Annahme, dass die E-Moduln von ungeklebten und geklebten Proben (im Rahmen der materialspezifischen Streuung) identisch sind. Unter Einbeziehung der vorangegangenen Überlegungen ist dies bei ungeklebten Proben in Bereich 2 sowie im ersten Bereich bei geklebten Proben gerechtfertigt, da sich beide Proben im jeweiligen Bereich zu Beginn der Komprimierung des als Feststoff anzunehmenden Inneren der Probe annähernd linear verhalten. In Analogie zur Bezeichnung im Graphen 6.8 bezeichnen  $E_g$  und  $E_n$  die E-Moduln der geklebten Probe und der ungeklebten Probe ( $E_g = E_n$ ). Weiterhin sei als  $d_s$  die strukturelle Dicke der ungeklebten Faserformprobe und als  $d_{eff}$  die effektive Dicke der geklebten Probe, also die Differenz aus  $d_s$  und der Eindringtiefe des Klebstoffes, definiert (vgl. dazu auch Abbildung 3.7). Zudem bezeichne  $\omega_n$  bzw.  $\omega_g$  die Nachgiebigkeiten (als Quotient aus Verschiebung und Spannung) der ungeklebten bzw. der

geklebten Probe abgelesen als Tangentensteigungen bei  $\sigma_{\text{lim}}$ . Bei einem Druckversuch mit einer geklebten Probe resultiert der Zusammenhang

$$\omega_g = \omega_n + \omega_{\text{Rest}} = \frac{d_{\text{eff}}}{E_n} + \omega_{\text{Rest}} , \quad (6.1.1)$$

wobei mit  $\omega_{\text{Rest}}$  die Summe der Nachgiebigkeiten von Klebstoff, Klemmen und dem von Klebstoff durchtränkten Teil der Probe außerhalb von  $d_{\text{eff}}$  bezeichnet wird. Die in 6.8 eingezeichneten Steigungen  $C_g$  bzw.  $C_n$  sind dann gerade die Kehrwerte der zugehörigen Nachgiebigkeiten  $\omega_g$  bzw.  $\omega_n$ .

Wegen des allgemein gültigen Zusammenhangs  $E = \sigma/\epsilon = \sigma/\Delta l \cdot l_0$  sowie (6.1.1) ergibt sich

$$\frac{1}{\omega_g - \omega_{\text{Rest}}} \cdot d_{\text{eff}} = E_g = E_n = \frac{1}{\omega_n} \cdot d_s, \quad (6.1.2)$$

und somit nach entsprechender Äquivalenzumformung

$$d_{\text{eff}} = \frac{\omega_g - \omega_{\text{Rest}}}{\omega_n} \cdot d_s = \frac{\omega_g \cdot (1 - \frac{\omega_{\text{Rest}}}{\omega_g})}{\omega_n} \cdot d_s. \quad (6.1.3)$$

Laut Angabe des Datenblatts für den Klebstoff auf Epoxidharz-Basis *3M DP410* besitzt dieser einen E-Modul von 2 GPa. Da dies einem Vielfachen des E-Moduls des untersuchten Faserwerkstoffs ( $\sim 5$  MPa) entspricht, folgt für den Quotienten  $\omega_{\text{Rest}}/\omega_g \approx 0$ . Die Nachgiebigkeit  $\omega_{\text{Rest}}$  kann also vernachlässigt werden, so dass sich in der Summe

$$d_{\text{eff}} = \frac{C_n}{C_g} \cdot d_s \quad (6.1.4)$$

ergibt.

Zusammenfassend bedeutet dies, dass zur Bestimmung der Eindringtiefe von Klebstoff das Spannungs-Verschiebungs-Verhalten der ungeklebten sowie der geklebten Probe ermittelt werden muss. Im Vorfeld ist es dazu erforderlich, die strukturelle Dicke  $d_s$  der ungeklebten Probe zu ermitteln. Aus dem Graphen für die geklebte Probe lässt sich die Grenzspannung  $\sigma_{\text{lim}}$  und die an dieser Stelle vorhandene Steigung  $C_g$  bestimmen. Der Spannungs-Verschiebungs-Graph der ungeklebten Probe ermöglicht das Ablesen der Steigung  $C_n$  ebenfalls auf der Höhe der Grenzspannung  $\sigma_{\text{lim}}$ .

Um zu überprüfen, ob das oben beschriebene Verfahren auch bei Proben aus Faserform korrekte Ergebnisse liefert, wird zunächst die Eindringtiefe bzw. die effektive Dicke des

**Tabelle 6.2:** Ermittelte Parameter zur Eindringtiefenbestimmung.

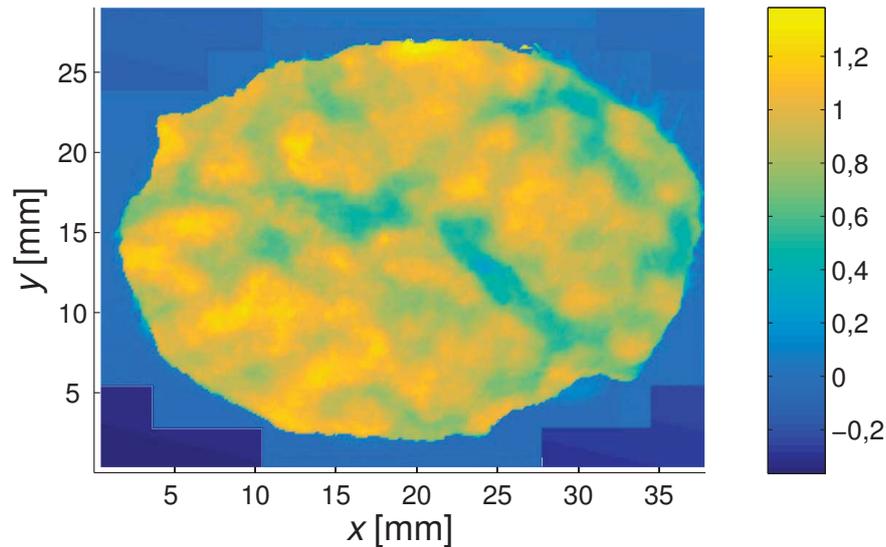
Parametername	Wert
$\sigma_{\text{lim}}$	-0,1 MPa
$C_g$	2 N mm <sup>-1</sup>
$C_n$	0,55 N mm <sup>-1</sup>

Versuchs in Abbildung 6.8 mit Hilfe des beschriebenen Vorgehens bestimmt. Die Tabelle 6.2 zeigt die abgelesenen Werte. Es ergibt sich eine effektive Dicke  $d_{\text{eff}}$  von

$$d_{\text{eff}} = \frac{C_n}{C_g} \cdot d_s = 0,275 \cdot d_s. \quad (6.1.5)$$

Im Anschluss wird das Oberflächenprofil unter einem *ALICONA* InfiniteFocus Formmessgerät am Lehrstuhl für Werkstofftechnologie ermittelt. Dazu werden von jeder Klemme die Fasern in einer Natriumhydroxid-Lösung entfernt (Natriumhydroxid-Lösung eignet sich gut zur Auflösung von Cellulose-Ketten, s. [RR13]). Anschließend werden beide Klemmen bündig in eine Halterung eingespannt, so dass die planen Stahlflächen beider Klemmen in etwa in einer Ebene liegen. Dadurch ändert sich die Orientierung der Klemmen zueinander im Vergleich zur Lage während des Versuchs, was im Zuge der digitalen Weiterverarbeitung wieder korrigiert wird. Als Ergebnis der Mikroskopuntersuchung entsteht jeweils ein Oberflächenprofil pro Klemmfläche, die das Höhenprofil in einem gescannten Bereich von 29,22 mm x 38,11 mm auf 2315 x 3019 Pixel auflöst. Die Weiterverarbeitung geschieht im weiteren Verlauf mit Hilfe der Software *MATLAB* (Release 2011b, The Mathworks, Inc., Natick, Massachusetts, United States), dabei werden die folgenden Schritte durchgeführt:

1. Drehen des Scanergebnisses der oberen Klemme, damit zum Zeitpunkt des Verklebens aufeinander liegende Punkte beider Klemmen auch in *MATLAB* übereinander liegen (durch Umklappen der Zeilen in der Matrix, die die x-y-Koordinaten des Scans enthält).
2. Ausgleichen von Winkelfehlern auf Grund von nicht exakt bündigem Einspannen in die Klemmenhalterung durch Rotation der Ebenen. Dazu werden jeweils durch Sichtprüfung drei Punkte identifiziert, die direkt auf dem metallischen Untergrund der nicht mit Kleber bedeckten Klemme liegen. Der Winkelfehler der durch diese drei Punkte definierten Ebene im Bezug auf die x-y-Ebene wird berechnet, um daraus mit Hilfe einer Rotationsmatrix die Tiefendaten zu korrigieren. Im letzten Schritt wird die jeweilige Ebene in Höhen-Richtung derart verschoben, dass die zuvor ausgewählten drei Punkte auf Niveau 0 liegen. Abbildung 6.9 zeigt eine bereits gedrehte Kleberoberfläche in *MATLAB*.



**Abbildung 6.9:** ALICONA-Scan der Kleboberfläche an der hügeligen Seite der Faserformprobe. Das Höhenprofil ist in der Einheit mm dargestellt.

3. Addieren der Höhenprofile der Klebstoffoberflächen beider Klemmen  $h_1(x, y)$  und  $h_2(x, y)$  resultierend in  $h_{\text{ges}}(x, y)$ .

Die Eindringtiefe in Prozent  $d_{\text{ein}}^{100}$  ergibt sich nun mit der mittleren Probendicke von  $d_s = 2,14$  mm und dem Klemmenabstand nach der Aushärtung des Klebstoffs  $d_{\text{klemme}} = 2,6$  mm (per digitalem Messschieber Modell *FAKKT* 61005 gemessen, Messgenauigkeit 0,01 mm) durch

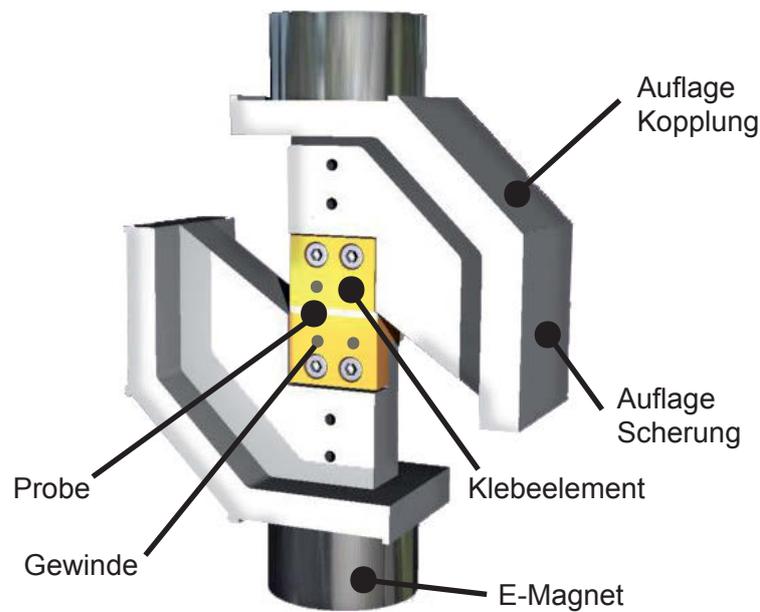
$$d_{\text{ein}}^{100} = \left( \max_{x,y} \{h_{\text{ges}}(x, y)\} + d_s - d_{\text{klemme}} \right) \cdot \frac{100}{d_s} = 68,19 \%. \quad (6.1.6)$$

Dies entspricht mit einer relativen Abweichung von 10 % dem nach dem Verfahren von [SFs01a] ermittelten Wert. Ein Fehler im ALICONA-Verfahren kann entstehen, da die Identifikation der ursprünglichen Klemmflächen im digitalen Bild selbst toleranzbehaftet ist. Daraus resultierend besteht die Möglichkeit, dass die beiden Klemmflächen nach Rotation nicht exakt aufeinander liegen und so bei der Summierung der Klebstoffhöhen Fehler entstehen. Der gemessene Fehler bewegt sich jedoch in einem Bereich, der für die weitere Verwendung im Rahmen dieser Arbeit akzeptabel ist, so dass das Verfahren zur Eindringtiefenbestimmung deshalb bei den folgenden Untersuchungen Anwendung finden soll.

Die Festlegung auf flüssigen Klebstoff auf Epoxidharz-Basis zum Befestigen der Proben in z-Richtung beeinflusst auch die Ausprägung der *Arcan*-Klemmen selbst. Im Wesentlichen besitzt die in Abbildung 6.5 gezeigte, erste Version der am Fachgebiet Maschinenelemente konstruierten Klemmen drei entscheidende Nachteile:

1. Der Klebstoff wird direkt auf den Klemmen aufgetragen. Nach der Aushärtung und erfolgreicher Versuchsdurchführung kann dieser nur mechanisch unter Einwirkung von hohen Temperaturen entfernt werden. Dies stellt einen immensen Zeitaufwand dar.
2. Um die Proben, die prozessbedingt eine leicht variierende Dicke besitzen, gleichmäßig zu kleben, ist eine automatisierte Routine erforderlich. Dazu muss - ähnlich wie bei der Anpressung des Klebebandes - eine definierte, wenn auch vergleichsweise deutlich geringere Anpresskraft flächig auf Probe und Klebstoff wirken, damit sowohl die Probenoberfläche beidseitig, als auch die jeweilige Klemme vollständigen Kontakt mit dem Klebstoff besitzt. Während dies auch mit der ersten Version der *Arcan*-Klemme noch realisierbar ist, bedeutet es dennoch einen zeitlich hohen Aufwand für den Umbau zum Scherversuch. Zudem kann immer nur eine Probe beklebt werden, da der Klebstoff direkt auf dem Klemmenpaar aufgetragen wird.
3. Ebenfalls aus Gründen der variablen Dicke ist eine reine Scherbelastung mit den Klemmen der ersten Version nur genau in dem Fall möglich, wenn die Dicke der Probe inklusive des ausgehärteten Klebstoffs derart dimensioniert ist, dass die beiden Bohrungen zur Fixierung der Klemmen in einer Ebene parallel zur Verfahrachse der Prüfmaschine liegen (siehe Abbildung 6.5).

Zur Behebung dieser Probleme wird ein neues Klemmendesign konzipiert, welches in Abbildung 6.10 zu sehen ist. Die Probe wird hierbei nun nicht mehr direkt auf den Klemmen verklebt, sondern auf austauschbaren Klebeelementen. Auf Grund der zur Fixierung der Klemmen benutzten E-Magnete sollten diese Klebelemente nicht aus einem magnetischen Medium bestehen, da sie sonst bei zu geringem Abstand die Kraftmessungen beeinflussen könnten. Daher wird der am Fachgebiet Maschinenelemente vorhandene 3D-Drucker *Stratasys Ltd. Dimension 1200es* zur Erstellung benutzt. Der E-Modul des verwendeten Modell-Materials *ABSplus-P430* von  $E_{\text{ABS}} = 2,2 \text{ GPa}$  befindet sich in einem Bereich, der die Durchführung des Eindringtiefen-Bestimmungsverfahrens nach [SFs01a] erlaubt, da dieser die selbe Größenordnung besitzt wie der Modul des ausgehärteten Klebstoffs. Die Glasstemperatur des Thermoplasts von  $108 \text{ }^\circ\text{C}$  (Quelle: Datenblatt *ABSplus-P430*) ist zudem dazu geeignet, den zur Beschleunigung der Topfzeit des Klebstoffs benötigten hohen Temperaturen von  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  zu widerstehen. An den in der Abbildung 6.10 mit *Gewinde* gekennzeichneten Stellen werden zusätzlich pro Klebeelement jeweils zwei M6-Gewinde per Hand in zuvor per 3D-Drucker gedruckte Kernlochbohrungen geschnitten, um die beiden Elemente nach dem Klebevorgang mit einem U-Profil derart zu verschrauben, dass keine Relativbewegung der Elemente untereinander mehr möglich ist. Dies erlaubt ein Entfernen der Klebelemente samt Klebstoff und Probe zur Trocknung des Klebstoffs im Ofen bei  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  und den Beginn eines weiteren Klebevorgangs. Den im zweiten Punkt der Nachteile der ersten Version der



**Abbildung 6.10:** Inventor 3D-Modell der verbesserten, zweiten Version der *Arcan*-Klemmen.

*Arcan*-Klemme genannten Aspekt wird durch die Benutzung von E-Magneten (Modell *Tremba* GTO-65.0.5000-24VDC, Haltekraft 2 800 N) zur Fixierung der Klemmen an der Prüfmaschine begegnet. Der Aufbau in Abbildung 6.10 zeigt den Zugversuch, der im Gegensatz zum reinen Scherversuch und zum 45°-Kopplungsversuch nicht von variablen Probendicken im Sinne von Punkt 3 der vorangegangenen Aufzählung betroffen ist, da diesen Unterschiede in der Dicke durch ein Verfahren der Lineareinheit entgegen gewirkt werden kann. Aus diesem Grund besitzt die obere Klemme auch lediglich in diesem Aufbau eine Zentriernut für beide E-Magneten. Im Kontrast dazu ist an den beiden Stellen, die mit *Auflage Scherung* bzw. *Auflage Kopplung* bezeichnet sind, keine Zentriernut vorhanden. Die Variabilität der geklebten Probe kann in diesem Fall durch ein Verschieben der oberen Klemme in der Blattebene ausgeglichen werden, bevor der E-Magnet angeschaltet wird. Eine Verdrehung der Klemmen um die durch die Mittelpunkte der E-Magnete definierte Achse wird über jeweils durch parallel zur Schlittenebene der Lineareinheit laufende Anlageflächen erreicht.

Um die Benutzbarkeit zu erleichtern und gleichzeitig zu verhindern, dass durch ruckartige Bewegungen der Klemmen (auf Grund der Restmagnetkraft, die nach dem Ausschalten der E-Magnete vorhanden ist) die Proben Schaden nehmen, wird in die Mikrocontroller-Steuerung (Modell *Tremba* MST-1630.001) der Magnete eine Entmagnetisierungsroutine programmiert. Dazu wird die Polarität des Magnetfeldes innerhalb einer festen Zeitspanne kontinuierlich und mit steigender Frequenz gewechselt bei gleichzeitig abfallender Amplitude (siehe dazu [JBBSN14]), was in der Modellvorstellung zu einem Durchschütteln der zuvor vom Magnetfeld ausgerichteten Ionen führt. Mit dem Ziel festzustellen, wie dieses sog. *Downcycle Degauss*

**Tabelle 6.3:** Ergebnis des Screenings zur Entmagnetisierung.

Dauer [ms]	Startfrequenz [Hz]	Frequenzbreite [Hz]	Restmagnetkraft [N]
100	512	0	7
100	1	0	6
10 000	512	0	6
10 000	512	512	7
100	1	512	7
10 000	1	512	4
100	512	512	7
10 000	1	0	1

*System* beim vorliegenden Elektromagnet anwendbar ist, wird zunächst in einem Screening-Versuch ermittelt, welche Parameter Einfluss auf die nach dem Entmagnetisierungsvorgang vorhandene Restkraft besitzen. Das Ergebnis dieses Screenings ist in Tabelle 6.3 zusammengefasst. Die im Blick auf das Ziel beste Konfiguration ist in der letzten Zeile der Tabelle zu finden. Hier wird die Polarität innerhalb von 10 s zehnmals gewechselt und gleichzeitig die Amplitude von 100 % auf 0 % reduziert. Auf diese Weise kann die Restmagnetkraft um ca. 86 % reduziert werden.

Die Umgestaltung der *Arcan*-Klemme erlaubt nun also die Durchführung von Zug- und Scherversuchen in  $z$ -Richtung. Zudem wird durch die Magnetauflageflächen im  $45^\circ$ -Winkel auch noch ein Kopplungsversuch aus Normal- und Scherbelastung ermöglicht, der Validierungszwecken im Zuge der Simulation dient (siehe dazu auch das Kapitel 7.3). Das Design der Klemmen ermöglicht es, zunächst im Aufbau für Zugversuche Proben zu kleben und diese anschließend per U-Profil gegen Relativbewegungen der Klemmen untereinander zu sichern. Die Probenträger mit ausgehärtetem Klebstoff und Probe können so zum Beispiel in einem Klimaschrank klimatisiert werden. Erst direkt vor dem Versuch werden die Probenträger an die Klemmen montiert.

Im letzten Schritt wird das Verfahren von [SFs01a] zur Ermittlung der Eindringtiefe des Klebstoffs abgewandelt. Zur Bestimmung der Eindringtiefe nach [SFs01a] bei ungepressten Zellstoffproben mit einem Flächengewicht von  $600 \text{ g m}^{-2}$  wird ein Druckversuch in  $z$ -Richtung der ungeklebten sowie der geklebten Probe benötigt. Außerdem wird die zur Berechnung benötigte Steigung  $C_n$  der ungepressten Probe an der Spannung  $\sigma_{\text{lim}}$  abgelesen, bei der im geklebten Zustand das Materialverhalten beginnt, nicht mehr linear zu sein (vgl. Abbildung 6.8). Diese Spannung ist im Vorfeld, also bevor die Probe geklebt ist, nicht exakt bekannt. Nachdem die Probe geklebt wurde, kann sie aber ebenfalls nicht mehr bestimmt werden, da der Klebprozess selbst irreversibel ist. Eine mögliche Abhilfe wäre es, die Druckversuche der ungeklebten Probe so weit zu fahren, dass in jedem Fall sichergestellt ist, dass der Wert

$\sigma_{\text{lim}}$  erreicht wurde. Das würde aber zwangsläufig eine Kompression der zuvor ungepressten Proben verursachen, welche die interlaminaeren Bindungskräfte erhöht und somit z.B. in einem Anstieg der Bruchkraft resultieren würde (vgl. auch Abbildung 6.6b).

Aus diesem Grund wird das Verfahren derart modifiziert, dass zunächst mit Hilfe von 20 Druckversuchen (gleicher Probentyp, gleiche Dehnrates) in z-Richtung, die ohnehin zur Klassifikation des Materialverhaltens durchgeführt werden, das Nachgiebigkeitsverhalten von ungeklebten Proben untersucht wird. Die detaillierte Auswertung inklusive der Betrachtung der dadurch ggf. entstehenden Fehler findet sich in den Kapiteln 7.2.1 sowie 7.2.2, hier sei vorab das Verfahren skizziert:

1. Die Kraft-Verschiebungs-Diagramme der durchgeführten Druckversuche in Dickenrichtung werden gemittelt. Anstelle der in [SFs01a] angegebenen Betrachtung von Spannungs-Verschiebungs-Diagrammen und den Größen  $\sigma_{\text{lim}}$ ,  $C_n$  und  $C_g$  werden direkt  $F_{\text{lim}} = \sigma_{\text{lim}} \cdot A_0$ ,  $\tilde{C}_n = C_n \cdot A_0$  und  $\tilde{C}_g = C_g \cdot A_0$  mit der konstanten Probenfläche  $A_0 = 1000 \text{ mm}^2$  evaluiert. Dies erspart während der Durchführung des Versuchs die Umrechnung der als Messwert vorhandenen Kraft in eine Spannung. Am Quotienten von  $C_n$  und  $C_g$ , der für die Bestimmung der effektiven Dicke nötig ist, ändert sich dadurch nichts.
2. Durch Polynomapproximation wird eine Abbildung  $F(s)$  erzeugt, die die Verschiebung  $s(t)$  auf die zugehörige Kraft  $F(t)$  abbildet.
3. Vor der Durchführung eines Zug- oder Scherversuchs in z-Richtung wird die geklebte Probe nun mit einer Geschwindigkeit von  $v = 3,75 \mu\text{m s}^{-1}$  in Druckrichtung belastet. Sobald der Kraft-Verschiebungs-Verlauf nicht mehr linear ist (siehe dazu Kapitel 6.1.5), werden der aktuelle Kraftwert  $F_{\text{lim}}$  sowie der Wert  $\tilde{C}_g$  bestimmt.
4. Es wird im monoton fallenden Graphen  $s \mapsto F(s)$  der Wert  $s_0$  gesucht, für den gilt  $F(s_0) \leq F_{\text{lim}}$ .
5.  $\tilde{C}_n$  ergibt sich als Sekantensteigung von  $F(s)$  in einer Umgebung von  $s_0$ .
6. Über den Zusammenhang  $d_{\text{eff}} = \tilde{C}_n / \tilde{C}_g \cdot d_s$  kann die effektive Dicke direkt vor dem Zug-/Scherversuch bzw. dem Kopplungsversuch bestimmt werden und die individuelle Prüfgeschwindigkeit aus der Dehnrates ermittelt werden.

### 6.1.5 Steuerungssoftware in LabVIEW

Basierend auf der in Kapitel 6.1 vorgestellten Hardware der Prüfmaschine wird nun die für Zug- und Druckversuche in der Anformebene bereits bestehende Steuerungssoftware erweitert.

Im aktuellen Stand der in *LabVIEW*<sup>TM</sup> (Version 2013) programmierten Software sind die folgenden Versuchstypen vorhanden:

1. Zugversuch in der Anformebene
2. Druckversuch in der Anformebene
3. Scherversuch in der Anformebene
4. Zugversuch in z-Richtung
5. Druckversuch in z-Richtung
6. Interlaminare Scherversuche
7. Versuche mit beliebig definierbarem Belastungspfad inkl. kraftabhängiger Belastungsumkehr / Spannungsrelaxationsversuche (Schnelles Anfahren und Halten einer konstanten Dehnung)
8. Kriechversuche (Schnelles Anfahren und Halten einer konstanten Spannung)

Jede aufgeführte Versuchsart lässt sich grundsätzlich in einen durchzuführenden Ablauf vor dem Beginn des Verfahrens und der Messwertaufnahme (Versuchsvorbereitung) sowie den Zeitraum, der mit der Messwertaufnahme beginnt und mit dem Speichern der aufgenommenen Messwerte in eine Datei endet (Versuchsdurchführung), einteilen.

Die in der Aufzählung genannten Punkte 1-7 unterscheiden sich in der Phase der Versuchsdurchführung qualitativ nicht voneinander. Dabei sind die ersten sechs genannten Punkte als einelementige Spezialfälle eines beliebigen Belastungspfades anzusehen. Unter einem Belastungspfad ist bei der weggesteuerten Prüfmaschine eine Tabelle mit den Spaltentiteln *Zeit* (Angabe in Sekunden), *Zielposition* (Angabe in Millimetern) und einem booleschen Wert *STOPP abhängig von Kraft* zu verstehen. Letzterer dient der Funktion, während eines Belastungs-Entlastungs-Pfades zu entlasten, bis die auf die Probe wirkende Kraft 0 N entspricht. Ein Spannungsrelaxationsversuch ist über einen Belastungspfad realisierbar, bei dem zwei nachfolgende Zeilen die gleiche Zielposition besitzen. Um die in Punkt 8 der Aufzählung beschriebenen Kriechversuche mit der weggesteuerten Prüfanlage durchzuführen, wird eine PID-Regelung implementiert. Dies gelingt, da die Steuerung der Anlage neben der Angabe von absoluten und relativen Zielpositionen auch in der Lage ist, mit einer variabel einzustellenden Geschwindigkeit zu verfahren. Im Fall eines Kriechversuchs stellt die anzufahrende Spannung / Kraft den für die Regelung benötigten Sollwert dar, der kontinuierlich mit dem über den Kraftsensor (vgl. Kapitel 6.1.6) ermittelten Istwert verglichen wird. Das Regelglied (*LabVIEW*<sup>TM</sup>-Implementierung des PID-Reglers) übernimmt dann in Abhängigkeit davon

die Einstellung der Regelgröße Geschwindigkeit. Die Einstellung der Regelparameter erfolgt empirisch in Abhängigkeit vom gewählten Probenotyp und der Zielspannung.

Große Unterschiede unter den Versuchstypen existieren in der Versuchsvorbereitungsphase. Grundsätzlich ist zunächst für jeden Versuch eine von den verwendeten Klemmen abhängige Initialposition zu definieren, die beschreibt, bei welcher Position der oberen Klemme der Versuch beginnen soll. Zudem kann ggf. eine Einspannposition definiert werden, die derart gewählt wird, dass die Proben einfach in den Klemmen fixiert werden können. Diese beiden Positionen dienen jeweils der Verschiebung des Schlittens der Lineareinheit in z-Richtung und sind deswegen für die Versuche 1-3 sowie 6 statisch, also nur vom Klemmentyp abhängig und unabhängig von der Probe, einzugeben. Anders ist die Situation bei Zug- und Kopplungsversuchen in z-Richtung, da hier die Dicke der Probe (inkl. Klebstoff sowie beider Klebelemente) variabel ist. Zur Reduktion der Fehleranfälligkeit wird deshalb ein Dialog implementiert, der die Eingabe eines per digitalem Messschieber gemessenen Abstands ermöglicht. Aus diesem Wert und der im Vorfeld bekannten Geometrien der Klemmen sowie der gesamten Prüfanlage kann die exakte Initialposition bestimmt werden, bei der die Klebelemente mit der geklebten Probe eingesetzt werden können.

Ebenfalls wie in Kapitel 6.1.4 beschrieben wird für die Durchführung aller Zug-, Scher- und Kopplungsversuche in z-Richtung ein einheitlicher Klebprozess benötigt, der mit Hilfe der *Arcan*-Klemmen direkt an der Prüfmaschine umgesetzt wird. Der gesamte Ablauf inklusive der zur Verkürzung der Aushärtungszeit benötigten Trocknung in einem Ofen wird in Kapitel 7.2.2 beschrieben, hier folgt nun die Vorstellung der Umsetzung in Bezug auf die Prüfmaschine.

Nachdem die von beiden Seiten mit einer definierten Menge Klebstoff (siehe Kapitel 6.2.2) eingestrichenen Klebelemente im Zugaufbau an den *Arcan*-Klemmen fixiert wurden, wird eine Faserformprobe auf das untere Klebelement gelegt. Durch das Starten des Klebprozesses in *LabVIEW*<sup>TM</sup> beginnt die obere Klemme samt Klebelement, in Richtung unterer Klemme zu fahren, bis auf einen Abstand zur Probenoberfläche von ca. 2 mm. Jetzt wird in einem Zeitraum von 3 s das Rauschverhalten der Kraftmessdose bestimmt, das sich nach Abschluss der Zeit als maximale Betragsdifferenz zwischen Mittelwert und allen anderen Messwerten der Kraft ergibt (im Folgenden mit  $\Delta F$  bezeichnet). Der Motor beginnt dann, die obere Klemme mit einer langsamen Geschwindigkeit weiter in Richtung unterer Klemme zu bewegen und stoppt sofort, sobald die aktuell an der Kraftmessdose gemessene Kraft größer als  $\Delta F$  ist. Der Benutzer wird dann über die benötigten weiteren Schritte zur sicheren Probenentnahme informiert.

Letztendlich wird noch eine Methode zur Ermittlung der Eindringtiefe des Klebstoffs bei z-Versuchen benötigt. Damit die ermittelten Werte für  $\tilde{C}_g$  und  $F_{\text{lim}}$  über die Menge aller durchzuführenden Versuche möglichst einheitlich sind, wird dies algorithmisch umgesetzt.

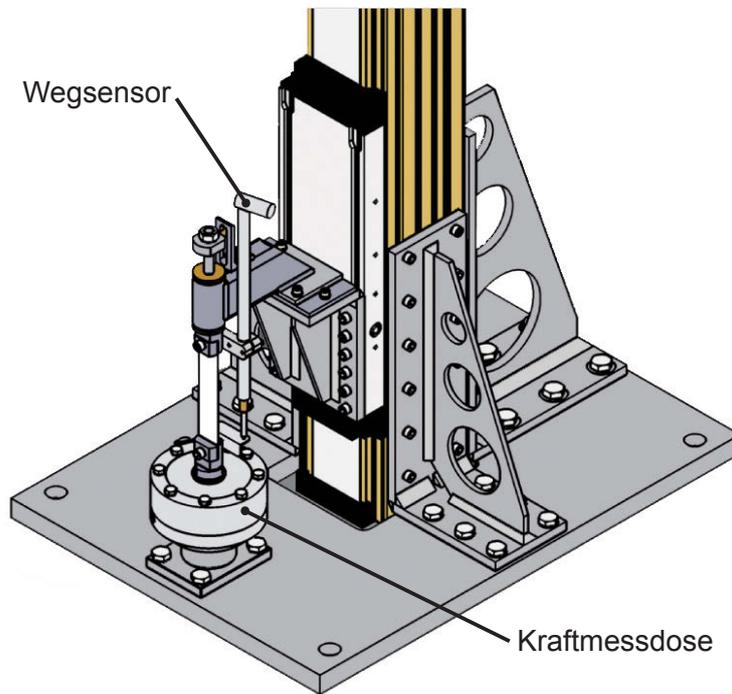
Nachdem die Klebeelemente mit festgeklebter Probe nach dem beschriebenen Verfahren zur Ermittlung der Initialposition eingesetzt worden sind und die der Fixierung dienenden U-Profile entfernt wurden, kann der Prozess der Eindringtiefenbestimmung gestartet werden. Die obere Klemme wird mit der minimalen Geschwindigkeit von  $3,75 \mu\text{m s}^{-1}$  auf die untere Klemme zubewegt. Dabei werden fortwährend sowohl das zuvor genullte Wegsignal  $s(t)$  als auch das Kraftsignal  $F(t)$  betrachtet. Nur durch die Ausführungsgeschwindigkeit des Programms begrenzt werden dann folgende Schritte in jedem Schleifendurchlauf  $i$  wiederholt, bis das Abbruchkriterium erfüllt ist:

1. Durchführen einer linearen Anpassung nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate im Graphen  $s \mapsto F$ . Der mittlere quadratische Fehler der Anpassung (s. Kapitel 5) wird mit  $\mathcal{R}_i$  bezeichnet und gespeichert.
2. Für  $i \geq 2$  wird der Mittelwert  $\mathcal{M}_i$  aller  $i - 1$  bisher ermittelten  $\mathcal{R}_i$  berechnet:  $\mathcal{M}_i = \frac{1}{i-1} \cdot \sum_{j=0}^{i-1} \mathcal{R}_j$ . Die Mittelwertbildung dient dazu, die Robustheit des Algorithmus im Bezug auf Ausreißer zu erhöhen.
3. Die Abweichung des aktuellen Restfehlers der linearen Anpassung  $\mathcal{R}_i$  vom Mittelwert der vorherigen Restfehler  $\mathcal{M}_i$  wird bestimmt:  $\mathcal{A}_i = |\mathcal{R}_i - \mathcal{M}_i|$ . Die Abweichung  $\mathcal{A}_i$  gibt Auskunft darüber, wie stark sich die aktuelle lineare Anpassung im Schritt  $i$  im Vergleich zu den in den  $i - 1$  zuvor durchgeführten Anpassungen verschlechtert hat.
4. STOPP, falls  $\mathcal{A}_i > \zeta_1 \cdot \mathcal{A}_{i-1}$  für ein festzulegendes  $\zeta_1$  ist. Mit  $\zeta_1$  kann demnach definiert werden, welcher Grad der Verschlechterung der Anpassungsgüte erlaubt ist.

Bei den durchgeführten Versuchen hat sich eine Wahl von  $\zeta_1 = 4$  bewährt. Ist die Grenzkraft  $F_{\text{lim}}$  gefunden, erfolgt die Bestimmung des Parameters  $\tilde{C}_g$  über die Berechnung der Sekantensteigung zwischen  $F = 0$  und  $F = F_{\text{lim}}$ . Mit diesen beiden Werten kann nun die in Kapitel 6.1.4 skizzierte, modifizierte Version des Verfahrens nach [SFs01a] zur Errechnung des Wertes  $\tilde{C}_n$  angewandt werden. Die dazu benötigte Abbildung, die den aus Druckversuchen bei ungeklebten Proben ermittelten Weg-Kraft-Zusammenhang beschreibt, wird zu diesem Zweck in *LabVIEW*<sup>TM</sup> implementiert. Somit ist die Berechnung der effektiven Probendicke vollständig, und der nun folgende Zug-, Scher- oder Kopplungsversuch kann mit der adäquaten Prüfgeschwindigkeit durchgeführt werden.

### 6.1.6 Messtechnik zur Ermittlung mechanischer Kennwerte

Während der Durchführung der Versuche, die in den vorherigen Kapiteln beschrieben sind, werden zur Ermittlung der benötigten mechanischen Kennwerte Verschiebungen und Kräfte gemessen. Dies geschieht für die Verschiebungen durch Wegsensoren des Herstellers *HBM* vom Typ WA 20 bzw. WA 2. Dabei handelt es sich um induktive Wegaufnehmer, die nach dem



**Abbildung 6.11:** Illustrative Darstellung von Wegsensor und Kraftmessdose am Beispiel Zugversuch.

LVDT-Prinzip messen und einen Nennmessweg von 20 mm bzw. 2 mm aufweisen. Bezogen auf diesen Wert beträgt die Linearitätsabweichung  $\pm 0,1\%$ . In Abbildung 6.11 ist die prinzipielle Montage des Wegaufnehmers beim Zugversuch zu sehen. Ebenfalls im Bild zu erkennen ist die zur Messung der Kraft benutzte Kraftmessdose vom Typ U10M, die auch vom Hersteller *HBM* stammt. Sie besitzt einen Nennmessbereich von 2 500 N bei einer Genauigkeitsklasse von 0,02. Es können sowohl Zug- als auch Druckkräfte gemessen werden.

Beide Sensoren werden direkt an einen Messverstärker MX410 der Firma *HBM* angeschlossen. Dieser dient gleichzeitig auch der Digitalisierung der Daten. Der Messverstärker verhindert durch einen analogen Tiefpassfilter von 1 MHz vor dem A/D-Wandler die Entstehung von Alias-Effekten. Für die durchzuführenden Versuche wurde eine Abtastrate von 9 600 Hz für Kraft- und Wegsignal sowie ein digitaler Tiefpassfilter zur Glättung des Signals von 1 kHz gewählt. Die Filterung erfolgt auf Hardwareseite direkt im Messverstärker durch einen Bessel-Filter 4. Ordnung. Die Wahl fällt auf einen Bessel-Filter, da dieser im Vergleich zum auch möglichen Butterworth-Filter ein erheblich geringeres Überschwingen bei Sprungantworten aufweist [Ehr92]. Bei einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$  werden so im Falle des Zugversuchs, der auf Grund der größten Einspannlänge aller Versuche von  $l_0 = 100 \text{ mm}$  auch die größte Prüfgeschwindigkeit  $v_{\text{pruef}} = 1,667 \text{ mm s}^{-1}$  besitzt, bei einer angenommenen Bruchdehnung von  $\epsilon^{\sigma_{\text{max}}} = 10\%$  im Laufe des Versuchs knapp 58 000 Messwerte aufgenommen.

Zusätzlich zur integralen Wegmessung wird bei Zug- und Scherversuchen in der Anformebene eine lokale Dehnungsmessung per Bildkorrelation durchgeführt. Hierzu werden die Proben mit Graphitspray vorbehandelt, so dass ein möglichst gleichmäßiges Punktmuster auf der Probenoberfläche entsteht. Eine Kamera (Modell *Nikon 1 J3*) nimmt nun während des Versuchs kontinuierlich die Deformation dieses Punktmusters mit einer Auflösung von 1920 mal 1080 Pixeln und einer Bildrate von 30 Bildern pro Sekunde auf. Die Videos werden durch eine selbstprogrammierte Software zunächst beschnitten (Beschneidung des Bildbereichs, so dass nur der relevante Teil zu sehen ist) und dann in 8 bit-Einzelbilder konvertiert. Danach wird mit der gleichen Software der zeitlich relevante Bereich bildgenau ermittelt und die Einzelbilder extrahiert. Aus diesen wird mit Hilfe der für *MATLAB* verfügbaren, quelloffenen Software *ncorr* das lokale Dehnungs- und Verschiebungsverhalten hergeleitet, mit deren Hilfe z.B. die Querdehnung bzw. die Poissonzahl errechnet werden kann.

### 6.1.7 Computergestützte Auswertung

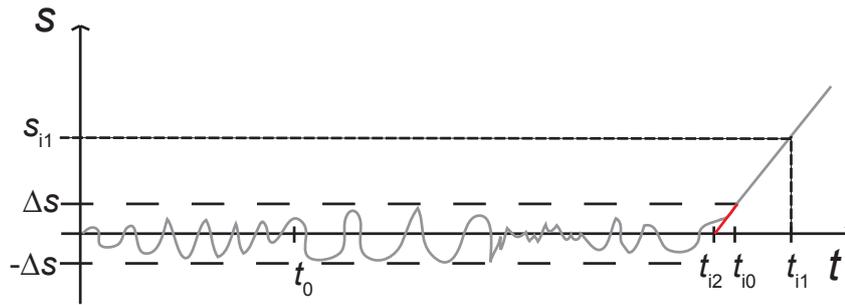
Die Aufnahme und Auswertung der Versuchsdaten erfolgt automatisiert mit Hilfe der Programme *LabVIEW*<sup>TM</sup>, *MATLAB* und *DIAdem*<sup>TM</sup> (Version 2015). Dabei durchlaufen die Daten folgende Schritte, die im Anschluss an die Aufzählung näher erläutert werden:

1. Aufnahme der Messdaten in *LabVIEW*<sup>TM</sup> (s. Kapitel 6.1.5 und 6.1.6). Speicherung der Messdaten (Zeit-, Weg- und Kraftsignal) sowie der für die Auswertung relevanten Probendaten (Probenlänge, Probenbreite, gemittelte Probendicke, Gewicht, Flächengewicht, Einspannlänge bzw. effektive Dicke bei z-Versuchen) und Informationen zum Versuch in einer .csv-Datei.
2. Erstellen aller benötigten Dehnungen (Ingenieurdehnung, log. Dehnung) und Spannungen (Ingenieurspannung, ggf. wahre Spannung) aus den Weg- und Kraftsignalen unter Berücksichtigung der Versuchsart und den Probendaten. Zusätzlich wird die Startzeit (Beginn des Verfahrens des Schlittens) jedes Versuchs algorithmisch ermittelt und der Versuch geschnitten. Das Ergebnis dieser Berechnungen wird zur weiteren Verarbeitung in einer .tdms-Datei (natives Format für *LabVIEW*<sup>TM</sup> und *DIAdem*<sup>TM</sup>) gespeichert.
3. In einem optionalen Schritt besteht die Möglichkeit, die aus der lokalen Dehnungsmessung gewonnenen Daten als zusätzliche Kanäle in die .tdms-Datei zu integrieren. Bei Zugversuchen in der Anformebene handelt es sich dabei um die maximal auftretende Querdehnung zur Berechnung der wahren Spannung. Ebenfalls wird bei Scherversuchen in der Anformebene die optisch aufgenommene Scherdehnung integriert.
4. Extraktion aller benötigten Zielgrößen aus den Kanälen der .tdms-Datei. Nicht-Hystereseversuche werden dabei als Spezialfall von Hystereseversuchen mit nur einem aufstei-

gendem (bzw. abfallendem in Druckrichtung) Ast im Spannungs-Dehnungs-Diagramm aufgefasst. Bei Hystereseversuchen erfolgt zunächst die Zerlegung in aufsteigende / abfallende Äste:

- a) Automatisierte Erkennung von lokalen Maxima und Minima im Zeit-Weg-Verlauf. Zwischen einem Weg-Maximum (Beginn) und einem Weg-Minimum (Ende) liegt ein fallender Ast, analog liegt ein steigender Ast zwischen Minimum und Maximum. Dies gilt in gleicher Weise für Druckversuche, wenn die relevanten Kanäle zuvor negiert werden.
  - b) Bestimmen von elastischem und plastischem Anteil der Dehnungen am Ende jedes aufsteigenden Hysterese-Asts.
5. Für jeden aufsteigenden Ast (also für den ganzen Versuch bei Nicht-Hystereseversuchen) werden die für die Auswertung benötigten Zielgrößen aus der nachfolgenden Menge ermittelt und in einer .csv-Datei zur weiteren Auswertung in *MATLAB* gespeichert (pro aufsteigendem Ast eine Datei):
- Bruchdehnung  $\epsilon^{\sigma_{\max}}$
  - Bruchspannung  $\sigma^{\max}$
  - E-Modul  $E$  / Schubmodul  $G$
  - Fließgrenze Dehnung  $\epsilon^F$  / Spannung  $\sigma^F$
  - Energieaufnahmevermögen  $EAV$
  - $\delta_0$  und  $\delta_c$  zur Modellierung des Delaminationsverhaltens in z-Richtung (s. Kapitel 8.4).
6. Erstellen einer zusätzlichen .tdms-Datei pro aufsteigendem Ast, die Kanaldaten zur graphischen Darstellung der Moduln enthält.
7. Zusätzlich wird pro aufsteigendem Ast eine .tdms-Datei erstellt, die für jede Dehnung Kanaldaten zur Darstellung von elastischem und plastischem Anteil enthält.

Die Identifikation der Versuchsreihen erfolgt über eine eindeutige Bezeichnung. Für jede dieser Bezeichnungen ist in *LabVIEW*<sup>TM</sup> hinterlegt, welche Proben- bzw. Anlagenparameter (z.B. Abstand der *Arcan*-Klemmen bei Druckversuchen in z-Richtung) benötigt werden, um aus Weg- bzw. Kraftsignal die gewünschten Dehnungen bzw. Spannungen zu generieren. Grundsätzlich werden bei uniaxialer Normalbelastung sowohl Ingenieurdehnung als auch die logarithmische Dehnung bestimmt. Die Berechnung der Scherdehnungen erfolgt nach [AMG<sup>+</sup>07, Kel15] anhand der optischen Wegmessung in *ncorr*. Aus den aufgenommenen lokalen Dehnungen kann bei Zugversuchen in der Anformebene zusätzlich zur Ingenieurspannung die wahre Spannung



**Abbildung 6.12:** Schematische Darstellung des Weg-Zeit-Verlaufs  $s(t)$  bei einem Zugversuch.

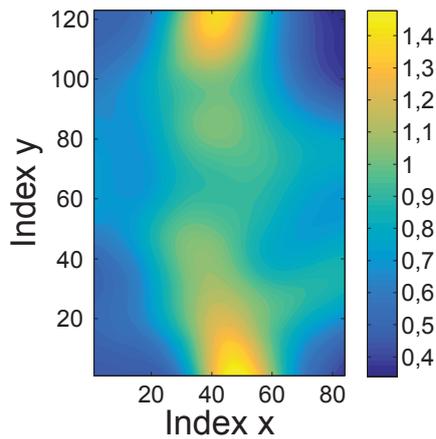
hergeleitet werden. Eine Berechnung wahrer Spannungen bei anderen Belastungsarten erfolgt nicht, da eine optische Vermessung der Querdehnungen bei z-Versuchen wegen der geringen Probendicke und im Vergleich dazu großen Probentiefe nicht möglich ist. Deswegen wird, in Analogie zur Betrachtung bei Papier [Nyg08, Ste02], angenommen, dass für die Poissonzahlen  $\nu_{xz} = \nu_{zx} = \nu_{yz} = \nu_{zy} = 0$  gilt.

Im ersten Schritt werden die aufgenommenen Versuchsdaten derart beschnitten, dass der zeitliche Versuchsbeginn  $t = 0$  s dem Beginn des Verfahrens des Schlittens entspricht. Dies erleichtert im weiteren Verlauf z.B. das Auffinden der Weg-Maxima bzw. Minima bei den Hystereseversuchen, da dort Weg-Zeit-Verläufe betrachtet werden. In Abbildung 6.12 ist schematisch der Beginn eines Zugversuches dargestellt. Mit dem für alle Versuche konstanten Wert  $t_0$  bezeichnet  $[0; t_0]$  die Zeitspanne, in dem noch kein Verfahren stattgefunden hat. Jetzt wird folgender Algorithmus angewandt:

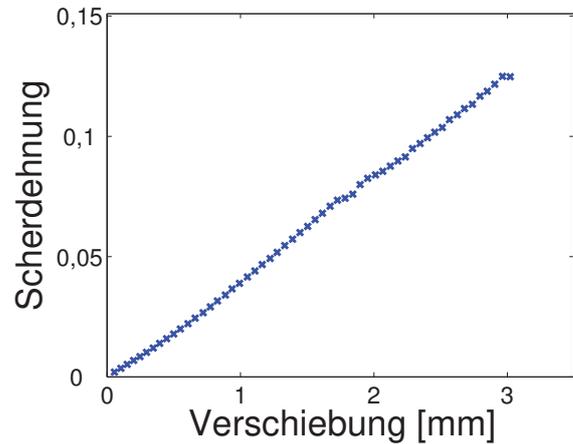
1. In  $[0; t_0]$  wird der Mittelwert  $\mu$  des Wegsignals bestimmt. Zudem wird die maximale Streuung  $\Delta s$  des Wegsignals gemessen. Es gilt  $\Delta s = \max |s(t) - \mu|$  für  $0 \leq t \leq t_0$ . Im Folgenden gelte nun o.B.d.A.  $\mu = 0$  (ansonsten wird  $s(t) - \mu$  betrachtet).
2. In  $|s(t)|$  wird der kleinste Index  $i_0$  gesucht, für den  $|s_{i_0}| = |s(t_{i_0})| > 1,1 \cdot \Delta s$  gilt.
3. In  $|s(t)|$  wird zudem der kleinste Index  $i_1$  gesucht, bei dem  $|s_{i_1}|$  größer ist als die über die Gesamtheit der Versuche gefahrene minimale Zielstrecke.
4. In  $[i_0; i_1]$  erfolgt eine lineare Anpassung von  $t \mapsto s(t)$  der Form  $\tilde{s}(t) = c_1 \cdot t + c_2$  mit den Koeffizienten Steigung  $c_1$  und Offset  $c_2$ .
5. Zuletzt wird die Zeit  $t_{i_2}$  ermittelt, so dass  $\tilde{s}(t_{i_2})$  den minimalen Abstand zu  $\mu$  besitzt.

Der Zeitwert  $t_{i_2}$  markiert den algorithmisch bestimmten Versuchsanfang.

Wie bereits zuvor erwähnt, kommt zur Bestimmung lokaler Dehnungen die frei verfügbare, quelloffene Software *ncorr* zum Einsatz. In [HR14] wird validiert, dass diese Software Ergebnisse liefert, die denen professioneller Lösungen entsprechen. Durch die Vorbehandlung



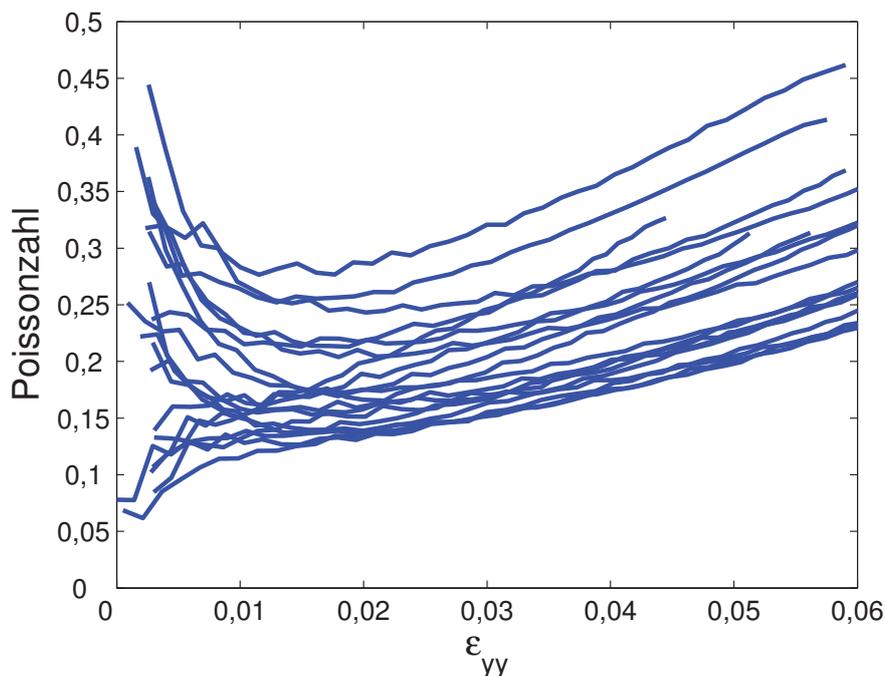
(a) Bestimmung der Scherdehnung mit Hilfe von  $ncorr$  am Beispiel von Probe 10 (die Dehnungen sind in Prozent angegeben).



(b) Verlauf der Ingenieurscherdehnung über die Verschiebung der linken Scherklemme bei Probe 10.

**Abbildung 6.13:** Grundsätzliches Vorgehen zur Ermittlung der Scherdehnung auf Basis der optischen Dehnungsmessung.

der Probenkörper mit Graphitspray entsteht auf der Probenoberfläche ein gleichmäßiges Punktmuster, aus dessen lokalen Verschiebungen von Bild zu Bild die lokalen Dehnungen berechnet werden (für genauere Informationen bzgl. der verwendeten Algorithmen sei auf die Produktwebseite verwiesen).  $ncorr$  berechnet sowohl die Dehnungen nach Green-Lagrange (Ausgangskonfiguration) als auch nach Euler-Almansi (Momentankonfiguration). Die Scherdehnung  $\epsilon_{xy}$  wird in der tensoriellen Notation ausgegeben, es gilt  $\epsilon_{xy} = 1/2 \cdot \gamma_{xy}$  mit der Ingenieurscherdehnung  $\gamma_{xy}$  (s. [Kel15]), die im Folgenden bei der Auswertung der Versuche benutzt wird. Hier bezeichnet die Ingenieurscherdehnung nicht die Vereinfachung einer wahren Dehnung bei kleinen Deformationen im Gegensatz zur Notation bei Normalbelastung. Um nun die Scherdehnung bei den Scherversuchen in der Anformebene zu bestimmen, wird die von  $ncorr$  ermittelte Scherdehnung in einem quadratischen Bereich zwischen den Probenkerben betrachtet. Abbildung 6.13a zeigt das lokal aufgelöste Scherdehnungsfeld bezogen auf die Ausgangskonfiguration während des Versuchs zum Zeitpunkt  $t = 1$  s. In einem Gebiet zwischen den Kerben mit ausreichend Abstand zu diesen stellt sich ein annähernd homogenes Dehnungsverhalten ein. Die Scherdehnung ergibt sich als der Mittelwert aller wahren Scherdehnungen in diesem quadratischen Gebiet. In [AMG<sup>+</sup>07], in dem das benutzte Verfahren zum Testen der mechanischen Eigenschaften unter Scherbelastung (*V-Notched Rail Shear Test*) zum ersten Mal vorgestellt wurde, wird eine Scherdehnungsmessung mit Hilfe von zwei  $\pm 45^\circ$ -angeordneten Dehnungsmessstreifen in eben diesem Gebiet empfohlen. Die Synchronisation der Messwerte Weg und Kraft mit den optisch ermittelten Scherdehnungen erfolgt über die gemeinsame Kenngröße Weg, welche im Fall von Scherversuchen in der Anformebene die Verschiebung der linken Scherklemme darstellt. Abbildung 6.13b zeigt den



**Abbildung 6.14:** Aus den lokalen Dehnungen mit Hilfe von *ncorr* ermittelte Poisson-Zahlen in Abhängigkeit von der Traversendehnung  $\epsilon_{yy}$ .

Verlauf der Ingenieurscherdehnung über die Verschiebung der linken Klemme. Alle durchgeführten Scherversuche zeigen die in der Abbildung zu sehende lineare Abhängigkeit der beiden Größen. Aus diesem Grund kann aus der Wegmessung bei Kenntnis der versuchsspezifischen Geradensteigung die Ingenieurscherdehnung berechnet werden.

Für die Ermittlung der zur FE-Simulation benötigten Poissonzahl in der Anformebene  $\nu_{xy}$  bzw.  $\nu_{yx}$  werden die 30 durchgeführten Zugversuche betrachtet. Dabei werden die rechteckigen Grenzregionen in der Nähe der Zugklemmen explizit aus der Betrachtung ausgenommen. Aus Traversen- und Querdehnung wird die lokale Poissonzahl berechnet und für jede Probe im betrachteten rechteckigen Gebiet gemittelt. Proben, bei denen für die mittlere Poissonzahl zu einem beliebigen Zeitpunkt während des Versuchs  $\bar{\nu} < 0$  bzw.  $\bar{\nu} > 0.5$  gilt, werden als Ausreißer behandelt und nicht weiter in die Berechnung mit einbezogen. Für die übrigen Proben stellt sich der in Abbildung 6.14 zu sehende Verlauf ein. Beschränkt man die Auswertung auf den Bereich der Traversendehnung, in dem das Materialverhalten noch elastisch ist ( $\epsilon \approx 0,5\%$ , s. Kapitel 7.1.1), und berechnet die Poissonzahl  $\nu_{xy}^i$  einer Probe  $P_i$  als den Mittelwert aller dehnungsabhängigen Poissonzahlen  $\nu_{xy}(\epsilon)$  mit  $\epsilon \leq 0,005$ , so ergibt sich eine Gesamtpoissonzahl aller 19 Proben von  $\bar{\nu}_{xy} = \frac{1}{i} \sum_i \nu_{xy}^i = 0,213$  als Mittelwert der nach Shapiro-Wilk normalverteilten  $\nu_{xy}^i$  (Wahrscheinlichkeit  $p_1 = 0,34$  bei Signifikanzniveau  $\alpha = 5\%$ ). Im Rahmen einer Produktvorführung der Firma *GOM* konnte mit einem professionellen Videoextensometer (Modell *ARAMIS 3D HHS*) eine Poissonzahl von  $\nu_{xy}^{\text{GOM}} = 0,196$  ermittelt werden.

Letztendlich wird zur Berechnung der wahren Spannungen bei den Zugversuchen für jeden Versuch die individuelle, maximale Querdehnung in Abhängigkeit von der logarithmischen Dehnung in Zugrichtung bestimmt, um daraus die jeweils aktuelle Querschnittsfläche zur Bestimmung der wahren Spannung abzuleiten. Über die in beiden Messreihen vorhandene logarithmische Dehnung erfolgt die Synchronisation der Datensätze.

Nachdem die Einbettung der optisch ermittelten Messwerte in die Versuchsdaten erfolgt ist, wird mit der Auswertung der relevanten Kenngrößen begonnen. Wie zu Beginn des Kapitels beschrieben, werden die durchgeführten Hystereseversuche dabei zunächst in aufsteigende und fallende Äste geteilt. Im Rahmen dieser Arbeit wird als Hystereseversuch ein Versuch bezeichnet, bei dem eine Probe abwechselnd durch eine fixe Verschiebung belastet und dann kraftabhängig entlastet (bis  $F = 0$ ) wird. Dabei existiert im theoretisch definierten Pfad kein Vorzeichenwechsel der Spannung. Der Zeit-Weg-Verlauf dieser Hystereseversuche ähnelt einem Sägezahnprofil mit monoton ansteigenden Folgen lokaler Maxima und Minima des Weges. Das Auffinden dieser Maxima und Minima geschieht mit Hilfe der *LabVIEW*<sup>TM</sup>-Methode *Spitzenwerterkennung*, welche lokale Extremstellen in einem Signal finden kann, sofern die benötigten Parameter *Schwelle* und *Breite* übermittelt werden. Ein Maximum (Minimum) im Sinne der Methode liegt vor, wenn das Signal zunächst kleiner (größer) als *Schwelle* ist, dann für die Dauer von *Breite* größer (kleiner) als der Schwellwert ist und anschließend wieder unter die Schwelle fällt bzw. über die Schwelle ansteigt. Als kritisch hat sich die Angabe eines universell gültigen Parameters *Breite* herausgestellt, so dass aus diesem Grund folgendes, bei allen durchgeführten Versuchen funktionierendes, Verfahren Anwendung findet:

1. Auf Grund des konkaven Verlaufs der Folge lokaler Maxima (und analog lokaler Minima) des Weg-Zeit-Verlaufs  $s(t)$  und der Nebenbedingung  $s(0) = 0$  wird der sägezahnförmige Graph zunächst über eine Potenzfunktion  $\xi(t) = c_1 t^{c_2} + c_3$  mit  $0 < c_2 < 1$  approximiert. Definiere  $s_0(t) = s(t) - \xi(t)$ .
2. Ermitteln der Indizes  $\iota_j$  der Nullstellen der Funktion  $s_0$ , um die Breite  $I_b$  für die Spitzenwerterkennung zu bestimmen. Die Breite ergibt sich als die Hälfte des minimalen Abstands zweier aufeinanderfolgender Indizes  $\iota_j$ .
3. Bestimmen des Index  $\iota_{\max}$  im Kraftsignal, bei dem die Probe reißt.
4. Durchführen der Spitzenwerterkennung für  $s_0(t)$  (bzw.  $-s_0(t)$  bei Druckversuchen) im Intervall  $[0; \iota_{\max}]$  mit Breite  $I_b$ . Es entsteht eine Folge von Indizes  $\omega_i^{\max}$  der Maxima sowie eine Folge der Indizes der Minima  $\omega_i^{\min}$ .

Durch die Subtraktion  $s_0(t) = s(t) - \xi(t)$  verschieben sich nicht die Indizes der Extremstellen, da in einer Umgebung jeder gefundenen Extremstelle die Steigung der Potenzfunktion kleiner ist als die links- und rechtsseitigen Ableitungen von  $s(t)$  ( $s(t)$  nicht differenzierbar in den

Extremstellen (da dort ein Knick)). Die gefundenen Extrema werden im Anschluss auf Konsistenz überprüft. Das erste gefundene Extremum muss wegen des qualitativ immer gleichen Belastungspfades ein Maximum sein. Mischt man die Index-Folgen  $\omega_i^{\max}$  und  $\omega_i^{\min}$  und ordnet diese dann aufsteigend, müssen Maxima und Minima alternieren. Sofern die Konsistenzprüfung erfolgreich ist, können über die Indizes die jeweiligen aufsteigenden bzw. fallenden Hysterese-Äste aus den Gesamtdaten des Versuchs extrahiert werden.

Die Zerlegung der Hystereseversuche in deren aufsteigende bzw. abfallende Anteile (in Druckrichtung sind die Begriffe alternativ zu verwenden) ermöglicht die Bestimmung des plastischen Anteils der Dehnung  $(\epsilon_{\text{pl}})_i$  in Abhängigkeit von der zuvor angefahrenen Spannung  $(\sigma_{\text{max}})_i$  (und der dementsprechenden Dehnung  $(\epsilon_{\text{max}})_i$ ). Der Index  $i$  bezeichnet analog zur Definition der Folgen  $\omega_i^{\max}$  und  $\omega_i^{\min}$  den  $i$ -ten Anstieg bzw. das  $i$ -te Abfallen, wobei nach jedem  $i$ -ten Anstieg das  $i$ -te Abfallen folgt. Dazu wird bei jedem abfallenden Ast im Spannungs-Dehnungs-Verlauf der Nulldurchgang der Spannung gesucht und die zugehörige Dehnung ermittelt. Als nach der Entlastung zurückbleibende Dehnung entspricht diese der plastischen Dehnung  $(\epsilon_{\text{pl}})_i$  nach einer vorherigen Deformation um  $(\epsilon_{\text{max}})_{i-1}$ .

Nun kann mit der Ermittlung der relevanten Zielgrößen begonnen werden. Die Hauptschwierigkeit liegt hier in der Berechnung der Elastizitäts-/Schermoduln, alle weiteren Zielgrößen ergeben sich entweder aus diesen oder können mit einfachen mathematischen Hilfsfunktionen bestimmt werden. Es wurde ein Algorithmus entwickelt, der die automatisierte Berechnung des Moduls bei allen untersuchten Versuchen (bis auf die qualitativ unterschiedlichen Druckversuche in z-Richtung) ermöglicht. Die nachfolgenden Überlegungen beziehen sich auf einen aufsteigenden Hysterese-Ast, gelten also insbesondere auch für Nicht-Hystereseversuche. Als einzige Parameter werden eine Dehnung (z.B. die logarithmische Dehnung) und eine Spannung benötigt, die jeweils als indizierte Arrays vorliegen:

1. Zunächst wird der Index  $i_0$  des Maximums des Betrages der Spannung bestimmt. Dies gelingt in der Regel durch eine einfache Bestimmung des maximalen Werts. Bei Druckversuchen in der Anformebene kann dieser Ansatz nicht gewählt werden, da dort das betragliche Maximum zu weit im negativen Bereich der Dehnung liegt. Das für den Algorithmus interessante Maximum ist in diesem Fall lokaler Natur und kann z.B. mit der Spitzenwerterkennung ermittelt werden.
2. Bezeichne im Folgenden  $\epsilon(i)$  respektive  $\sigma(i)$  die Dehnung bzw. Spannung im Indexintervall  $[1, \lfloor \zeta_2 \cdot i_0 \rfloor]$  mit  $\zeta_2 = 0,4$  bei Nicht-Hystereseversuchen und  $\zeta_2 = 0,9$  bei Hystereseversuchen.
3. Polynomapproximation von  $\epsilon \mapsto \sigma$  mit aufsteigendem Maximalgrad  $j$  beginnend mit  $j = 1$  solange, bis die Änderung der Wurzel der mittleren quadratischen Abweichung

(*RMSE*) zweier aufeinanderfolgender Approximationen größer als  $-0,0001$  ist. Dieser Wert wurde auf Basis aller ausgewerteten Versuche ermittelt. Er ist negativ, da mit steigendem Polynomgrad die Anpassungsgüte ansteigt und dementsprechend die Wurzel der mittleren quadratischen Abweichung abfällt. Es resultiert die Polynomannpassung  $P(\epsilon)$ .

4. Analytische Bestimmung von  $P'(\epsilon)$ .
5. Bei allen betrachteten Versuchen liegt das Maximum der Ableitung  $P'(\epsilon)$  in 0 bzw., resultierend aus Streuungs- und Anpassungsfehlern, in  $\epsilon(i_1)$  nahe 0.
6. Nun wird der kleinste Index  $i_2 > i_1 \geq 0$  gesucht, für den die prozentuale Abweichung von  $P'(\epsilon(i_2))$  zu  $P'(\epsilon(i_1))$  gerade noch kleiner ist als eine zuvor definierte Grenze  $\Delta = 10\%$  (die Abweichung von  $P'(\epsilon(i_2 + 1))$  ist also größer als diese Grenze).
7. Der Modul ergibt sich als der Mittelwert aller  $P'(\epsilon)$  für  $\epsilon(i_1) \leq \epsilon \leq \epsilon(i_2)$ .

Die Korrektheit dieses Wertes lässt sich zum einen durch den algorithmusbedingt gegen 0 strebenden *RMSE* ableiten, zum anderen erfolgt bei jedem durchgeführten Versuche eine Sichtprüfung anhand von Spannungs-Dehnungs-Diagramm und Modul-Graph. Mit Hilfe dieses Algorithmus lassen sich die Moduln aller durchgeführten Versuche berechnen. Ist der Modul bekannt, wird die Fließgrenze in Analogie zu [Nyg08] für Papier berechnet. Dazu wird mit Hilfe des Moduls der plastische Anteil der Dehnung über die Relation  $\epsilon_{pl} = \epsilon - \epsilon_{el} = \epsilon - \sigma/E$  bestimmt. Laut [Nyg08] liegt die Fließgrenze bei  $\epsilon_{pl} \approx 0,1\%$ . In Kapitel 7.1.1 wird diese Definition der Fließgrenze basierend auf Zug-Hystereseversuchen für Zellstoffproben nach dem Faserformverfahren verifiziert.

Als Ergebnis der Zielgrößenauswertung, die pro Versuchsreihe durchgeführt wird, entsteht für jeden aufsteigenden Hysteresese-Ast eine Tabellendatei (.csv-Datei), die die ermittelten Zielgrößen für jeden Versuch enthält. Da bei den Hystereseversuchen nicht alle Versuche einer Reihe die gleiche Anzahl an Ästen besitzen, enthält die  $i$ -te Tabellendatei die Zielgrößen aller Versuche, die mindestens  $i$  aufsteigende Hysteresese-Äste aufweisen. Bei Nicht-Hystereseversuchen entsteht dementsprechend nur eine Datei. Diese Dateien werden nun in *MATLAB* weiter verarbeitet. Pro aufsteigendem Hysteresese-Ast, also pro generierter Datei, wird jede berechnete Zielgröße (pro Versuch ein Wert) folgender statistischer Auswertung unterzogen:

1. Überprüfen auf Normalverteilung nach Shapiro-Wilk [SW65].
2. Berechnung von Mittelwert, Standardabweichung, Maximum und Minimum
3. Berechnung von Variationskoeffizient, Quartilsdispersionskoeffizient, Konfidenzintervall, Residuen

4. Überprüfen der Residuen auf Normalverteilung nach Shapiro-Wilk

Diese statistischen Kenngrößen dienen der Bewertung der Güte der in den Versuchen ermittelten Materialparameter, welche konkret im Rahmen der Versuchsauswertung erfolgt (s. Kapitel 7).

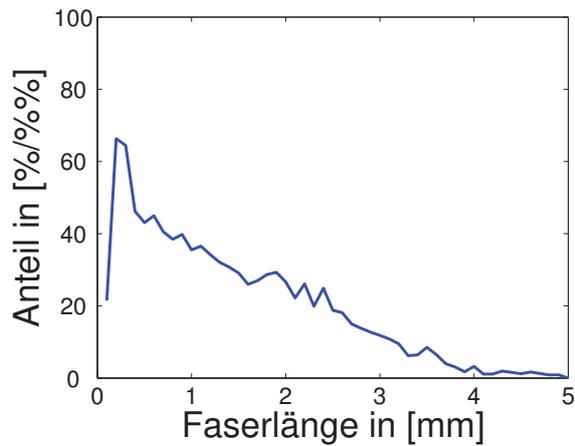
## 6.2 Erstellung der Probenkörper und Materialeigenschaften

Die Zellstofffasern, die zur Erstellung der Proben benutzt werden, wurden im Juni 2012 bei der Firma *Norske-Skog* in Duisburg-Walsum direkt aus dem Papierherstellungs-Prozess entnommen. Es handelt sich dabei um Zellstoff der Firma *Södra* aus Schweden, der zu 60 % bis 70 % aus Fichten-Schnitzeln und zu 30 % bis 40 % aus Kiefer-Schnitzeln im Sulfatverfahren hergestellt wurde. Im Rahmen der Bereitstellung wurde von *Norske-Skog* eine Analyse der Faserparameter durchgeführt, deren Ergebnisse im Hinblick auf die Kennwerte

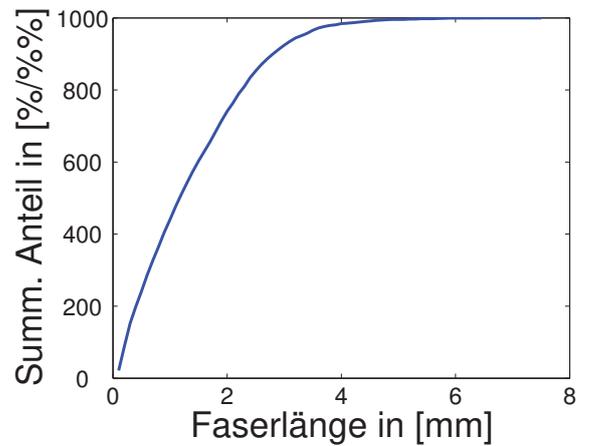
1. Faserlänge
2. Faserdicke
3. Formfaktor
4. virtuelle Fraktionierung

im Folgenden vorgestellt werden, da dadurch ein besseres Verständnis für die im weiteren Verlauf dieses Kapitels durchgeführten Überlegungen ermöglicht wird.

Die Betrachtung einer Gesamtheit von 11 945 Fasern ergibt die in Abbildung 6.15 dargestellte Verteilung. Insbesondere mit der in Abbildung 6.15b dargestellten Aufsummierung kann die bereits in Kapitel 6.1.2 getätigte Aussage bestätigt werden, dass 93 % der Fasern kürzer als 3 mm sind, um damit Skaleneffekt durch korrekte Dimensionierung der Einspannlänge beim Druckversuch zu vermeiden. Die Verteilung der Faserdicke (siehe Abbildung 6.16a) zeigt eine Normalverteilung um den Mittelwert von 30  $\mu\text{m}$ , als absolutes Maximum der Faserdicke bei den untersuchten Fasern kann ein Wert von 70  $\mu\text{m}$  angenommen werden. Anders sieht es beim sogenannten Formfaktor der Fasern aus. Dieser ist definiert als der Quotient aus der maximal möglichen Extensionslänge der Faser und der realen Länge dieser. Dementsprechend bedeutet ein hoher Formfaktor statistisch, dass der Großteil der Fasern gerade ist. Nach [K<sup>+</sup>11] korreliert ein hoher Formfaktor gut mit mechanischen Eigenschaften wie der Dehnungssteifigkeit und der Zugfestigkeit. Im vorliegenden Fall ist der Formfaktor im Mittel zwischen 90 % bis 95 %, es liegt also ein hoher Anteil gerader Fasern vor. Im Hinblick auf die in Kapitel 6.2.1 durchgeführten Untersuchungen sei noch auf die in Abbildung 6.17 dargestellten Ergebnisse der Untersuchungen zur virtuellen Fraktionierung hingewiesen. Virtueller deshalb, weil der ursprünglich in [SCA05] beschriebene Versuch zur Bestimmung

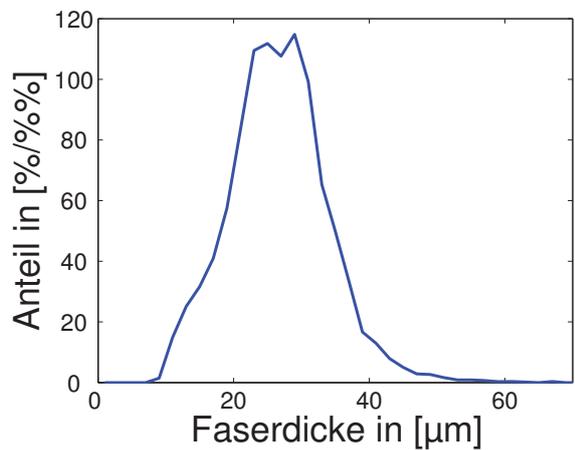


(a) Faserlängenverteilung.

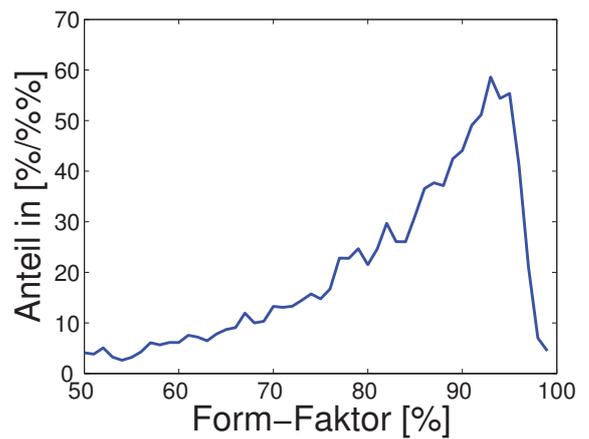


(b) Summierte Anteile bis zur Faserlänge [mm].

**Abbildung 6.15:** Untersuchungen zur Faserlänge.



(a) Faserdickenverteilung.



(b) Formfaktor-Verteilung der Fasern.

**Abbildung 6.16:** Untersuchungen zu Faserdicke und Formfaktor.

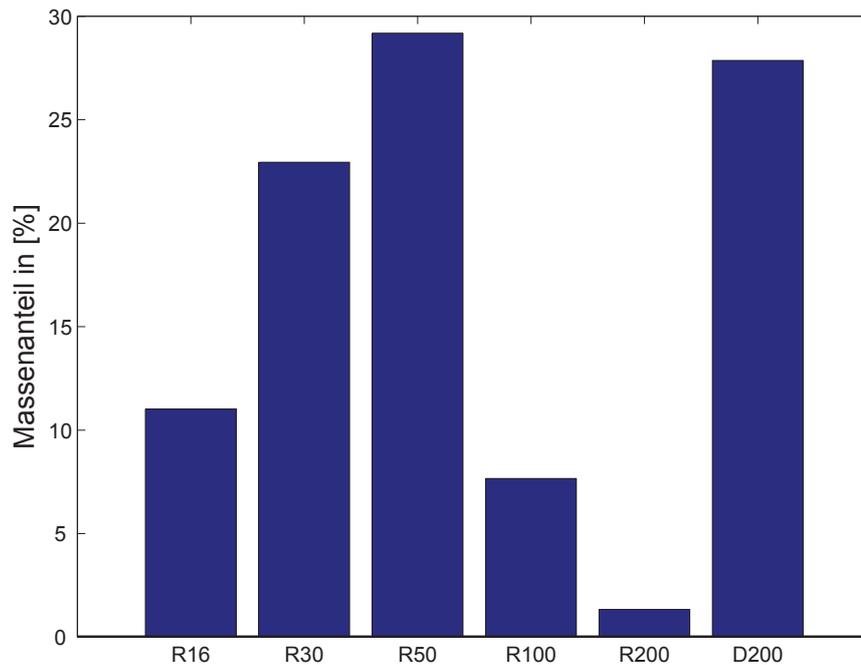


Abbildung 6.17: Virtuelle Fraktionierung nach *McNett*.

der Fraktionierung auf Basis der zuvor ermittelten Fasergeometrie simuliert wird. Eine ausführliche Übersicht über das Verfahren liefern [Rey08, Erb04]. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass hierbei die Fasersuspension eine Kaskade von vertikal angeordneten Sieben mit abnehmenden Maschenweiten durchströmt. Die Zahl hinter dem Buchstaben R (Rückstand) gibt dabei Auskunft (siehe [SCA05]) über Drahtdurchmesser und Maschenweite des Siebes. Die Masse des Rückstands auf jedem Sieb wird gemessen, ebenso die Menge an Fasern, die alle Siebe passiert (D200). Die Abbildung zeigt, dass nach der dritten Filterstufe (R50) ein Großteil der Fasern zurückbleibt und eine Verkleinerung der Maschenweite keinen großen Effekt mehr besitzt, da bei Maschenweitennummer 200 immer noch 30 % der Fasern passieren. Aus diesem Grund wurde das Sieb der Faserformanlage des Fachgebiets Maschinenelemente analog dazu dimensioniert.

Die von *Norske-Skog* zur Verfügung gestellten Fasern wurden nach dem Rücktransport in Fässern (Fasersuspension) zum Fachgebiet mit Hilfe der Faserformanlage des Fachgebiets Maschinenelemente angeformt. Auf diese Art und Weise können die Fasern für die spätere Verwendung konserviert werden. Es entstehen Faservliese mit einer Breite von 210 mm und einer Länge von 475 mm. Die Dicke der Vliese hängt ab von der gewählten Faserkonzentration, bei einem angestrebten Flächengewicht von  $600 \text{ g m}^{-2}$  beträgt diese direkt nach dem Anformen in etwa 3 mm bis 6 mm. In diesem Zustand werden die Vliese eingerollt und in Kunststofftüten verpackt eingefroren. Per Halogenverdunstungswaage (Modell *Mettler Toledo HB43*) wurde ein Feuchtigkeitsgehalt der gefrorenen Faservliese von 70 % bis 80 % bestimmt.

Das Vorgehen zur Erstellung der Proben für die Versuche im Rahmen dieser Arbeit stellt sich nun wie folgt dar:

1. Entnahme gefrorener Faservliese aus der Gefriertruhe.
2. Auftauen in Umgebungsklima für 24 h.
3. Zerhäckseln der aufgetauten Vliese in der eigens dafür am Fachgebiet Maschinenelemente hergestellten Zerkleinerungsanlage, die hauptsächlich aus einer rotierenden Nagelwalze besteht.
4. Trocknung der Schnipsel für die Dauer von 2 h in einem Ofen bei 60 °C.

Nach dem Trocknungsvorgang im Ofen besitzen die Fasern eine Restfeuchtigkeit von 7%. Mit Hilfe der Restfeuchte kann die Masse der reinen, ideal trockenen Fasern berechnet werden, um damit Fasersuspensionen herzustellen, die angeformt Faservliese mit einem gewünschten Flächengewicht ergeben. Bei der Faservlieserstellung wird dann strikt folgendes Schema durchlaufen:

1. Bestimmung der benötigten Rohstoffmenge.
2. Dosierung des benötigten Wassers als Basis für die Suspension mit Hilfe eines digitalen Dosiergeräts (Typ *Bürkert* 8025).
3. Zugabe der Fasern in das Wasser und anschließendes Einweichen für die Dauer von 24 h.
4. Vor Beginn des Anformprozesses wird die Fasersuspension mit Hilfe eines rotierenden Propellers für 1 h zur Homogenisierung durchrührt.
5. Vor jedem Anformvorgang wird der Rührvorgang für 5 s wiederholt.
6. Befüllung des Anformkastens. Das komplette Schlauch- und Pumpenvolumen wird bei gleichzeitiger Rührung ausgetauscht. Die Befüllung stoppt, wenn der im Deckel des Anformbehälters installierte Füllstandsschalter (Typ *Conrad* 19 57 31) schließt.
7. Anformen der Proben mit einem Anformdruck von 2 bar.
8. Trocknung der Proben für eine definierte Dauer in einer aus Lochblechen bestehenden Fixierung, die die durch Eigenspannungen resultierende Verformung der Vliese während des Trocknungsprozesses verhindert.
9. Klimatisieren der Proben für eine festgelegte Dauer in einem Klimaschrank (Modell *Binder* KBF 240).

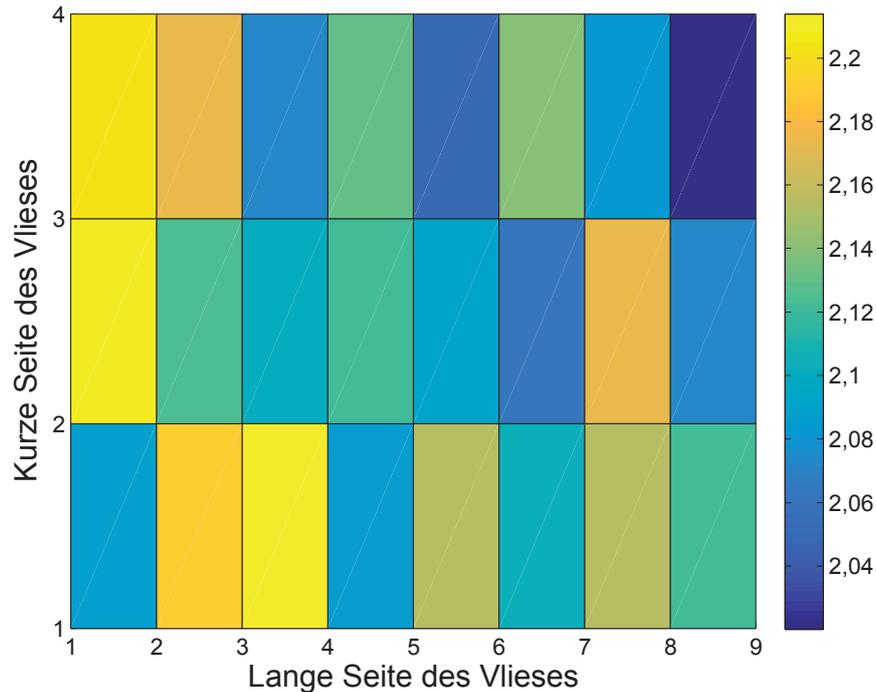
Die Fasern durchlaufen demnach (vom Zeitpunkt der Entnahme in der Papierfabrik) bis zum fertigen, klimatisierten Faservlies 2 Trocknungs-Befeuchtungszyklen (Fasersuspension → Anformen vor dem Einfrieren → Lagerung in der Gefriertruhe → Trocknung im Ofen bei 60 °C → Fasersuspension vor dem Anformen → Anformen zur Probenerstellung → Trocknung) und es ist dadurch mit einer Beeinflussung der mechanischen Kennwerte auf Grund von Verhornung, wie in [Wei00] beschrieben, zu rechnen. Da es jedoch nicht möglich ist, für jeden Anformvorgang frische Fasern direkt aus der Papierproduktion zu benutzen, stellt das skizzierte Vorgehen einen akzeptablen Kompromiss dar.

Alle vorab genannten Punkte zielen darauf ab, die Homogenität der entstehenden Proben zu optimieren, damit die aus mehreren Anformchargen produzierten Proben möglichst ähnliche mechanische Eigenschaften aufweisen. Durch das starke Durchrühren der Suspension werden die Fasern aufgewirbelt, und sie verteilen sich dadurch gleichmäßiger im Faser-Wasser-Gemisch. Ein Absetzen von Fasern auf dem Boden der Suspension wird dadurch ebenfalls verhindert. Durch die Bestimmung des Gewichts und des Feuchtigkeitsgehalts der Fasern vor Herstellung der Pulpe, das Dosiergerät zur Wasserzufuhr sowie den Durchflusssensor im Anformbehälter wird sichergestellt, dass möglichst gleich viel Fasersuspension mit nahezu identischer Konzentration angeformt wird. Sämtliche Parameter, die das Ergebnis eines Anformvorgangs beeinflussen, werden protokolliert und im Anschluss an das Anformen direkt in eine dafür entwickelte Datenbank übertragen. Der Anformvorgang erhält automatisch eine Identifikationsnummer, die auf den angeformten Vliesen vermerkt wird, so dass jedem Anformvlies im weiteren Verlauf eindeutig die bei der Erstellung relevanten Einstellungen zugeordnet werden können.

Zur weiteren Verbesserung der Homogenität der angeformten Proben wird untersucht, ob eine Veränderung des Prozessparameters Blubbern einen positiven Effekt auf die Gleichförmigkeit der Proben besitzt. Blubbern bezeichnet das Einströmen von Druckluft aus einer Druckluftquelle unterhalb des Anformsiebes für eine definierte Dauer von bis zu 5 s. Der Druckausgleich im Anformbehälter während dieses Vorgangs geschieht über eine geöffnete Belüftungsöffnung. Durch die durch die Druckluft entstehenden Verwirbelungen könnten eventuell bis zu diesem Zeitpunkt schon eingesetzte Setzprozesse der Fasern in der Suspension rückgängig gemacht werden, und die Suspension im Behälter wird generell durchmischt. Zusätzlich dazu wird geprüft, ob die Installation eines Prallblechs direkt unterhalb der Einlassöffnung in den Anformbehälter einen Einfluss auf die Homogenität besitzt. Tabelle 6.4 zeigt die durchgeführten Versuchskonfigurationen, wobei bei jeder Konfiguration drei Anformvorgänge mit exakt gleicher Faserkonzentration der Suspension durchgeführt worden sind. Als Maß für die Homogenität der angeformten Faservliese wird die Verteilung der Vliesdicken über die gesamte Fläche betrachtet. Dazu werden aus jedem der 18 Vliese 36 rechteckige Proben gestanzt und vermessen, indem an jeweils 3 zufälligen Stellen mit Hilfe einer Bügelmessschraube (Modell

**Tabelle 6.4:** Versuchskonfiguration zur Verbesserung der Homogenität der Proben.

Konfiguration	Blubbern (max. 2 bar)	Prallblech	Versuchsposition
1	ohne	ja	3
2	ohne	nein	6
3	mittel	ja	2
4	mittel	nein	5
5	voll	ja	1
6	voll	nein	4

**Abbildung 6.18:** Mittlere Dicke der Proben gemittelt über alle drei Anformvorgänge bei Konfiguration 6.

*Mahr* Micromar 40 EWS) die Dicke bestimmt wird. Die Mikrometerschraube besitzt eine nicht drehende Spindel und verhindert durch eine Ratschenfunktion das Aufbringen von zu großen Kräften auf die Probe. Aus den so ermittelten Dicken wird im Anschluss ein Mittelwert bestimmt. Exemplarisch ist in Abbildung 6.18 das Ergebnis bei Konfiguration 6 zu sehen. Tabelle 6.5 zeigt die zusammenfassende Auswertung aller Konfigurationen. Die Konfiguration mit vollem Blubbern und ohne Prallblech erzielt die besten Ergebnisse im Hinblick auf eine gleichmäßige Dickenverteilung bei den angeformten Faservliesen.

Die Herstellung der Proben für die durchzuführenden Versuche wird mit den beschriebenen Parametern und Einstellungen durchgeführt. Alle Proben, sofern nicht explizit anderweitig angegeben, bestehen zu 100 % aus dem vorab genannten Zellstoff aus Primärfasern der Firma *Norske-Skog* und besitzen ein theoretisch berechnetes Flächengewicht von  $600 \text{ g m}^{-2}$ . Nach dem

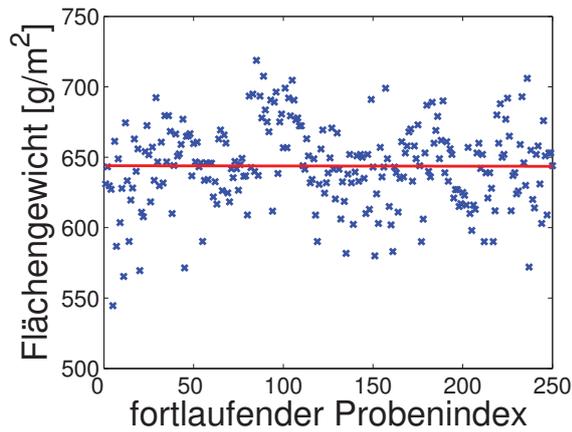
**Tabelle 6.5:** Auswertung der Versuche zur Homogenisierung der Vliesdicke.  $d_{\min}$  bezeichnet das Minimum der gemessenen Dicken, analog dazu  $d_{\max}$  das Maximum.

Konfiguration	$d_{\min}$ [mm]	$d_{\max}$ [mm]	$ d_{\min} - d_{\max} $ in Relation zum Mittelwert [%]
1	2,064	2,5	19,127
2	2,061	2,466	17,889
3	1,935	2,240	14,621
4	2,08	2,338	11,695
5	1,919	2,156	11,624
6	2,02	2,214	9,153

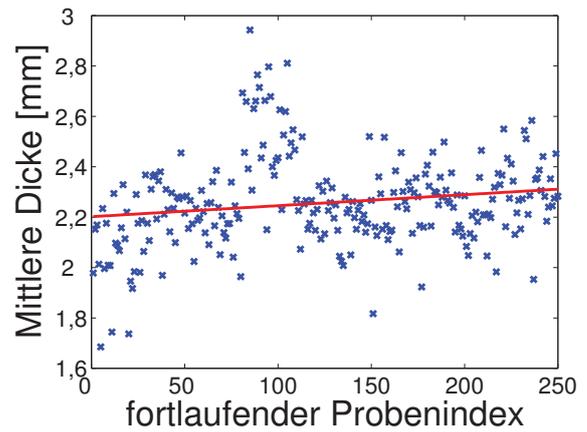
**Tabelle 6.6:** Initial geplante Versuchsreihen.

Versuchsart	Charge	Anz. Proben
Zugversuch in Anformebene	20	30
Induzierte Anisotropie in Anformebene	20	40
Hysterese Zugversuch in der Anformebene	20	10
Druckversuch in Anformebene	20	20
Hysterese Druckversuch in der Anformebene	20	10
Scherversuch in der Anformebene	19	20
Hysterese Scherversuch in der Anformebene	19	10
Zugversuch in z-Richtung	19	20
Hysterese Zugversuch in z-Richtung	19	10
Druckversuch in z-Richtung	19	20
Hysterese Druckversuch in z-Richtung	19	10
Scherversuch in xz-/yz-Ebene	19	20
Hysterese Scherversuch in xz-/yz-Ebene	19	10
Kopplungsversuche	19	20
Summe		250

Anformen werden die Vliese nur noch getrocknet und klimatisiert, der optionale Prozessschritt des Pressens entfällt. Der Zuschnitt der unterschiedlichen Probengeometrien (siehe Kapitel 6.1) erfolgt mit einer Handstanze (Modell *NAEF B/36*), die den Einsatz von austauschbaren Stanzmessern ermöglicht. Dadurch wird zum einen die Gleichheit der Probengeometrien gewährleistet, zum anderen ermöglicht erst die Stanze die Erstellung komplexer Geometrien wie beispielsweise bei der Scherprobe für Scherversuche in der Anformebene. In einem ersten Schritt werden alle Proben für die in Tabelle 6.6 zu sehenden Versuchsreihen gestanzt. Die Tabelle enthält neben der Bezeichnung der Versuchsreihe auch die Art des Versuchs sowie die für die Herstellung benutzte Anformcharge-ID. Alle 250 Proben werden aus 2 Anformchargen erstellt (eine Anformcharge besteht aus 10 Anformvorgängen). Im Anschluss werden sämtliche Probenkörper hintereinander gewogen und deren Dicke bestimmt. Die Bestimmung der Dicke erfolgt wieder mit der zuvor genannten Bügelmessschraube an jeweils



(a) Gemessenes Flächengewicht der ausgestanzten Proben.



(b) Probendicke (gemessen an drei Stellen) der ausgestanzten Proben.

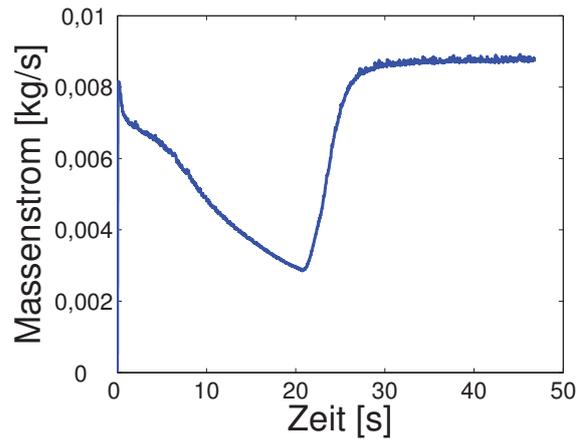
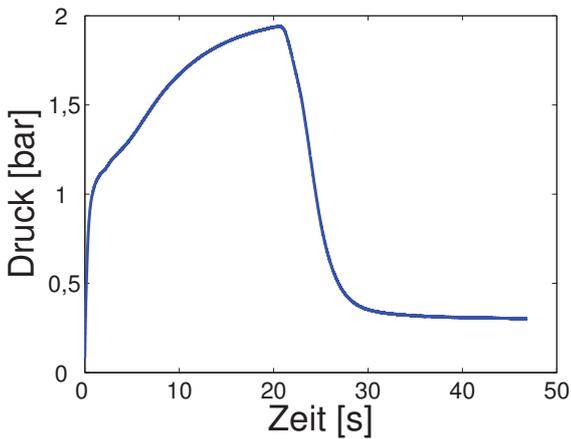
**Abbildung 6.19:** Gewicht und Probendicke von 250 Proben.

drei Stellen, die Gewichtsbestimmung über die im Halogenverdunstungsgerät integrierte Waage. Der gesamte Prozess dauert in etwa 2 bis 3 Stunden. In Abbildung 6.19a sind die aus dem Gewicht und der bekannten Fläche der Proben bestimmten Flächengewichte aufgeführt. Auf der rechten Seite zeigt Abbildung 6.19b die Situation bei den aus jeweils 3 gemessenen Werten gemittelten Probendicken. Im Kapitel 6.2.2 wird untersucht, in wie weit die mit der Bügelmessschraube gemessenen Probendicken reproduzierbare, qualitative Merkmale des Probenhöhenprofils (Minimum der Dicke bzw. mittlere Dicke) widerspiegeln.

### 6.2.1 Faserausrichtung und Porosität

Um eine Aussage über die Ausrichtung der Fasern in den angeformten Proben zu ermöglichen, wird der Anformprozess genauer untersucht. Dazu werden ein Drucksensor zur Bestimmung des statischen Drucks während des Anformens sowie ein Massenströmsensor verwendet. Der Drucksensor (Modell *SICK* PBT 6, Messbereich 0 bar bis 6 bar) wird so in eine Bohrung im Deckel des Anformkastens geschraubt, dass der Messkopf am Ende der 20 mm langen Durchgangsbohrung mit Durchmesser 10 mm liegt, um die dynamischen Effekte bei der Druckmessung zu reduzieren. Zwischen Druckregelventil (Typ *Festo* LR-D-7-Mini), welches den Leitungsdruck auf 2 bar begrenzt, und Einlassventil der Druckluft in den Anformkasten wird der für Druckluft geeignete Massenströmsensor (Modell *Festo* SFAB-600u, Betriebsdruck 0 bar bis 10 bar) platziert. Der gemessene Massenstrom wird sensorintern über die allgemeine Gasgleichung

$$p \cdot V = m \cdot R_s \cdot \theta \quad (6.2.1)$$



(a) Gemittelter Druckverlauf über Zeit während des Anformvorgangs.

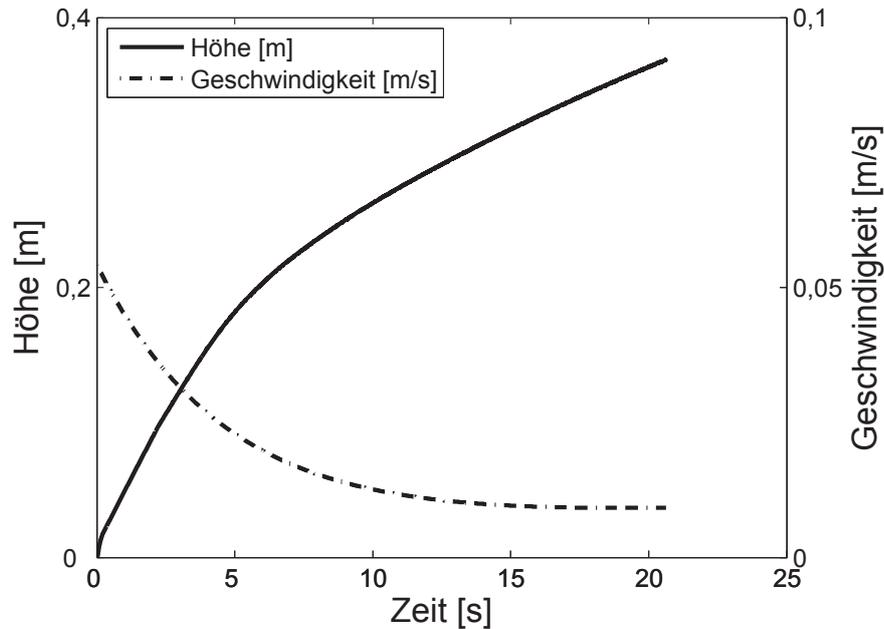
(b) Gemittelter Massenstromverlauf über Zeit während des Anformvorgangs.

**Abbildung 6.20:** Aufgenommene Daten während des Anformens mit Fasersuspension.

in einen Normvolumenstrom nach [DIN90] umgerechnet und kann mit Hilfe der in der Norm angegebenen Referenzwerte auf gleichem Weg wieder in einen Massenstrom zurückgerechnet werden ( $R_s$  bezeichnet hier die spezifische Gaskonstante der Luft).

Insgesamt werden vier Anformvorgänge mit einer Fasersuspension (Massenkonzentration  $c = 0,2\%$ ) und drei Anformvorgänge mit Wasser durchgeführt, für die jeweils wegen der hohen Wiederholgenauigkeit und geringen Differenzen untereinander Mittelwertkurven bestimmt werden. Die Anformvorgänge, bei denen nur Wasser durch das Sieb gepresst wird, dienen der Bestimmung der Durchlässigkeit der Filtriervorrichtung. Weiterhin dienen die im Folgenden ermittelten Werte einer groben Abschätzung der beim Anformvorgang vorherrschenden Bedingungen für die später folgenden theoretischen Überlegungen bezüglich eventuell auftretender Scherströmungen, die eine Ausrichtung der Fasern zur Folge hätten. In Abbildung 6.20 sind diese Mittelwertkurven für den Druck und den Massenstrom zu sehen. Die unterschiedlichen Phasen während des Anformens sind im Druckverlaufsgraph 6.20a zu erkennen. Zu Beginn im Intervall 0 s bis 20 s bildet sich das Faservlies auf der Filtriervorrichtung. Der Druck im Kasten steigt dabei auf fast 2 bar an. Im Anschluss daran (bis  $t = 30$  s) drückt die weiter in den Anformkasten einströmende Druckluft im angeformten Faserkuchen befindliches Wasser heraus, wobei der Druck im Kasten absinkt, bevor dieser sich asymptotisch an einen konstanten Druck annähert. Diese Druckdifferenz am Ende des Anformvorgangs charakterisiert die Durchlässigkeit bzw. die Permeabilität des porösen Filterkuchens samt der Filtriereinheit bestehend aus Lochblech und Sieb. Im weiteren Verlauf des Kapitels wird daraus die Porosität des angeformten Faservlieses bestimmt.

Aus Massenstrom und Druck kann wiederum über den Zusammenhang (6.2.1) die Geschwindigkeit bestimmt werden, mit der die Fasersuspension durch das Sieb und zusätzlich durch die



**Abbildung 6.21:** Berechnete Höhe und Geschwindigkeit der im Anformkasten befindlichen Luftsäule in Abhängigkeit von der Zeit.

bereits abgelagerten Fasern gedrückt wird, da wegen der rechteckigen Form des Anformkastens  $V(t) = A_{\text{Anformkasten}} \cdot h(t)$  gilt. Das Innenvolumen des Rohrs (Rohrinnendurchmesser 21,5 mm, Länge 19 cm), das vom Massenstromsensor zum Anformkasten führt, ist vernachlässigbar, da es um den Faktor 430 kleiner ist als das Innenvolumen des Anformkastens. Das Ergebnis dieser Berechnung ist in Abbildung 6.21 dargestellt und wird nun dazu verwendet, den Anformvorgang theoretisch im Hinblick auf die zu erwartende Faserausrichtung zu beleuchten.

Zunächst wird bestimmt, ob die zur Anformung der Faservliese verwendete Suspension verdünnt (engl. *dilute* [Pet99]) ist, da sich daraus im Hinblick auf das Strömungsverhalten während des Anformvorgangs Rückschlüsse ziehen lassen. Wie bereits im Kapitel 6.2 aufgeführt, wurden die benutzten Fasern im Kraftaufschlussverfahren aus 60 % bis 70 % Fichte- und 30 % bis 40 % Kieferschnitzeln gewonnen. Nach [Gru11] und [Six08] beträgt das Verhältnis der Inhaltsstoffe beim Sulfatverfahren

- <3 % bis 5 % Lignin (Dichte  $1\,300\text{ kg m}^{-3}$  nach [Hu02]),
- 20 % bis 30 % Hemicellulose (Dichte  $1\,520\text{ kg m}^{-3}$  nach [Ehr84]) und
- 65 % bis 75 % Cellulose (Dichte  $1\,592\text{ kg m}^{-3}$  nach [MA01]),

so dass für die folgenden Rechnungen eine Dichte der einzelnen Faser von  $\rho_F = 1\,550\text{ kg m}^{-3}$ , wie in [Ran82] experimentell ermittelt, angenommen wird. Die Stoffdichte  $c$  der Suspension ergibt sich aus der Trockenmasse der verwendeten Fasern  $m_F$  sowie der Masse des Wassers (301)

$m_W$  durch  $c = m_F/m_W = 60 \text{ g}/30 \text{ kg} = 0,002 = 0,2\%$ . In Analogie zu [Hol05] bzw. [Pet99] wird außerdem der Volumenanteil  $\phi$  (engl. *volume fraction*) der Fasersuspension bestimmt. Dieser ergibt sich aus dem Volumen der Fasern  $V_F$  und dem Volumen der Suspension  $V_{FS}$ , wobei für letztere  $V_{FS} \approx V_W$  gilt, da das Volumen der Fasern im Vergleich zum Volumen des Wassers vernachlässigbar ist (siehe Quotient der Massen sowie Dichten). Es gilt  $\phi = V_F/V_{FS} \approx V_F/V_W = 1,29 \cdot 10^{-3}$ . Mit den Indizes  $W$  und  $F$  seien im Folgenden jeweils analog die auf Wasser bzw. Fasern bezogenen Kennwerte bezeichnet.

Zur Entscheidung, ob eine verdünnte Suspension vorliegt, muss nun das Aspektverhältnis aus Faserlänge und Faserdicke (engl. *aspect ratio*) bestimmt werden. Dazu werden die in den Abbildungen 6.15a und 6.16a dargestellte mittlere Dicke  $\bar{d}_F \approx 30 \mu\text{m}$  und die am häufigsten auftretende Länge  $l_F^{\text{modal}} \approx 0,25 \text{ mm}$  benutzt, so dass sich ein Aspektverhältnis von  $r_F = l_F^{\text{modal}}/\bar{d}_F = 0,25 \text{ mm}/30 \mu\text{m} \approx 8,33$  ergibt. Eine analoge Rechnung mit der maximal auftretenden Faserlänge  $l_F^{\text{max}} = 5 \text{ mm}$  resultiert in einem Aspektverhältnis von  $r_F^{\text{max}} \approx 166,77$ .

Die untersuchte Fasersuspension ist nach [Pet99] genau dann verdünnt, wenn

$$\phi \ll \frac{1}{r_F^2} \quad (6.2.2)$$

gilt. Dies ist für die am häufigsten auftretende Faserlänge und das zugehörige Aspektverhältnis erfüllt, da in diesem Fall

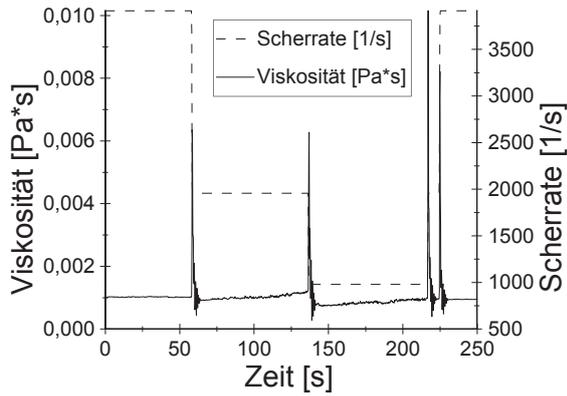
$$1,29 \cdot 10^{-3} = \phi \ll \frac{1}{r_F^2} = 0,014 \quad (6.2.3)$$

resultiert. Im Fall der maximal auftretenden Faserlänge gilt lediglich

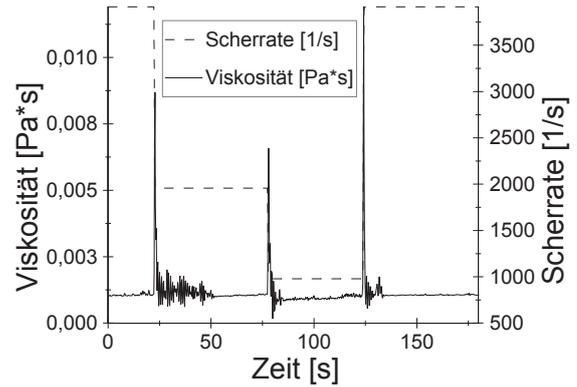
$$\frac{1}{r_F^2} \leq \phi \leq \frac{1}{r_F}, \quad (6.2.4)$$

so dass in diesem Fall von einer halb verdünnten (engl. *semi dilute*) Fasersuspension gesprochen wird [Hol05].

Zusätzlich kann über die sogenannte Anhäufungszahl (engl. *crowding number*) eine Vorhersage getroffen werden, ob in der Fasersuspension eine Knäuelbildung zu erwarten ist, die wiederum die viskosen Eigenschaften der Suspension beeinflussen würde. Laut [Hol05] tritt eine Knäuelbildung, also eine mechanische Verwurzelung der einzelnen Fasern untereinander, nicht auf, wenn für die Anhäufungszahl  $\mathcal{N} = 2/3 \cdot \phi \cdot r_F^2 \ll 1$  gilt. Dies ist bei der vorliegenden Fasersuspension im Falle der am häufigsten auftretenden Faserlänge erfüllt ( $\mathcal{N}^{\text{modal}} = 2/3 \cdot 1,29 \cdot 10^{-3} \cdot (8,33)^2 \approx 0,0597$ ). Analog folgt für die maximale Faserlänge eine Anhäufungszahl von  $\mathcal{N}^{\text{max}} \approx 23,89$ , woraus sich zunächst keine Aussage über den Grad der Knäuelbildung treffen lässt. In [DKHB11] wird die Rheologie von Fasersuspensionen



(a) Viskosität und Scherrate über Zeit bei Wasser.



(b) Viskosität und Scherrate über Zeit bei Fasersuspension mit Massenkonzentration  $c = 0,2\%$ .

**Abbildung 6.22:** Durchgeführte Viskositätsmessung mit Hilfe eines Haake Rotovisko RV2 bei einer Temperatur von  $\theta = 20^\circ\text{C}$ .

weiter untersucht. Als Grenze, bis zu der von einer verdünnten Suspension gesprochen werden kann, nennt der Autor die sog. Kolloid-Anhäufungszahl (engl. *gel crowding number*), die bei  $\mathcal{N}^{\text{gel}} \approx 16$  liegt. In dort durchgeführten Untersuchungen mit Hilfe eines Viskosimeters konnte bei hohen Scherraten eine Grenze von  $\mathcal{N} \approx 100$  ermittelt werden, bis zu welcher sich Fasersuspensionen newtonsch verhalten und eine Viskosität besitzen, die nur geringfügig größer als bei Wasser ist [DKHB11]. Die Unabhängigkeit der dynamischen Viskosität  $\eta$  von der Scherrate (newtonsch) ermöglicht eine eindeutige Definition der Reynoldszahl, als wichtige, das Turbulenzverhalten beschreibende, Kennzahl der Strömungslehre.

Zur Verifikation wird die Viskosität der Fasersuspension mit einem Rotationsviskosimeter (Modell *Haake Rotovisko RV2*) gemessen. Abbildung 6.22 zeigt, dass die gemessenen Viskositäten bei Wasser und bei der Fasersuspension mit der genannten Massenkonzentration von  $c = 0,2\%$  annähernd gleich sind. Zudem ist die Viskosität bei der Fasersuspension (Abbildung 6.22b) unabhängig von der gewählten Scherrate, was bedeutet, dass sich die Suspension im untersuchten Scherratenintervall newtonsch verhält. Für die nun folgenden Berechnungen der Reynoldszahlen wird daher angenommen, dass die dynamische Viskosität der Fasersuspension der Viskosität  $\eta_{\text{W}}$  von Wasser entspricht. Es folgt für die Reynoldszahl der Fasersuspension (engl. *particle Reynolds number*) mit der maximal auftretenden Filtriergeschwindigkeit  $v_{\text{F}} \approx 0,055 \text{ m s}^{-1}$  und dem mittleren Faserdurchmesser  $\bar{d}_{\text{F}} = 30 \mu\text{m}$

$$Re_{\bar{d}_{\text{F}}} = \frac{\rho_{\text{W}} \cdot v_{\text{F}} \cdot \bar{d}_{\text{F}}}{\eta_{\text{W}}} \approx 1,65, \quad (6.2.5)$$

was von der Größenordnung den Reynoldszahlen der in [Bel08] untersuchten Anformvorgängen entspricht.

Wie zu Beginn des Kapitels 6.2 beschrieben, wird die Fasersuspension vor dem eigentlichen Beginn des Anformvorgangs (Einlass der Druckluft in den Anformkasten) durch ein Rührwerk maximal verwirbelt. Die Suspension gelangt also homogen vermischt in den Anformkasten und wird während des gesamten Füllvorgangs kontinuierlich weiter verrührt. Zu Beginn des dann folgenden Anformvorgangs wird die Fasersuspension mit einer Geschwindigkeit von  $v_F^{\text{Beginn}} \approx 0,055 \text{ m s}^{-1}$  auf die Filtriervorrichtung gedrückt. Die Geschwindigkeit nimmt im Verlauf des Anformens monoton ab und besitzt zum Ende eine Größe von  $v_F^{\text{Ende}} \approx 0,01 \text{ m s}^{-1}$ . In [Bel08] wird der Filtriervorgang einer Fasersuspension an einem Sieb mit Hilfe einer Kamera und farblich markierten Fasern untersucht, wobei Fasern mit einem Aspektverhältnis von  $r_F = 36$  bzw.  $r_F = 72$  und eine Länge von 9,4 mm bzw. 18,8 mm zum Einsatz kommen. Im Vergleich dazu gilt für das Aspektverhältnis der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Fasern  $8 \lesssim r_F \lesssim 167$ . Weiterhin wurden in [Bel08] Filtriergeschwindigkeiten im Bereich von  $20,5 \text{ mm s}^{-1}$  bis  $75,2 \text{ mm s}^{-1}$  betrachtet. Bellani fand bei seinen Untersuchungen heraus, dass während des Anformens der Fasern auf das Sieb im Wesentlichen zwei zusammenhängende Bereiche mit unterschiedlichem Faserverhalten existieren. Der erste Bereich kennzeichnet sich dadurch, dass dort keinerlei vom Sieb oder dem sich anformenden Netzwerk stammenden Scherströmungen existieren, die Einfluss auf die Orientierung der einzelnen Fasern nehmen könnten, sondern diese lediglich durch lokal unterschiedliche Setzgeschwindigkeiten auftreten können. Dieser wird in der Modellvorstellung begrenzt durch eine parallel zum Sieb verlaufende Ebene mit einem Abstand  $y_b > 0$ , d.h. alle Fasern mit einem Abstand vom Sieb größer als  $y_b$  befinden sich in diesem Freifall-Gebiet (engl. *free fall region*). Konträr dazu erfahren Fasern außerhalb des Freifallgebiets, im sog. Grenzgebiet (engl. *boundary region*) in der Nähe des Siebs, durch die Filterapparatur induzierte Scherströmungen, die ihre Orientierung ändern können.

Laut [Bel08] entspricht die durchschnittliche Setzgeschwindigkeit  $v_S$  der Fasern bei verdünnten Fasersuspensionen der sogenannten Stokeseschwindigkeit einer einzelnen Faser. Es gilt [HG99] für die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Fasersuspensionen mit den vorab genannten Daten der Fasern für die maximale Stokeseschwindigkeit (Faser liegt senkrecht in Strömungsrichtung)

$$v_S = \frac{(\rho_F - \rho_W) \cdot g \cdot (\bar{d}_F)^2}{16\eta_W} \cdot [2 \ln(2r_F) - 1.614 - 0.355(\ln(2r_F))^{-1}] \approx 1 \text{ mm s}^{-1} . \quad (6.2.6)$$

Gemessen an der Filtriergeschwindigkeit besitzt die Setzgeschwindigkeit eine Größenordnung von 2 % bis 10 % und ist damit sehr gering. Die Untersuchungen in [Bel08] haben erst bei einem Verhältnis von Setzgeschwindigkeit zu Filtriergeschwindigkeit größer als 5 % messbare Einflüsse gezeigt. Bezogen auf die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Anformvorgänge könnten Änderungen der Faserorientierung im Sinne einer oder mehrerer Vorzugsrichtungen

also auch im Freifall-Gebiet auftreten, sobald das Verhältnis von Setz- zu Filtriergeschwindigkeit oberhalb der kritischen Schwelle liegt.

Bellani untersucht neben dem Freifall-Gebiet auch die Grenzregion und stellt fest, dass zu Beginn des Anformvorgangs, wenn noch keine Faserablagerung auf dem Sieb stattgefunden hat, die Größe dieser Region ausschließlich durch den Drahtdurchmesser  $d_{\text{Sieb}}$  des Filtriersiebs bestimmt wird. Für den Abstand der Grenzebene zum Sieb  $y_b$  gilt laut [Bel08] dann  $d_{\text{Sieb}} < y_b < 5 \cdot d_{\text{Sieb}}$  bei untersuchten Reynoldszahlen am Sieb im Bereich von 5 bis 88 und einem Quotient aus Faserdurchmesser  $\bar{d}_F$  und Drahtdurchmesser  $d_{\text{Sieb}}$  von  $\bar{d}_F/d_{\text{Sieb}} \approx 0,25$ . Im Rahmen dieser Arbeit wird ein Sieb mit einem Drahtdurchmesser von  $d_{\text{Sieb}} = 0,08 \text{ mm}$  benutzt, und wie zuvor beschrieben kann sowohl für die Dichte  $\rho_W$  als auch für die dynamische Viskosität  $\eta_W$  der Fasersuspension angenommen werden, dass diese den Werte von Wasser entsprechen. Mit der gemessenen Filtriergeschwindigkeit  $0,01 \text{ m s}^{-1} \leq v_F \leq 0,055 \text{ m s}^{-1}$  folgt für die Reynoldszahl am Sieb für die durchgeführten Anformvorgänge

$$0,8 \leq Re_{d_{\text{Sieb}}} = \frac{\rho_W \cdot v_F \cdot d_{\text{Sieb}}}{\eta_W} \leq 4,4 , \quad (6.2.7)$$

woraus sich schließen lässt, dass prinzipiell sogar noch weniger Turbulenzen in der Grenzregion als bei [Bel08] zu erwarten sind.

Ist die Größe der Grenzregion bekannt, kann mit der bekannten Filtriergeschwindigkeit die durchschnittliche Verweildauer der Fasern in dieser bestimmt werden. Für verdünnte Fasersuspensionen gilt nach [Pet99] insbesondere, dass auf Grund des geringen Volumenanteils der Fasern die hydrodynamischen Effekte der Fasern untereinander vernachlässigt werden können, was bedeutet, dass das Verhalten des Faserkonglomerats auf das Verhalten einer einzelnen Fasern zurückgeführt werden kann. Aus der in [Jef22] hergeleiteten Theorie für ellipsoide Körper in Fluiden lässt sich dann die Periodendauer  $T_{\text{rF}}$  einer vollständigen Rotation (Jeffery-Orbit) der einzelnen Fasern aus der Scherrate  $\dot{\gamma}$  und dem Aspektverhältnis  $r_F$  über

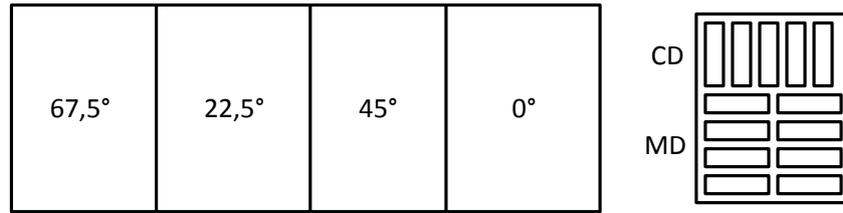
$$T_{\text{rF}} = \frac{2\pi}{\dot{\gamma}}(r_F + 1/r_F) \quad (6.2.8)$$

berechnen [Pet99]. Bei den in [Bel08] durchgeführten Untersuchungen war der Quotient aus Verweildauer der Faser im Grenzgebiet und Periodendauer des Jeffery-Orbits in der ersten Phase der Filtration in allen Fällen geringer als 0,05 (für dort betrachtete Aspektverhältnisse  $r_F = 36$  bzw.  $r_F = 72$ ). Wie zuvor gezeigt, gilt für die Aspektverhältnisse des größten Teils der hier untersuchten Fasern  $6 \lesssim r_F \lesssim 167$ , was zur Folge hat, dass durchaus auch kleinere Periodendauern als bei [Bel08] auftreten können. Auf der anderen Seite ist die Dimension der Grenzregion bei [Bel08] auf Grund des deutlich dickeren Drahtdurchmessers größer. Es kann deshalb vermutet werden, dass auch bei den hier durchgeführten Anformvorgängen

in der Phase des Anformvorgangs, in der sich noch keine Fasern auf dem Sieb abgelagert haben, Änderungen der Faserorientierung in der Grenzregion nicht zu erwarten sind. Eine abschließende Beurteilung ist an dieser Stelle jedoch nicht möglich, so dass dies im weiteren Verlauf des Kapitels experimentell untersucht wird.

Sobald sich Fasern an dem Sieb ablagern, ändert sich auch die Größe des Grenzgebiets in Abhängigkeit von der Dauer des Anformens [Bel08]. Da sich bei längeren Fasern (Länge 18,8 mm) größere Grenzgebiete ergeben als bei kurzen Fasern (Länge 9,4 mm), stellt der Autor die Hypothese auf, dass nach Beginn des Anformvorgangs die Größe des Grenzgebiets nicht mehr vom Drahtdurchmesser  $d_{\text{Sieb}}$  abhängt, sondern vom durchschnittlichen Spaltdurchmesser des sich anformenden Faservlieses. Da kürzere Fasern in der Lage sind, ein homogeneres Fasernetzwerk zu bilden, ist die Abweichung der Spaltdurchmesser bei kurzen Fasern vom Mittelwert geringer als bei langen Fasern. Die lokal inhomogenen Geschwindigkeiten in der Grenzregion sind auch verantwortlich für den mit Selbstheilung bezeichneten Effekt, der während des Anformens einer Fasersuspension auftritt und der Grund dafür ist, dass überhaupt eine Blattstruktur entsteht. Sobald an einer Stelle des Vlieses eine zu starke Konzentration an Fasern existiert und die Dichte des Vlieses dort größer als in der Umgebung ist, strömt die Suspension in Gebiete, die eine leichtere Entwässerung erlauben (siehe [SMKD95]). Bezogen auf die hier verwendeten, deutlich kürzere Faserlängen von  $l_F = 0,25$  mm bis 5 mm bedeutet das, dass auch nach dem Beginn des Anformens der Einfluss des Grenzgebiets auf die Orientierung der Fasern gering sein wird.

Bisher nicht betrachtet wurde der Einfluss der Druckluft, die während des Anformvorgangs die Fasersuspension durch die Filtriervorrichtung presst. Da diese durch ein Loch im Deckel des Anformkastens zentral auf die Oberfläche der flüssigen Phase trifft, können an dieser Stelle lokal unterschiedliche Strömungen entstehen. Aus diesem Grund wird die Faserausrichtung im Folgenden experimentell nach dem Anformvorgang und erfolgter Trocknung untersucht. Im ersten Schritt wird die Filtriervorrichtung im Anformkasten modifiziert. Um in Siebnähe Scherströmungen zu induzieren, wird die Grundfläche des Siebes in vier Abschnitte unterteilt, die jeweils eine unterschiedliche Steigung besitzen. Dazu wird zunächst aus Lochblechen die Stützstruktur geformt und im Anschluss das Filtriersieb aufgelegt sowie an den Rändern verklebt. Ein Winkel von  $0^\circ$  bezeichnet dabei die ebene Anformebene, die auch in den vorherigen Versuchen benutzt wird. Die Entwässerungsrichtung steht orthogonal auf dieser Ebene, so dass mit steigendem Winkel der drei weiteren Anformebenen die Einflüsse der Scherströmungen in der Nähe der Siebe immer größer werden sollten. In Anlehnung an die aus der Papierindustrie bekannten Bezeichnungen werden aus jedem der vier Gebiete Zugproben in Maschinenrichtung (MD) und dazu senkrecht (CD) extrahiert. Wie in Abbildung 6.23 zu erkennen, werden vier Anformebenen mit Winkeln von  $0^\circ$ ,  $22,5^\circ$ ,  $45^\circ$  und  $67,5^\circ$  untersucht. Pro Winkel werden acht Zugproben in MD und CD aus den angeformten, getrockneten



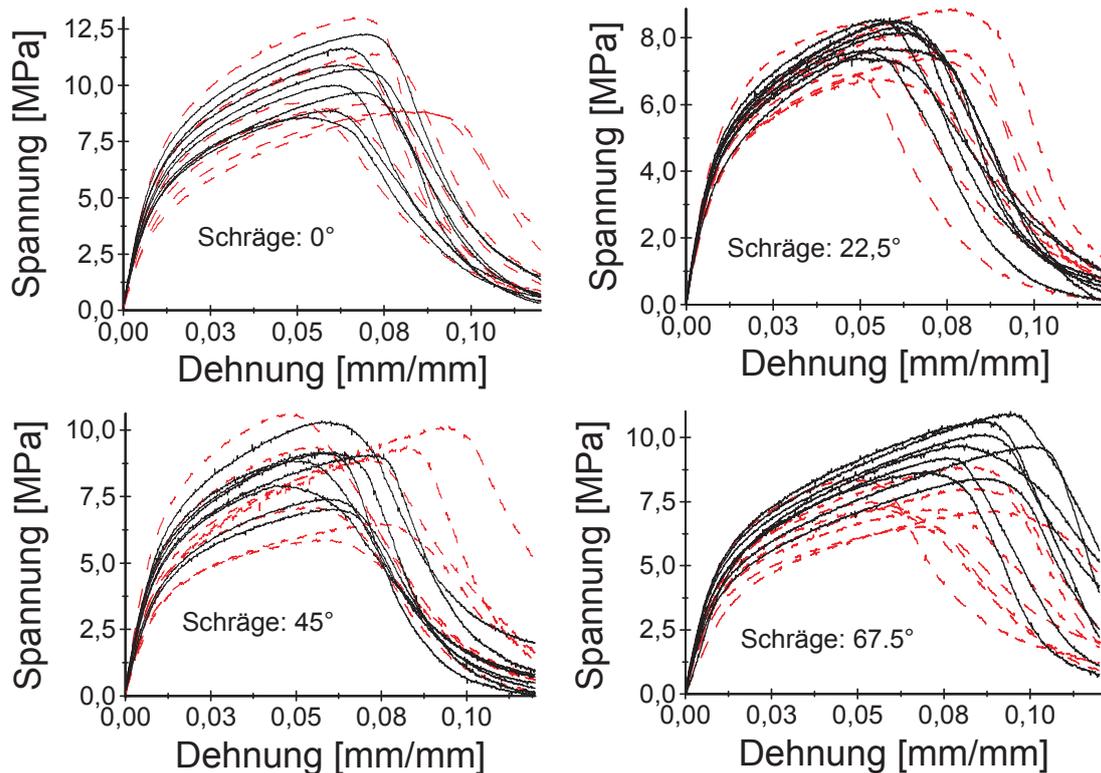
**Abbildung 6.23:** Unterteilung der Anformebene in vier Abschnitte mit unterschiedlicher Siebsteigung. Die Abbildung rechts im Bild zeigt die Lage der jeweils herausgestanzten Zugproben.

**Tabelle 6.7:** Statistische Auswertung von Bruchspannung  $\sigma^{\max}$  und Bruchdehnung  $\epsilon^{\sigma^{\max}}$ . Die Angaben  $\mu_i$  bzw.  $\Sigma_i$  kennzeichnen die berechneten Mittelwerte bzw. Standardabweichungen. Die Angabe der Mittelwerte erfolgt nach Bestätigung der Normalverteilung durch Shapiro-Wilk.

Winkel [°]	Richt.	$\mu(\sigma^{\max})$ [MPa]	$\Sigma(\sigma^{\max})$ [MPa]	$\mu(\epsilon^{\sigma^{\max}})$ [%]	$\Sigma(\epsilon^{\sigma^{\max}})$ [%]
0	MD	10,77	1,15	6,52	0,57
0	CD	10,17	1,55	6,84	1,09
22,5	MD	8,5	0,66	5,86	0,68
22,5	CD	7,84	0,73	6,12	1,13
45	MD	8,83	1,09	5,76	0,97
45	CD	8,3	1,75	6,71	1,51
67,5	MD	9,65	1,07	8,67	1,3
67,5	CD	7,78	0,77	6,93	1,49

Faservliesen geschnitten. Die Proben besitzen eine Länge von 50 mm und sind 25 mm breit, die Dicke wird mit Hilfe einer Bügelmessschraube an drei Stellen bestimmt. Sollte während des Anformens bedingt durch Scherströmungen eine Ausrichtung der Fasern erfolgen, würde - wie bei Papier - ein unterschiedliches mechanisches Verhalten unter Zugbelastung in beiden Richtungen auftreten.

Nach dem Ausstanzen der Proben werden diese zunächst bei konstanten klimatischen Bedingungen konditioniert (siehe Kapitel 6.2) und dann im Anschluss unter Zugbelastung (Prüfgeschwindigkeit  $v_{\text{pruef}} = 100 \text{ mm min}^{-1}$ ) zerrissen. Für alle Versuche werden nun als charakteristische Zielgrößen Bruchspannung und Bruchdehnung ermittelt und untersucht. Tabelle 6.7 zeigt zusammengefasst die Ergebnisse dieser Prüfung. Zusätzlich zeigt Abbildung 6.24 die Spannungs-Dehnungs-Diagramme aller durchgeführten Zugversuche. In Analogie zu den in Tabelle 6.7 angegebenen Mittelwerten ist bei einer Anformschräge von 67,5° ein qualitativ unterschiedliches Verhalten zwischen Maschinenrichtung und der dazu senkrechten Richtung zu erkennen. Hier ist die Abweichung sowohl von Bruchspannung als auch Bruchdehnung der Richtungen untereinander größer als die Standardabweichung, was bei den anderen drei betrachteten Anformschrägen nicht der Fall ist. Anzumerken ist, dass bei



**Abbildung 6.24:** Spannungs-Dehnungs-Diagramme aller durchgeführten Versuchskonfigurationen. Die gestrichelten Linien repräsentieren die CD.

den Schrägungswinkeln  $0^\circ$ ,  $22,5^\circ$  und  $45^\circ$  die Bruchdehnung in Gegenrichtung leicht größer ist als in Maschinenrichtung, was dem von Papier bekannten Verhalten entspricht [Ble13]. Die mit einer Anformschräge von  $67,5^\circ$  hergestellten Proben zeigen dieses Verhalten nicht.

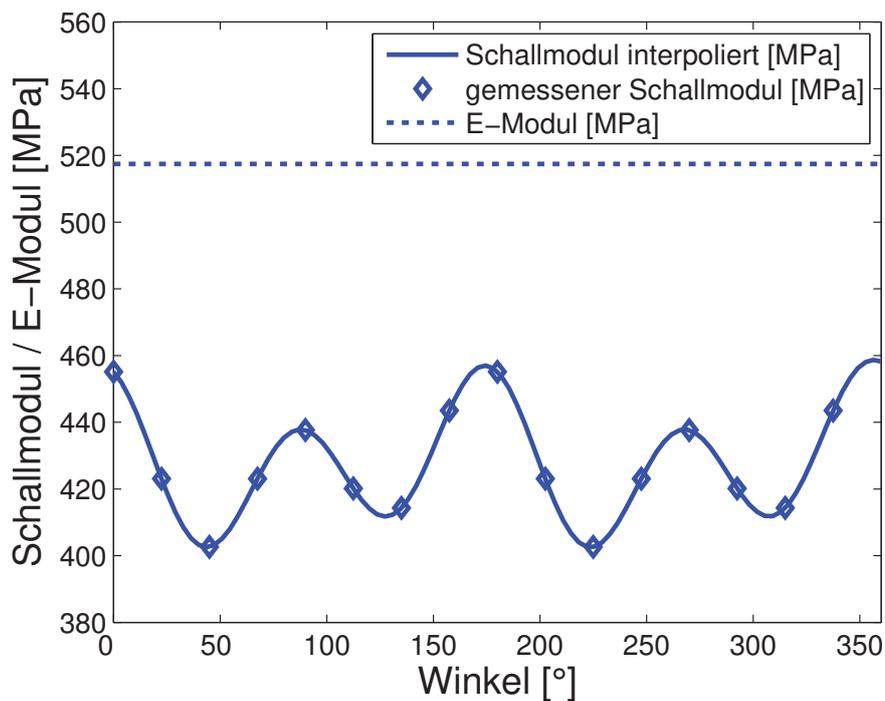
Es bleibt jedoch festzuhalten, dass die Streuung der Proben untereinander bei allen Versuchen sehr groß ist. Ein Grund dafür wird die in Abbildung 6.23 gezeigte Anordnung der Anformschrägen sein, da bedingt durch die Geometrie der Stützstruktur an den Grenzen der Bereiche senkrechte Wände vorhanden sind, die das Strömungsverhalten der Suspension beeinflussen. Um diesen Effekt weitestgehend auszuschließen, wäre eine Wiederholung der Versuchsreihe denkbar, bei der pro Anformvorgang lediglich ein Schrägungswinkel realisiert wird, worauf im Rahmen dieser Arbeit jedoch verzichtet wird.

Zur weiteren Untersuchung der Faserausrichtung wird eine ungepresste Probe aus Zellstoff (Flächengewicht  $600 \text{ g m}^{-2}$ ) mit Hilfe eines zerstörungsfreien Ultraschallverfahrens durch das Fachgebiet Papierfabrikation und Mechanische Verfahrenstechnik der Universität Darmstadt untersucht, bei dem als wesentliche papierprüftechnische Kenngröße der Zugsteifigkeitsindex (engl. *tensile stiffness index*, Abkürzung *TSI*), also der Quotient aus E-Modul und der Dichte des Papiers [LF07], ermittelt wird. Mit Hilfe von acht Paaren aus Ultraschall-Transmittern/-Empfängern, die kreisförmig in Abständen von  $22,5^\circ$  um einen Kreis mit Durchmesser 100 mm

angeordnet sind, werden Ultraschalllongitudinalwellen mit einer Frequenz von 60 kHz durch die im Zentrum des Kreises liegende Probe geschickt [LF07]. Über die Verzögerungszeit zwischen Aussenden der Wellen am Transmitter und Empfang am Receiver wird die Geschwindigkeit der Wellen bestimmt, die proportional zum  $TSI$  ist [Man79]. Die Verzögerung selbst kommt laut [Man79] durch die Übertragung von Energie durch das Material über die Dehnung von intermolekularen und intramolekularen Bindungen zu Stande. Wegen des hohen akustischen Ungleichgewichts an den Übergängen zwischen Fasern und Luft ist die Ausbreitung der Wellen dort nicht möglich. Die Faserorientierung beeinflusst also direkt die Wellengeschwindigkeit. Damit das Verfahren für Papier bzw. Faserstoffe funktioniert, müssen die Wellenlängen der Ultraschallwellen im Verhältnis zur Faserlänge bzw. Faserdicke groß sein, da ansonsten das Fasernetzwerk nicht als kontinuierlich angenommen werden kann [Man79]. Bei einer Frequenz von 60 kHz beträgt die Wellenlänge unter Berücksichtigung der in Papier möglichen Ausbreitungsgeschwindigkeit 1,5 cm bis 7 cm [Man79], was ungefähr dem zehnfachen der maximal vorhandenen Faserlänge entspricht (s. Abbildung 6.15a).

Der Zusammenhang zwischen Ausbreitungsgeschwindigkeit  $\tilde{c}$  der Wellen und Elastizitätsmodul  $E$  wird für isotrope, planare Materialien als Spezialfall der orthotropen Materialien in [HMB79] hergeleitet. Es entsteht der Zusammenhang  $E = \rho \cdot \tilde{c}^2(1 - \nu_{xy}^2)$ . Dabei bezeichnet  $\rho$  die Dichte des Materials und  $\nu_{xy}$  die Poissonzahl in der Ebene. Da bei Fasermaterialien die quadrierte Poissonzahl klein ist (vgl. Kapitel 7.1.1), folgt  $1 - \nu_{xy}^2 \approx 1$ , und es wird als Annäherung  $E = \rho \cdot \tilde{c}^2$  betrachtet. Die quadrierte Ausbreitungsgeschwindigkeit entspricht also bis auf einen kleinen, bekannten Fehler dem oben angeführten  $TSI$ . Zu beachten bei dem hergestellten Zusammenhang ist, dass der mechanisch gemessene E-Modul sich von dem über Ultraschallwellen ermittelten Schall-Modul (engl. *sonic modulus*) um bis zu 30 % unterscheiden kann, was in [Man79] darauf zurückgeführt wird, dass bei der mechanischen Messung des E-Moduls viskoelastische Effekte auftreten, die entstehen, wenn die Prüfgeschwindigkeit so gering ist, dass innerhalb des elastischen Bereichs bereits Spannungsrelaxation stattfindet. Für die qualitative Beurteilung des Isotropieverhaltens sind diese Effekte zu vernachlässigen. Der Quotient aus  $TSI$  in MD und CD wird im Allgemeinen in der Papierindustrie als Grad der Anisotropie angesehen [LF07].

In Abbildung 6.25 ist das Ergebnis der durchgeführten Untersuchung zu sehen. Die 8 Sender-Receiver-Paare nehmen 8 (bzw. aus Symmetriegründen 16) Messpunkte auf, die jeweils einer Richtung (in Grad) den  $TSI$  zuordnen. Durch Multiplikation mit der Dichte des Materials erhält man den Schall-Modul [LF07], der in der Abbildung kariert dargestellt ist. Wegen der  $2\pi$ -Periodizität der Versuchsanordnung wird eine Anpassung der Messpunkte mit Hilfe einer Fourierreihe berechnet, um das Verhalten in den nicht vermessenen Winkeln zu approximieren. Der Mittelwert des Schall-Moduls liegt bei 427,79 MPa, die interpolierten Werte besitzen eine maximale Abweichung dazu von 7,23 %. Die prozentuale Abweichung zwischen gemessenem



**Abbildung 6.25:**  $2\pi$ -periodische Funktion des Schallmoduls über den betrachteten Winkel. Zum Vergleich ist der in Kapitel 7.1.1 experimentell ermittelte E-Modul unter Zugbelastung gestrichelt dargestellt.

Schall-Modul und dem in Kapitel 7.1.1 experimentell ermittelten E-Modul beträgt 17,33 %, was innerhalb der oben beschriebenen Grenzen liegt. Auf Grund der geringen Abweichung der Schall-Moduln über die Winkel und in Anbetracht der aus Material- und Verfahrensabweichungen resultierenden ohnehin vorhandenen Schwankungen (s. Abbildung 6.24) wird im Folgenden davon ausgegangen, dass sich die betrachteten Faserformproben initial, also vor Beginn der Belastung, isotrop verhalten, da keine Faservorzugsrichtung festgestellt werden kann.

Aus den zu Beginn des Kapitels vorgestellten Druck- und Massenstrom-Werten während des Anformvorgangs kann zusätzlich noch die Permeabilität des angeformten Faservlieses bestimmt werden, um daraus in einem zweiten Schritt die Porosität des Filterkuchens abzuleiten. Im Rahmen dieser Arbeit erfolgt die Berechnung der Permeabilität und Porosität in dem Stadium des Anformvorgangs, nachdem die gesamte Fasersuspension durch die Filtrierung gepresst wurde.

Den Zusammenhang zwischen Druckdifferenz  $\Delta p$  vor und hinter dem sich anformenden Vlies und der Durchflussrate  $\dot{V}$  der Suspension durch das Medium liefert das sog. Darcy-Gesetz, das ursprünglich zur Charakterisierung der Grundwasser-Durchsickerung durch poröse Medien

im Boden diente [And07]. Die im Folgenden benutzte Darstellung des Gesetzes ist [Hol02] entnommen und lautet

$$\Delta p = \frac{\eta \cdot L}{K \cdot A} \cdot \dot{V} \quad (6.2.9)$$

mit der dynamischen Viskosität  $\eta$  und der Permeabilität  $K$ . Die Querschnittsfläche, über die der Durchfluss durch das Medium stattfindet, wird mit  $A$  bezeichnet. Letztendlich bezeichnet  $L$  die Länge, über die der Druckverlust  $\Delta p$  erfolgt. Aus der Formel ableitbar ist die Tatsache, dass der Druckverlust bei der Durchströmung eines porösen Mediums linear proportional zur Durchflussrate ist und im Wesentlichen von der materialintrinsic Permeabilität  $K$  sowie der das Fluid beschreibenden Viskosität  $\eta$  abhängt. Der Zusammenhang gilt allerdings nur für inkompressible, laminare Strömungen, wobei [Hol02] eine Obergrenze für die Reynoldszahl von  $Re < 2$  angibt. In [And07] wird ein Bereich von  $1 < Re < 10$  angegeben, für den das Darcy-Gesetz noch anwendbar ist. Das Darcy-Gesetz ist mathematisch verwandt zum Fick'schen Gesetz, welches im Kapitel 6.2.3 dazu benutzt wird, das Feuchtigkeitsaufnahmeverhalten von Faserformmaterialien zu beschreiben. Im gleichen Kontext sind auch das Fouriersche und das Ohmsche Gesetz zu nennen [And07, Hol02, Chi06].

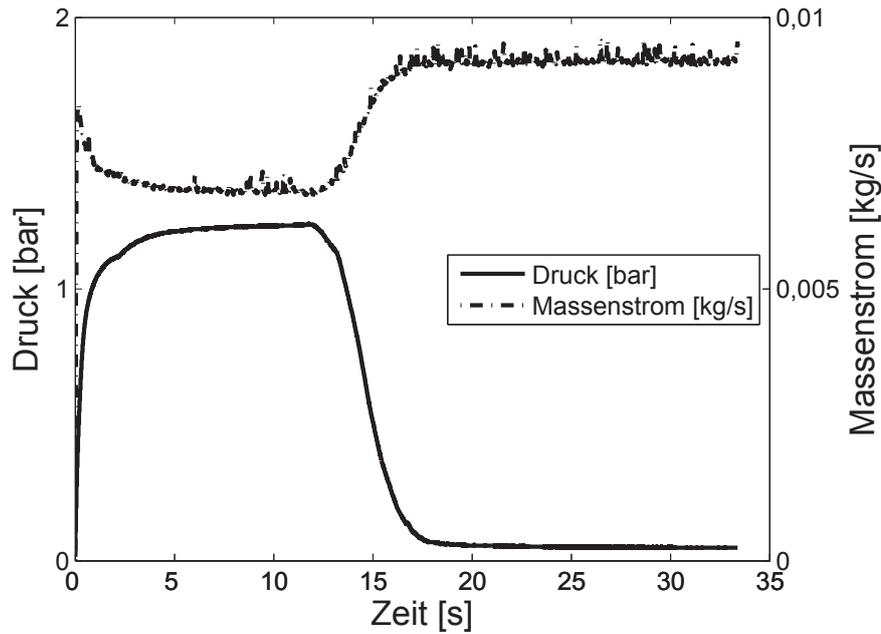
Die Filtriereinheit des verwendeten Anformkastens besteht aus einem Lochblech und zwei Sieben mit einer Gesamtdicke von 1,395 mm. Im Laufe des Anformvorgangs lagern sich dort Fasern ab, und es bildet sich ein Fasernetzwerk. Nachdem die gesamte Suspension durch das Netzwerk gedrückt ist, presst die nachströmende Luft einen Anteil des sich noch in den Poren des Fasernetzwerk befindlichen Wassers heraus, bis sich im Druckverlauf ein Equilibrium einstellt (ca. ab  $t = 35$  s in Abbildung 6.20a). Es gilt nun, die Porosität des angeformten Faservlieses zu diesem Zeitpunkt zu bestimmen. Dazu wird zunächst mit Hilfe von Darcy's Gesetz die Permeabilität des Faservlieses berechnet. Unter der Annahme, dass die gesamte Filtriereinheit bestehend aus Lochblech und den zwei Sieben als eine poröse Schicht aufgefasst wird, kann mit Hilfe der Druck- und Massenstromwerte nach dem Herauspressen des Restwassers die Gesamtpermeabilität des Filters und des Faservlieses bestimmt werden.

Aus den Anformversuchen nur mit Wasser kann die Permeabilität der Filtriervorrichtung bestimmt werden. Nach [WP<sup>+</sup>61] ergibt sich die Gesamtpermeabilität  $K_{\text{avg}}$  von heterogenen Schichten als das geometrische Mittel der Permeabilitäten  $K_i$  der einzelnen Schichten gewichtet mit der Höhe  $L_i$  der jeweiligen Schicht, so dass im vorliegenden Fall

$$K_{\text{avg}} = \exp \left( \frac{L_{\text{Sieb}} \cdot \log K_{\text{Sieb}} + L_{\text{Vlies}} \cdot \log K_{\text{Vlies}}}{L_{\text{Sieb}} + L_{\text{Vlies}}} \right) \quad (6.2.10)$$

gilt und daraus die Permeabilität  $K_{\text{Vlies}}$  des Faservlieses bestimmt werden kann.

Abbildung 6.26 zeigt den zeitlichen Verlauf von sowohl Druck als auch Massenstrom während des Herauspressens des Wassers. Analog zum Anformvorgang mit der Fasersuspension



**Abbildung 6.26:** Druck- und Massenstromverlauf des Anformvorgangs nur mit Wasser.

beginnt ab ungefähr  $t = 20$  s der Bereich konstanten Drucks. Hier gilt  $p_{\text{Sieb}} \approx 0,05$  bar und  $\dot{m}_{\text{Sieb}} \approx 0,0091 \text{ kg s}^{-1}$ . Aus diesen beiden Werten kann über die allgemeine Gasgleichung der Volumenstrom  $\dot{V} = 0,15 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$  (Temperatur  $\theta = 20^\circ \text{C}$ ) berechnet werden. Gleichzeitig kann mit der bekannten Luftdichte  $\rho_L = 1,2 \text{ kg m}^{-3}$  sowie der dynamischen Viskosität von Luft  $\eta_L = 18,2 \cdot 10^{-6} \text{ Pa s}$  ( $\theta = 20^\circ \text{C}$ ) die Reynoldszahl am Sieb  $Re_{d_{\text{Sieb}}} \approx 8 < 10$  berechnet werden. Als charakteristische Länge wurde dabei wie zu Beginn des Kapitels die Drahtdicke  $d_{\text{Sieb}} = 0,08 \text{ mm}$  der obersten Sieblage angenommen, die Fluidgeschwindigkeit ergibt sich als Quotient aus Volumenstrom und Siebfläche ( $A_{\text{Sieb}} = 0,09975 \text{ m}^2$ ). Es resultiert eine Permeabilität der Filtriervorrichtung von

$$K_{\text{Sieb}} = \frac{\eta_{\text{Luft}} \cdot \dot{V} \cdot L_{\text{Sieb}}}{A_{\text{Sieb}} \cdot \Delta p} \approx 7,82 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2. \quad (6.2.11)$$

Analog dazu folgt für die Reynoldszahl am Faservlies  $Re_{\bar{d}_F} \approx 0,47 < 1$  mit der mittleren Faserdicke  $\bar{d}_F = 30 \cdot 10^{-6} \text{ m}$  sowie der Filtriergeschwindigkeit  $v_F = 0,237 \text{ m s}^{-1}$ , die ebenfalls über die allgemeine Gasgleichung aus Abbildung 6.20 ermittelt wird. Mit der bereits bekannten Dicke der Filtriervorrichtung  $L_{\text{Sieb}} = 1,395 \text{ mm}$  und einer gemessenen, durchschnittlichen Vliesdicke von  $L_{\text{Vlies}} = 5,2 \text{ mm}$  ergibt sich eine Permeabilität von  $K_{\text{Gesamt}} = 9,5 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2$ . Über das geometrische Mittel berechnet sich die Permeabilität des Vlieses als  $K_{\text{Vlies}} \approx 5,14 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2$ .

Die Durchlässigkeit oder Permeabilität des Vlieses wird durch die Geometrie des Fasernetzwerkes, genauer gesagt durch die Porosität  $\tilde{\phi}$  (definiert als das Volumenverhältnis der

**Tabelle 6.8:** Experimentelle Ermittlung der Porosität eines frisch angeformten Faservlieses.

Probennummer	Masse [g]	Flächengewicht [ $\text{kg m}^{-2}$ ]	Porosität [%]
1	8,81	6,34	21,3
2	8,902	6,36	21,1
3	8,861	6,2	23,1

Poren zum Gesamtvolumen), bestimmt [KKH<sup>+</sup>98, CKZS00]. Ein numerisch durch Simulation ermitteltes Modell von dreidimensionalen Netzwerken aus zufällig angeordneten Fasern wird in [NLS09] vorgestellt und anhand experimenteller Ergebnisse anderer Autoren für einen Porositätsbereich von  $0.08 \leq \tilde{\phi} \leq 0.99$  verifiziert. Die Autoren untersuchen dabei auch die Abhängigkeit von Faserkrümmung und Aspektverhältnis und kommen zu dem Ergebnis, dass sowohl die Krümmung als auch das Aspektverhältnis  $r_F$  für  $r_F \geq 6$  keinen Einfluss auf die Permeabilität des zufällig entstehenden Fasernetzwerks besitzen (für die in dieser Arbeit benutzten Fasern gilt  $r_F \geq 6$ ). Mit dem mittleren Faserdurchmesser  $\bar{d}_F$  folgt laut [NLS09] für den Zusammenhang von Porosität und Permeabilität

$$\frac{2K}{\bar{d}_F} = c_1 \cdot \left( \sqrt{\frac{1 - \tilde{\phi}_c}{1 - \tilde{\phi}}} - 1 \right)^{c_2} \quad (6.2.12)$$

mit den Modellparametern  $c_1 = 0,491$ ,  $c_2 = 2,31$  sowie der Durchflussgrenze  $\tilde{\phi}_c = 0,0743$ . Setzt man die berechnete Permeabilität des Faservlieses  $K_{\text{Vlies}}$  und den mittleren Faserdurchmesser  $\bar{d}_F = 30 \cdot 10^{-6} \text{ m}$  in die nach der Porosität aufgelöste Gleichung ein, ergibt sich eine Porosität des frisch angeformten Faservlieses von 22,85 %. Zur experimentellen Bestätigung werden aus einem frisch angeformten Faservlies drei Proben mit einer Grundfläche von jeweils  $A = 0,0014 \text{ m}^2$  geschnitten und mit Hilfe des Halogenverdunstungsgeräts gewogen. Mit dem Flächengewicht  $g$  sowie der Faserdichte  $\rho_F = 1550 \text{ kg m}^{-3}$  [Ran82] kann über den Zusammenhang  $\tilde{\phi} = 1 - g/(L_{\text{Vlies}} \cdot \rho_F)$  die Porosität bestimmt werden (s. [Lin06, Bur16]). Tabelle 6.8 zeigt zusammengefasst die Ergebnisse, die der theoretisch hergeleiteten Porosität entsprechen.

Es konnte gezeigt werden, dass die experimentelle Untersuchung des Anformvorgangs (Anformdruck, Volumenstrom am Einlass) gekoppelt mit der Betrachtung der rheologischen Eigenschaften der Fasersuspension (Massenanteil an Fasern in der Suspension, Viskosität) eine Bewertung der Faserorientierung im frisch angeformten Faservlies ermöglicht. Die theoretisch hergeleiteten Aussagen wurden durch Anformvorgänge an schrägen Anformebenen sowie durch im Ultraschallverfahren gewonnene Erkenntnisse zur Faserausrichtung bestätigt. Zudem wurde dargelegt, wie die Permeabilität bzw. die Porosität eines angeformten Faservlieses mit Hilfe von Darcy's Gesetz ermittelt werden kann, und wegen der mathematischen Ähnlichkeit

der Gesetze von Darcy, Fick und Fourier reift die Vermutung, dass die in Faserformmaterialien stattfindenden Diffusions- oder Konvektionsprozesse ebenfalls über das entsprechende Pendant zu Darcy modellierbar sind. Die Untersuchungen im Kapitel 6.2.3 bestätigen diese Vermutung in Teilen. Bezogen auf die Permeabilität wäre es in einem nächsten Schritt denkbar, diese bereits während der Netzwerkbildung beim Anformvorgang in Abhängigkeit von der aktuellen Vlieshöhe zu bestimmen, um so Aussagen über die Porositätsverteilung in z-Richtung machen zu können (dazu müsste die Vliesdicke z.B. mit Hilfe eines optischen Verfahrens bestimmt werden). Die bessere Kenntnis über die Porositäts-/Dichteverteilung kann in die FE-Simulation mit einfließen. Dabei ist auch zu beachten, dass alle bereits angeformten Schichten durch den - zwar abfallenden - Druckgradienten stetig weiter komprimiert werden (laut [Ras13] ist die Dichte am Sieb bis zu 30 % höher als an der Oberseite der angeformten Probenkörper). Ein Modell dafür wird in [Lin06] vorgestellt, welches im Rahmen dieser Arbeit aber nicht weiter untersucht wird.

### 6.2.2 Bestimmung der mittleren Dicke mit Hilfe des Flächengewichts

Dieses Kapitel nimmt Bezug auf die im Kapitel 6.2 aufgeführte Abbildung 6.19b, die die mit Hilfe einer Bügelmessschraube gemessenen Probendicken von 250 Proben zeigt. Die Messung erfolgte dabei in jeweils drei Tälern (bezogen auf das Hügelprofil der Proben). Zur Erklärung des Diagramms sei gesagt, dass die ersten 80 im Diagramm dargestellten Messwerte bei Zugproben gemessen wurden, die eine Fläche von ca.  $3\,130\text{ mm}^2$  besitzen. Darauf folgend wurden 30 Druckproben ( $A = 700\text{ mm}^2$ ), dann 30 Scherproben ( $A = 2\,877\text{ mm}^2$ ) und zuletzt 110 *Arcan*-Proben ( $A = 1\,000\text{ mm}^2$ ) vermessen. Die Druckproben, die flächig am kleinsten sind, weisen die deutlichste Abweichung bei der Messung der Probendicke nach oben auf. Das liegt daran, dass mit kleiner werdender Fläche weniger Täler auf der Probe zu finden sind, die derart dimensioniert sind, dass die Prüfspitze der Bügelmessschraube hineinpasst. Dieser Trend ist bei den *Arcan*-Proben ebenfalls zu erkennen, wenn auch in abgeschwächter Form. Obwohl das beschriebene Phänomen bei den flächig deutlich größeren Zug- und Scherproben nicht sichtbar auftritt, bedeutet das im Umkehrschluss dennoch nicht, dass bei diesen Proben auf Grund der Messung in den Tälern die minimale Probendicke ermittelt wurde. Vielmehr wird sich die gemessene Dicke zwischen dem realen Minimum der Probendicke und der mittleren Probendicke bewegen, da die Auswahl der Prüfstellen durch Sichtprüfung erfolgt. Es lässt sich also nicht mit Sicherheit sagen, dass diese Prüforte in der Tat Minima der Probendicke darstellen. Zum anderen ist die Prüfspitze der verwendeten Bügelmessschraube mit ihrem Radius von 3,25 mm nicht fein genug, um die Tiefen aller Täler auf Grund zu kleiner Talmulden zu bestimmen. Eine für alle Proben einheitliche Vermessung der minimalen Probendicke mit Hilfe einer Bügelmessschraube gestaltet sich aus diesen Gründen schwierig.

Gerade im Hinblick auf die Bestimmung der Spannungen unter Zug- und Scherbelastung in der Anformebene ist zudem die mittlere Probendicke die wichtigere Kenngröße. Aus diesem Grund soll hier ein alternatives Verfahren vorgestellt werden, welches nicht zum Ziel hat, das in [DIN12] beschriebene Verfahren zu verbessern, sondern die Messung der mittleren Probendicke von angeformten Proben aus Zellstoff praktikabel und möglich zu machen. Der Grundgedanke des Verfahrens besteht darin, die mittlere Dicke  $\bar{d}$  über das Flächengewicht  $g$  einer Probe zu bestimmen, da dieses über das Gewicht der Probe  $m$  und ihre bekannte Fläche  $A$  einfach und genau zu bestimmen ist.

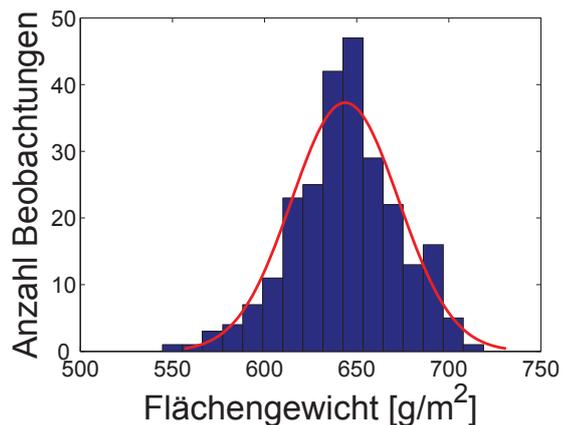
Über den Zusammenhang

$$g = \frac{m}{A} = \rho(\bar{d}) \cdot \frac{V}{A} = \rho(\bar{d}) \cdot \bar{d} \quad (6.2.13)$$

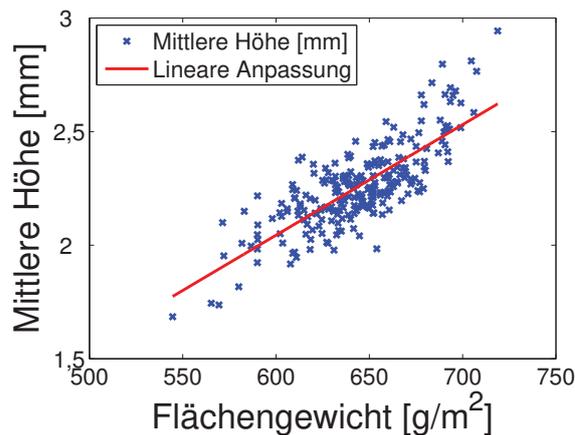
wird ersichtlich, dass Flächengewicht und mittlere Dicke über die Dichte voneinander abhängen. Jedoch ist grundsätzlich nicht anzunehmen, dass die Dichte über die gesamte Probendicke konstant ist (siehe Abbildung 6.2.1), da die unterschiedlichen Vlieschichten während des Anformens verschieden stark komprimiert werden. Weiterhin muss beachtet werden, dass die im Folgenden gefundenen Zusammenhänge nur unter konstanten klimatischen Bedingungen gelten, was jedoch im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen durch Klimatisierung im Klimaschrank gegeben ist.

In Abbildung 6.27a ist das Histogramm der Flächengewichtsverteilung der in Kapitel 6.2 beschriebenen Probenmessungen zu sehen. Die Flächengewichte folgen einer Normalverteilung, wie ein Test auf Normalität nach Shapiro-Wilk belegt. Dies spricht dafür, dass die angeformten Faservliese im Mittel über die gesamte Vliesfläche eine konstante mittlere Dicke besitzen. Die Abhängigkeit der gemessenen Probendicken vom Flächengewicht ist in Abbildung 6.27b dargestellt. Auf Grund der im Vorfeld angesprochenen Problematik der Höhenmessung streuen die Messwerte stark um die eingezeichnete Ausgleichsgerade. Dennoch ist erkennbar, dass mit steigendem Flächengewicht die gemessene Probendicke ansteigt. Es ist jedoch nach wie vor keine Aussage über die Lage der gemessenen Stellen im Höhenprofil möglich, d.h. es kann nicht mit Sicherheit gesagt werden, dass man jeweils globale Minima gemessen hat. Die gemessene Probendicke wird sich mit großer Wahrscheinlichkeit zwischen dem realen Dickenminimum der Probe und der mittleren Probendicke befinden.

Ziel ist es nun, das Höhenprofil der am Fachgebiet Maschinenelemente angeformten Faservliese, die als Basis für die Erstellung der Proben dienen, mit einem 3D-Laserscanner zu vermessen, um mit Hilfe des dadurch entstehenden Höhenprofils den realen Zusammenhang zwischen Flächengewicht und mittlerer Dicke zu bestimmen. Für die Messungen wird ein nach dem Verfahren der Lasertriangulation [Kat04] arbeitender 3D-Scanner Optix 400M der Firma *3D Digital Corp.* benutzt, der Oberflächenstrukturen in einem Abstand von 300 mm bis 600 mm scannt und mit Hilfe der mitgelieferten Software in ein Format überträgt, welches sich zur



(a)  $\mathcal{N}(643, 76; 29, 11)$ -Verteilung des Flächengewichts aller 250 gemessenen Proben, normalverteilt nach Shapiro-Wilk mit Signifikanzniveau  $\alpha = 5\%$ .



(b) Per Bügelmessschraube gemessene Proben dicken  $d$  aufgetragen über das Flächengewicht  $g$  der jeweiligen Probe. Rot eingezeichnet ist die Ausgleichsgerade  $d = -0.004867 \cdot g - 0.8762$ .

**Abbildung 6.27:** Histogramm der Flächengewichtsverteilung und Zusammenhang von gemessener Dicke und Flächengewicht.

Weiterverarbeitung eignet (aus der Menge der möglichen Formate wurde sich für die folgenden Untersuchungen für das .stl-Format entschieden). Der Scanner besitzt eine Auflösung von  $175\ \mu\text{m}$  (laut Datenblatt) für die Messung von Winkelunterschieden, ist also in der Lage, zwei Objekte voneinander zu unterscheiden, wenn ihr Abstand mehr als die zuvor genannte Distanz beträgt. Als Maß für die Genauigkeit in der Tiefenrichtung (z-Richtung) wird im Datenblatt eine Standardabweichung von  $35\ \mu\text{m}$  angegeben, die beschreibt, wie groß der Fehler bei einer Messung von Punkten auf einer ideal glatten Ebene ist (Standardabweichung deshalb, weil dieser Fehler normalverteilt ist, wie z.B. in [GRMB10] an Hand von Beispielen erläutert). Beide Angaben beziehen sich auf eine Messung im Abstand von  $300\ \text{mm}$ , bei Vergrößerung des Abstands des zu scannenden Objekts vergrößern sich die Fehler auf bis zu  $375\ \mu\text{m}$  bzw.  $120\ \mu\text{m}$  im Abstand von  $650\ \text{mm}$ . Die im Folgenden vorgestellten Scans wurden in einem Abstand von  $300\ \text{mm}$  bis  $310\ \text{mm}$  durchgeführt. Zur Sicherstellung der im Datenblatt angegebenen Genauigkeiten wird jeder Scanner mit einer angepassten Version der Scansoftware geliefert, die exakt abgestimmte Kalibrationsinformationen enthält.

Die Oberflächenbeschaffenheit der zu scannenden Faservliese ist matt und beige-weiß (Zellstoff aus Primärfasern) und sollte deshalb nicht zu durch Reflexionen bedingten Messungenauigkeiten in z-Richtung führen (vgl. [BVM03]). Um Randeffekte zu vermeiden, die entstehen, wenn die Bahn des Laserstrahls durch einen Hügel des Vlieses unterbrochen wird, darf der Winkel des Lasers zur Ebene des Faservlieses nicht zu klein werden, auch wenn dies möglicherweise in einer kleineren Scanfläche resultiert.

Die vorab vorgestellten Untersuchungen bzgl. des Flächengewichts haben gezeigt, dass sich dieses normalverteilt verhält. Um den gesuchten Zusammenhang zwischen mittlerer Dicke und Flächengewicht zu bestimmen, wird nun wie folgt verfahren:

1. Überprüfung der Genauigkeit des Laserscanners bei einem Abstand des zu scannenden Objektes von 300 mm bis 310 mm mit Hilfe eines plan gefrästen ( $R_z = 25 \mu\text{m}$ ) Stahlquaders. Die Prüffläche besitzt eine Breite von 10 cm und eine Höhe von 9 cm.
2. Herstellung von insgesamt 30 Proben aus 5 Anformvliesen (unterschiedlicher Anformchargen) mit einer Fläche von jeweils  $36 \text{ cm}^2$ .
3. Bestimmung des Flächengewichts der Proben durch Messung des Gewichts und optischer Flächenvermessung.
4. Abscannen der Proben mit Hilfe des Laserscanners und Ermittlung der mittleren Höhe.

Die Faserformvliese werden zum Scan mit der glatten Siebseite auf die plan gefräste Seite des 20 mm dicken Quaders aus Baustahl (S235JR) mittig aufgeklebt. Dazu wird das bereits im Kapitel 6.1.4 erwähnte Klebeband *3M 410M* verwendet, welches eine Dicke von 0,13 mm besitzt und das auf der nicht hügeligen Seite des Vlieses sehr gut haftet. Beim Verkleben wird darauf geachtet, dass die nicht geklebte Seite keinerlei Deformationen erfährt und dass keine Lufteinschlüsse zwischen Klebeband und Vliesunterseite entstehen. Zur Bestimmung des Nullpunkts bei der späteren Vermessung per 3D-Scanner ist der Quader derart dimensioniert, dass über den gesamten Umfang der zu scannenden Probe ein 15 mm breiter Streifen der plan gefrästen Quaderoberfläche liegt. Im späteren Verlauf ist deswegen zu beachten, dass die Dicke des Klebebandes bei der Berechnung des Höhenprofils herausgerechnet wird. Ebenfalls muss beachtet werden, dass die Rückseite des Vlieses (Siebseite) nicht durch den Laser erfasst wird. Auf Grund der engen Maschenweite und der Homogenität des Siebes ist diese Seite des Vlieses jedoch so glatt, dass sie im weiteren Verlauf als in z-Richtung konstant angenommen wird.

Um in einem ersten Schritt die Genauigkeit des Laserscanners bei dem oben genannten Scanabstand zu beurteilen, wird die plan gefräste Oberfläche des Quaders dreimal gescannt. Dazu wird der Quader in einem Abstand von 300 mm bis 310 mm senkrecht und mittig vor die Linse des 3D-Scanners gestellt und der Scan mit maximaler Auflösung gestartet. Die entstehende .stl-Datei wird zur weiteren Verarbeitung in *MATLAB* importiert. Es entsteht eine Matrix, die in jeder Zeile die 3 Raumkoordinaten eines Punktes enthält (die Tiefeninformationen sind in der z-Komponente der Vektoren gespeichert). Beim Betrachten der Punktwolke wird deutlich, dass die gescannte Punktwolke  $P_{\text{Scan}}$  (in diesem Fall eine Ebene) nicht ideal senkrecht zur Optik ist. Es findet deswegen zunächst eine Korrektur

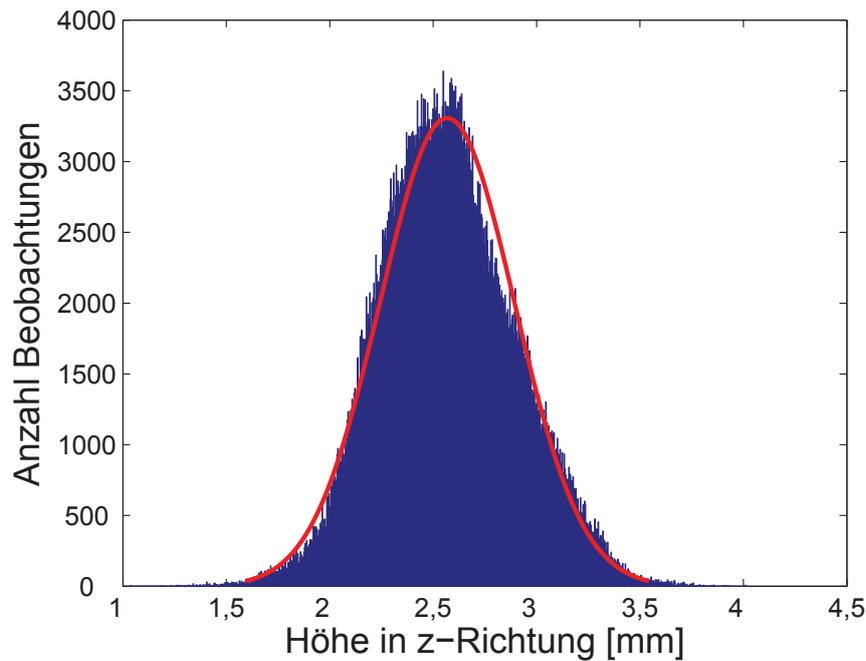
**Tabelle 6.9:** In *MATLAB* verarbeitete 3D-Scans des Kalibrationsquaders.

Nummer	Standardabweichung [ $\mu\text{m}$ ]
1	62
2	65
3	64

dieses Fehler statt, da ansonsten keine Bestimmung des Höhenprofils möglich ist. Dazu wird verfahren wie im Folgenden beschrieben:

1. Auf der gescannten Fläche werden ein oder mehrere Gebiete identifiziert, deren mittlere Höhe als Nullreferenzwert in z-Richtung benutzt wird. Im Fall der Kalibrierversuche ist dies die gescannte Fläche selbst, beim Scan der Faserformproben wurden dazu 4 jeweils 10 mm mal 10 mm Quadrate in den Ecken gewählt (Bereiche jeweils plan gefräst).
2. Die x-, y- und z-Koordinaten aller Punkte in der Vereinigung aller Gebiete aus dem vorherigen Schritt werden ermittelt.
3. Mit Hilfe der Methode der kleinsten Fehlerquadrate wird die Ebene  $E$  bestimmt, die den geringsten Abstand zu all diesen Punkten besitzt.
4. Aus der Punktwolke  $P_{\text{Scan}}$  werden diejenigen Punkte  $P_{\text{Scan}}^{\text{Objekt}}$  extrahiert, die dem zu scannenden Objekt zuzuordnen sind. Im Fall der Kalibrierversuche ist dies ein Rechteck auf der plan gefrästen Fläche.
5. Aus den xy-Koordinaten dieser Punkte und mit Hilfe der Ebenengleichung von  $E_{\text{Scan}}$  werden die z-Werte der Punkte bestimmt, die auf  $E_{\text{Scan}}$  liegen. Dies resultiert in der Punktmenge  $E_{\text{Scan}}^{\text{Objekt}}$ .
6. Die Differenz aller z-Werte von Punkten in  $P_{\text{Scan}}^{\text{Objekt}}$  und  $E_{\text{Scan}}^{\text{Objekt}}$  ergibt das reale Höhenprofil des Kalibrierbereichs bzw. der Probe.
7. Ggf. wird im letzten Schritt beim Scan einer Faserformprobe die Dicke des Klebstoffes subtrahiert.

In Tabelle 6.9 sind die Ergebnisse der durchgeführten Kalibrier-Scans zu sehen. Sowohl die Standardabweichung als auch die Wiederholgenauigkeit sind in Anbetracht der Tatsache, dass es sich nicht um eine ideal glatte Ebene handelt, im Rahmen der im Datenblatt angegebenen Toleranzen, und das vorgesehene Setup kann für den Scan der Faservliese benutzt werden (zudem ist die Oberfläche leicht reflektierend, was nach [BVM03] ebenfalls die Genauigkeit in z-Richtung beeinflusst).



**Abbildung 6.28:** Histogramm der Höhenprofilverteilung einer gescannten Probe.

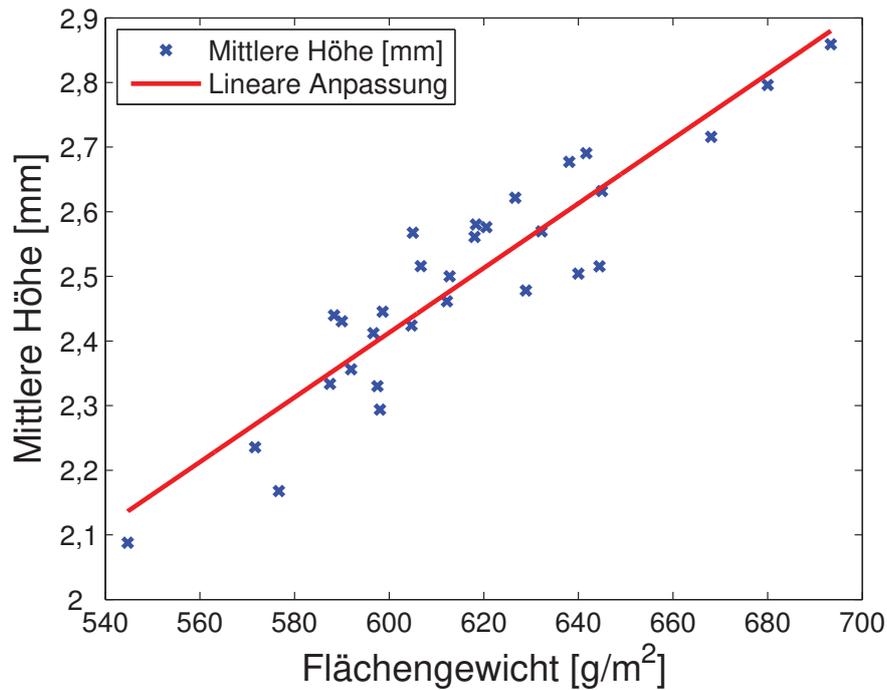
Im Anschluss an die Kalibrierung werden die Proben aus fünf Anformvliesen in einer Papier-Schneidemaschine auf eine Größe von 6 cm im Quadrat geschnitten und bei Normklima klimatisiert. Mit Hilfe des Halogenverdunstungsgeräts werden dann direkt nach der Entnahme aus dem Klimaschrank die Gewichte der Proben auf Mikrogramm genau bestimmt. In Tabelle 6.10 sind die ermittelten Werte zu sehen.

Nun kann mit dem Scan der Faservliese begonnen werden. Wie zuvor beschrieben werden diese auf der glatten Seite des Stahlquaders fixiert und mit dem gleichen Versuchsaufbau wie bei der Genauigkeitsüberprüfung gescannt. Um Fehler nicht in Betracht zu ziehen, die am Rand der gescannten Gebiete auf Grund des Verfahrens entstehen, wird zur Auswertung in *MATLAB* der untersuchte Bereich auf 5 cm mal 5 cm reduziert, was einer Fläche von 25 cm<sup>2</sup> entspricht. Die Gesamtfläche aller gescannten Probe beträgt demnach 750 cm<sup>2</sup>, was umgerechnet der Fläche von 75 *Arcan*-Proben gleichkommt.

Die Abbildung 6.28 zeigt die beispielhafte Verteilung des gescannten Oberflächenprofils von Probe 10. Der im Histogramm zu sehende Verlauf ist charakteristisch für alle 30 gescannten Proben. Neben dem Histogramm ist zudem im Bild auch die Anpassung der Histogrammdata an die Normalverteilung zu sehen. Ein Normalitätsplot unterstützt die Vermutung, dass die Verteilung einer Normalverteilung folgt. Im Mittelwert beträgt die Standardabweichung des Höhenprofils  $\Sigma = 317 \mu\text{m}$ , und unter Annahme der Normalverteilung bedeutet dies, dass in einem Intervall von  $\pm \Sigma = \pm 317 \mu\text{m}$  um die mittlere Probenhöhe in etwa 70 % der gemessenen Höhen liegen.

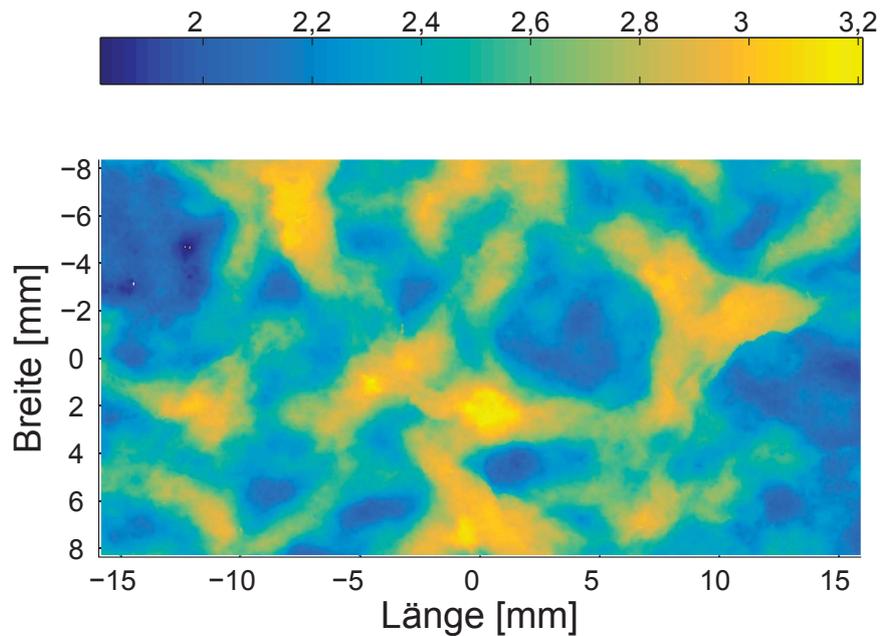
**Tabelle 6.10:** Ermitteltes Flächengewicht der gescannten Proben.

Nummer	Gewicht [g]	Flächengewicht [ $\text{g m}^{-2}$ ]
1	2,496	693,33
2	2,405	668,06
3	2,448	680,00
4	2,058	571,67
5	2,153	598,06
6	2,206	612,78
7	2,155	598,61
8	2,256	626,67
9	2,226	618,33
10	2,178	605,00
11	2,225	618,06
12	2,276	632,22
13	2,184	606,67
14	2,310	641,67
15	2,234	620,56
16	2,115	587,50
17	2,118	588,33
18	2,148	596,67
19	2,124	590,00
20	1,961	544,72
21	2,131	591,94
22	2,076	576,67
23	2,151	597,50
24	2,204	612,22
25	2,177	604,72
26	2,297	638,06
27	2,320	644,44
28	2,304	640,00
29	2,322	645,00
30	2,264	628,89



**Abbildung 6.29:** Lineare Anpassung von Flächengewicht  $g$  und mittlerer Probenhöhe  $\bar{d}$  bei Normklima ( $\theta = 23\text{ °C}$ , rel.Luftf.  $\varphi = 50\%$ ):  $\bar{d} = 0,005003 \cdot g - 0,589$  ( $R_{\text{adj}}^2 = 0,8450$ ,  $RMSE = 0,07$ ).

Die gemessenen mittleren Probendicken werden nun in Bezug zu den in Tabelle 6.10 dargestellten Flächengewichten gesetzt. Die Ergebnisse der linearen Anpassung sind in Abbildung 6.29 zu sehen. Das Diagramm bestätigt im Zusammenhang mit den ermittelten Standardabweichungen beim 3D-Scan die im Vorfeld getätigte Vermutung, dass sich die per Bügelmessschraube gemessenen Dicken zwischen der realen minimalen Dicke und der mittleren Dicke bewegen. Weiterhin ist zu sehen, dass die durch den Laserscan gemessenen mittleren Probendicken ca. 0,3 mm größer sind als die per Bügelmessschraube bestimmten bei, bis auf einen Fehler von 3%, gleicher Steigung der Ausgleichsgeraden. Über diesen Zusammenhang kann nun mit Hilfe des Flächengewichts einer im Klimaschrank konditionierten Probe die mittlere Höhe bestimmt werden. Dabei ist, wie bereits erwähnt, darauf zu achten, dass sich die per 3D-Scanner erfassten, mittleren Höhen auf das Flächengewicht unter Normalbedingungen beziehen. Bei Untersuchungen am Fachgebiet Maschinenelemente [Sch12] wurde experimentell ermittelt, dass im Klimaschrank bei  $\theta = 20\text{ °C}$  und rel. Luftfeuchte von  $\varphi = 50\%$  konditionierte Faserformproben nach der Entnahme und anschließender Aufbewahrung im Raumklima ( $\theta = 20\text{ °C}$ , rel.Luftf.  $\varphi = 30\%$ ) nach 10 Minuten ein Gewicht von 0,5% verlieren. Dieser Fehler überträgt sich in gleicher Größe auf das Flächengewicht. Bei einem beispielhaft angenommenen Flächengewicht von  $623\text{ g m}^{-2}$  bedeutet dies eine Reduktion des Flächengewichts auf  $620\text{ g m}^{-2}$ , was in einem Fehler von 0,015 mm bei der mittleren Höhe resultiert. Dabei ist zu außerdem bedenken, dass sich die genannte Feuchtigkeitsdifferenz nach 10 Minuten



**Abbildung 6.30:** Oberflächenprofil einer *Arcan*-Probe gescannt unter einem *ALICONA* InfiniteFocus-Oberflächenprüfgerät.

einstellt, die Gewichtsbestimmung in der Realität aber in der Regel in einem Zeitraum von unter 1 Minute stattfindet. Kapitel 6.2.3 untersucht das Feuchtigkeit-Anpassungsverhalten im Detail und liefert weitere Abschätzungen im Hinblick auf den dadurch resultierenden Fehler im Flächengewicht.

Zur Verifikation der durch den Laserscanner ermittelten Daten wurde das Oberflächenprofil einer Probe (*Arcan*-Probe, Fläche  $A = 40 \text{ mm} \cdot 25 \text{ mm}$ ) mit Hilfe eines *ALICONA* InfiniteFocus-Formmessgeräts vermessen. Die Auswertung der Messdaten erfolgte im Anschluss ebenfalls in *MATLAB*. Dabei fand das beschriebene Verfahren zur Bestimmung der Nullhöhe beim 3D-Scanner Anwendung. In Abbildung 6.30 ist das gescannte Oberflächenprofil der Probe zu sehen, die mittlere Probenhöhe beträgt  $2,315 \text{ mm}$  bei einem Flächengewicht von  $570,31 \text{ g m}^{-2}$ . Die Standardabweichung beträgt  $270 \text{ }\mu\text{m}$  und ist damit leicht geringer als die mittlere Standardabweichung bei den zuvor untersuchten Proben, was auf Grund der kleineren Fläche zu erwarten ist.

Insgesamt konnte gezeigt werden, dass die Vermessung der Oberflächenprofile der Faservliese mit Hilfe eines 3D-Scanners die Herstellung eines Zusammenhangs zwischen Flächengewicht und mittlerer Probendicke ermöglicht (s. Abbildung 6.29). Die hier vorgestellten Untersuchungen wurden allesamt bei konstanten klimatischen Bedingungen durchgeführt, wobei eine Betrachtung von Fehlergrößen resultierend aus Abweichungen der relativen Luftfeuchtigkeit zu dem Ergebnis gekommen ist, dass sich diese im Bereich von Mikrometern bewegen. Als zeitlicher Maßstab für die Analyse der Absorptions- bzw. Desorptionseffekte wurde eine Zeitspanne

von 10 min gewählt, da dieses Intervall die Dauer von der Probenentnahme aus dem Klimaschrank bis zur Fertigstellung des Versuchs überdeckt. Die durchgeführten Messungen mit dem 3D-Scanner wurden im Anschluss durch Versuche in einem *ALICONA*-Formmessgerät verifiziert.

### 6.2.3 Hygroskopische Eigenschaften

Das Fasernetzwerk ist, wie bereits in den vorherigen Kapiteln erwähnt, auf Grund seiner inter- und intralaminaren Poren stark abhängig von den umgebenden klimatischen Bedingungen. Dies kann wegen der temperatur- und feuchtigkeitsabhängigen Dimensionsänderungen bei anisotropen Fasermaterialien zu unterschiedlichem mechanischen Verhalten führen, da bedingt durch die starken hygrothermalen Deformationen Eigenspannungen im Material entstehen [HT80]. Für die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Probenkörper aus Zellstoff ist dies jedoch für die mechanischen Eigenschaften in der Anformebene nicht in hohem Maße zu erwarten, da im Kapitel 6.2.1 nachgewiesen wurde, dass sich das Material vor Deformationsbeginn nahezu isotrop verhält. Dennoch besitzt das Umgebungsklima, insbesondere die relative Luftfeuchtigkeit, einen großen Einfluss auf das mechanische Gesamtverhalten der Proben, weil sowohl die Faser [Wei00] selbst als auch die Faser-Faser-Bindungsmechanismen [HHS06, Wol04] direkt durch die Materialfeuchtigkeit geprägt werden.

Aus diesem Grund wurde das hygroskopische Verhalten der Zellstoffproben am Fachgebiet Maschinenelemente untersucht [Sch12]. Im Folgenden wird ein tiefgreifendes Verständnis der zu Grunde liegenden Diffusionsprozesse mit dem Ziel angestrebt, die gewonnenen Erkenntnisse in einem weiteren Schritt in eine ganzheitliche Modellierung des Materialverhaltens mit einfließen zu lassen. In den durchgeführten Untersuchungen wurden Zellstoffproben mit einer Breite von 30 mm und einer Länge von 75 mm untersucht. Durch ein Screening konnte nachgewiesen werden, dass sowohl die untersuchte Presskraft (ungepresst (0 bar), gepresst (50 bar)) als auch das Flächengewicht der Proben ( $600 \text{ g m}^{-2}$  bis  $1000 \text{ g m}^{-2}$ ) keinen signifikanten Einfluss auf hygroskopische Verhalten der Proben besitzen [Sch12]. Im weiteren Verlauf der durchgeführten Versuche wurden deshalb ungepresste Proben mit einem Flächengewicht von  $600 \text{ g m}^{-2}$  betrachtet. Vor den Versuchen wird das Trockengewicht jeder Probe mit einem Halogenverdunstungsgerät bestimmt, so dass durch einfaches Wiegen der Proben während der Versuche die jeweilige durchschnittliche Feuchtigkeitskonzentration ermittelt werden kann.

Die beiden wesentlichen physikalischen Gesetze (in ihrer allgemeinen, dreidimensionalen Form), die die Wärme- und Feuchtigkeitsdiffusion beschreiben, sind zum einen für den Wärmetransport das Fouriersche Gesetz

$$h = -\kappa \nabla \theta \quad (6.2.14)$$

mit der Wärmestromdichte  $h$ , der Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$  sowie dem Temperaturgradient  $\nabla\theta$ , und zum anderen das erste Fick'sche Gesetz

$$J = -K_H \nabla c \quad (6.2.15)$$

mit der Teilchenstromdichte  $J$ , dem Diffusionskoeffizienten  $K_H$  sowie dem Konzentrationsgradienten  $\nabla c$  [And07]. Obwohl sich die temperatur- und feuchtigkeitsbedingten Diffusionsprozesse gegenseitig beeinflussen, können letztere separat betrachtet werden, da die Wärmediffusion in der Regel  $10 \cdot 10^6$ -mal schneller abläuft [HT80]. Wegen der hier untersuchten Probengeometrie ( $h \ll b$  sowie  $h \ll l$ ) wird zudem nur der eindimensionale Fall der Feuchtigkeitsdiffusion in  $z$ -Richtung betrachtet [MBGK93]. Für diesen Fall wird in [HT80] aus Energieerhaltungssatz und erstem Fick'schen Gesetz die eindimensionale Form des zweiten Fick'schen Gesetzes

$$K_H \cdot \frac{\partial^2 c}{\partial z^2} = \frac{\partial c}{\partial t} \quad (6.2.16)$$

hergeleitet, die im Folgenden bei der Modellierung der durchgeführten Versuche Anwendung findet. Die Gleichung wird als partielle Differentialgleichung mit den Randbedingungen

1.  $c = c_0$  für  $0 < z < \bar{d}$  für  $t \leq 0$
2.  $c = c_\infty$  für  $z = 0$  und  $z = \bar{d}$  für  $t > 0$

gelöst, indem sie mit Hilfe einer linearen Transformation in eine gewöhnliche Differentialgleichung auf einem unendlich dimensionalen Raum überführt wird [Chi06]. Mit  $c_0$  wird die initiale Feuchtigkeitskonzentration bezeichnet,  $c_\infty$  beschreibt die Feuchtigkeitskonzentration im Equilibrium, also nach Sättigung. Die Lösung lautet

$$\frac{\bar{c} - c_0}{c_\infty - c_0} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{j=0}^{\infty} \frac{1}{(2j+1)^2} \exp\left(-\frac{(2j+1)^2 \pi^2 K_H t}{\bar{d}^2}\right), \quad (6.2.17)$$

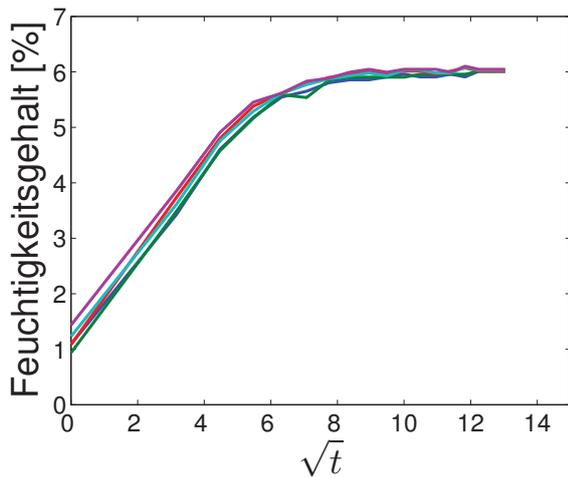
wobei sich der mit dem Halogenverdunstungsgerät gemessene, durchschnittliche Feuchtigkeitsgehalt der Probe gerade mit

$$\bar{c} = \frac{1}{\bar{d}} \int_0^{\bar{d}} c \, dz \quad (6.2.18)$$

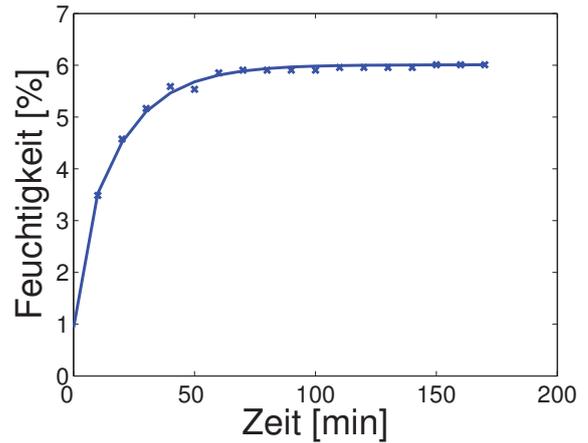
ergibt. Diese Lösung ist sowohl für Absorptions- als auch Desorptionsprozesse gültig [HT80]. Laut [MBGK93] lässt sich die Lösung für kleine Zeiten  $t$  auch schreiben als

$$\frac{\bar{c} - c_0}{c_\infty - c_0} = 4 \left( \frac{K_H t}{\pi \bar{d}^2} \right)^{1/2}, \quad (6.2.19)$$

d.h. unter der Annahme, dass ein betrachteter Diffusionsprozess den Fick'schen Gesetzen gehorcht, ist der Anstieg des Feuchtegehalts zu Beginn des Prozesses proportional zu  $(t/\bar{d}^2)^{1/2}$ .



(a) Feuchtigkeitsverlauf über  $\sqrt{t}$  während des Absorptionsversuches.



(b) Berechnete, durchschnittliche Feuchtigkeit  $\bar{c}_{\text{Modell}}$  bei Probe 2.

**Abbildung 6.31:** Bestimmung von Diffusionskoeffizient und exemplarische Modellierung von  $\bar{c}_{\text{Modell}}$  nach Fick.

Im ersten Schritt wird aus einer Absorptionsversuchsreihe mit 5 Proben der Diffusionskoeffizient  $K_{\text{H}}$  bestimmt. Die Proben wurden dazu jeweils im Ofen bei  $70^\circ\text{C}$  getrocknet, bis sich eine durchschnittliche Feuchtigkeit  $\bar{c}_0 = 1,157\%$  eingestellt hat. Im Anschluss daran wurden diese in einem Klimaschrank unter Normklima (Temperatur  $\theta = 23^\circ\text{C}$ , relative Luftfeuchtigkeit  $\varphi = 50\%$ ) klimatisiert, wobei in einem Abstand von 10 Minuten das jeweilige Probengewicht bestimmt wurde. Nach 150 bis 170 Minuten hat sich bei allen fünf Proben eine Sättigungsfeuchtigkeit eingestellt. In Abbildung 6.31a ist der Feuchtigkeitsverlauf aller 5 gemessenen Proben über die Quadratwurzel der Zeit zu sehen. Wie in [MBGK93] beschrieben, ist die gemessene Probenfeuchtigkeit zu Beginn proportional zu  $\sqrt{t}$ . Ebenfalls zu erkennen ist, dass sich am Ende des Versuchs jeweils die Equilibriumsfeuchtigkeit  $c_\infty$  eingestellt hat. Aus der initialen Feuchtigkeit  $c_0$  sowie der Sättigungsfeuchtigkeit  $c_\infty$  lässt sich über die lineare Steigung der Graphen zu Beginn der Versuche der jeweilige Diffusionskoeffizient  $K_{\text{H}}$  über Gleichung (6.2.19) bestimmen [HT80]. In Tabelle 6.11 sind die Ergebnisse dieser Berechnung zu sehen.

Mit Gleichung (6.2.17) wird dann die durchschnittliche Feuchtigkeit  $\bar{c}_{\text{Modell}}$  in *MATLAB* aus  $c_0$ ,  $c_\infty$  und  $K_{\text{H}}$  bestimmt. Die Anpassungsgüte des berechneten Wertes für jeden Versuch sowie die Wurzel aus der mittleren quadratischen Abweichung sind gleichermaßen in Tabelle 6.11 aufgeführt. Bei allen 5 Proben liefert das eindimensionale Fick'sche Diffusionsmodell sehr gute Ergebnisse, wie die hohen  $R^2$ -Werte zeigen. Abbildung 6.31b zeigt exemplarisch  $\bar{c}_{\text{Modell}}$  und die gemessenen Feuchtigkeiten bei Probe 2.

Im Anschluss werden insgesamt 9 durchgeführte Anpassungsversuche untersucht, bei denen sowohl Absorption als auch Desorption von Feuchtigkeit auftrat. Bei diesen Versuchen wurden

**Tabelle 6.11:** Diffusionskoeffizienten ermittelt aus Absorptionsversuchen sowie die jeweiligen Modellanpassungsgüten.

Probe	$K_H$ [ $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ]	$R^2$	RMSE [ $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ]
1	$0,6228 \cdot 10^{-9}$	0,9952	0,0839
2	$0,5863 \cdot 10^{-9}$	0,9976	0,0604
3	$0,6310 \cdot 10^{-9}$	0,9979	0,0551
4	$0,6454 \cdot 10^{-9}$	0,9952	0,0825
5	$0,6512 \cdot 10^{-9}$	0,9973	0,0585
Mittelwert	$0,6274 \cdot 10^{-9}$		

jeweils drei Faserformproben über die Dauer von einem Tag unter einem definierten Klima im Klimaschrank bei Temperaturen von  $20^\circ\text{C}$ ,  $35^\circ\text{C}$  und  $50^\circ\text{C}$  und relativen Luftfeuchtigkeiten von 30%, 55% und 80% gelagert, damit sich die Sättigungsfeuchtigkeiten  $\bar{c}_\infty$  einstellen. Nach der Entnahme aus dem Klimaschrank wurden die Proben so lange dem Laborklima (Temperatur  $\theta_{\text{Labor}} \approx 20^\circ\text{C}$  sowie rel. Luftfeuchtigkeit  $\varphi_{\text{Labor}} \approx 30\%$ ) ausgesetzt, bis sich auch hier die jeweilige Sättigungsfeuchtigkeit  $c_\infty$  eingestellt hatte. Im Rahmen der betrachteten Anpassungsversuche gilt  $c_0 = \bar{c}_\infty$ , die initialen Feuchtigkeiten vor Beginn der Anpassung entsprechen also der Sättigungsfeuchtigkeit nach der Lagerung im Klimaschrank.

Um die Anwendbarkeit des Fick'schen Diffusionsmodells zu prüfen, wird für jede der 9 durchgeführten Klimakonfigurationen durch Mittelwertbildung ( $n = 3$ ) die initiale Feuchtigkeit  $c_0$  sowie die Sättigungsfeuchtigkeit  $c_\infty$  ermittelt und dann mit Hilfe von Gleichung (6.2.19) der Diffusionskoeffizient bestimmt, um aus diesen Werten unter Benutzung von Gleichung (6.2.17) die berechnete Feuchtigkeit  $\bar{c}_{\text{Modell}}$  herzuleiten. In Tabelle 6.12 sind die Anpassungsgüten und die Diffusionskoeffizienten für die 9 Konfigurationen zu sehen. Wie in [HT80] beschrieben, hängt der berechnete Diffusionskoeffizient von der Temperatur ab (die Werte für  $\theta = 50^\circ\text{C}$  unterscheiden sich stark von den anderen Temperaturstufen), ein dort beschriebener, exponentieller Zusammenhang kann statistisch jedoch nicht nachgewiesen werden. Die im Verhältnis zu den anderen Konfiguration schlechtere Anpassungsgüte bei Versuch 5 lässt sich auf die große Streuung der drei durchgeführten Einzelversuche untereinander zurückführen. Um diesen Wert zu verbessern wären weitere Versuche notwendig, die im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt werden. Bei allen anderen Konfigurationen entsprechen die gemessenen Feuchtigkeitskonzentrationen bis auf kleine Fehler den berechneten Modellwerten, so dass sich als Ergebnis festhalten lässt, dass der eindimensionale Fall des Fick'schen Diffusionsgesetzes das Diffusionsverhalten der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Zellstoffproben sehr gut beschreibt.

Aus der Gesamtheit der Anpassungs- und Absorptionsversuche wird nun ein Zusammenhang zwischen der Sättigungsfeuchtigkeit  $c_\infty$  und dem Klima bestehend aus Temperatur  $\theta$  und

**Tabelle 6.12:** Modellanpassungsgüten der Anpassungsversuche bei unterschiedlichen Klimata.

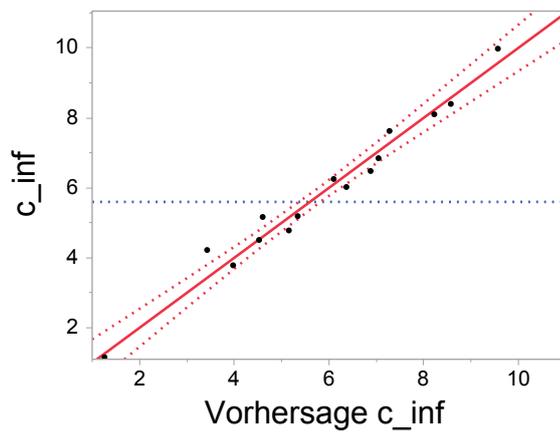
Konfiguration	Temperatur [°C]	rel. Luftf. [%]	$K_H$ [ $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ]	$R^2$	RMSE
1	20	30	$0,457 \cdot 10^{-9}$	0,951 1	0,058
2	20	55	$0,375 \cdot 10^{-9}$	0,986 5	0,037
3	20	80	$0,388 \cdot 10^{-9}$	0,971 0	0,195
4	35	30	$0,529 \cdot 10^{-9}$	0,961 8	0,058
5	35	55	$0,391 \cdot 10^{-9}$	0,617 5	0,089
6	35	80	$0,513 \cdot 10^{-9}$	0,936 6	0,211
7	50	30	$1,434 \cdot 10^{-9}$	0,815 5	0,067
8	50	55	$1,649 \cdot 10^{-9}$	0,946 8	0,031
9	50	80	$0,278 \cdot 10^{-9}$	0,944 7	0,035

relativer Luftfeuchtigkeit  $\varphi$  ermittelt. Dazu wird nach Sichtung der gemessenen Werte angenommen, dass sowohl Temperatur als auch Luftfeuchtigkeit für sich Einfluss auf die Equilibriumsfeuchtigkeit besitzen, zudem aber auch Wechselwirkungen der beiden Parameter untereinander existieren. Die Software *JMP*® (Version 11.1.1, SAS Institute Inc., Cary, NC, 1989-2013) berechnet ein Modell (s. Abbildung 6.32a) mit einer Anpassungsgüte von  $R^2 = 0,98$  ( $RMSE = 0,396$ ) der Form

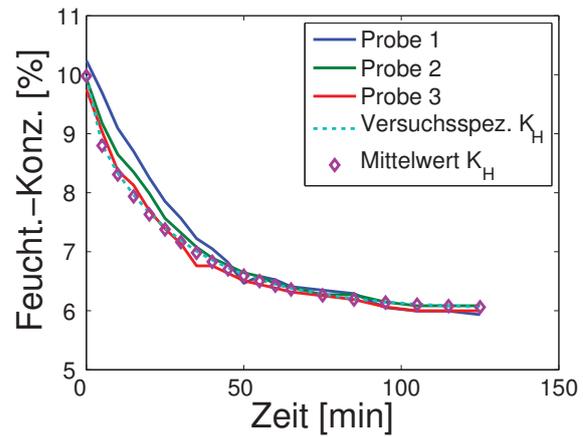
$$\begin{aligned}
 c_\infty = & 3,603\,777\,696\,346\,8 \\
 & -0,056\,637\,458\,646\,9 \cdot \theta \\
 & +0,080\,962\,907\,631\,61 \cdot \varphi \\
 & +(\theta - 38,75)(-0,001\,060\,157\,888\,3 \cdot (\varphi - 48,937\,5)).
 \end{aligned} \tag{6.2.20}$$

Mit dieser Formel kann also die Sättigungsfeuchtigkeit der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Zellstoffproben in einem Temperaturbereich von 20 °C bis 50 °C und einem Luftfeuchtigkeitsbereich von 30 % bis 80 % rechnerisch ermittelt werden. Zudem wird der Mittelwert aller berechneten Diffusionskoeffizienten  $\bar{K}_H = 6,273\,5 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  berechnet und mit diesem die Modellberechnung für die durchgeführten Versuche wiederholt. Bei den Absorptionsversuchen verschlechtert sich dadurch der  $R^2$ -Wert um maximal  $2,8 \cdot 10^{-3}$ , und das Modell liefert nach wie vor eine ausgezeichnete Anpassung an die gemessenen Versuchswerte.

Anders stellt sich die Situation bei den Anpassungsversuchen dar, hier nimmt die Anpassungsgüte im Schnitt um 0,2 ab. Aus diesem Grund wird algorithmisch der minimale Diffusionskoeffizient im Intervall  $K_H^{\min} \leq K_H \leq K_H^{\max}$  (Minimum und Maximum sind aus den Tabellen 6.11 und 6.12 zu entnehmen) bestimmt, für den die Anpassungsgüte bei den Absorptionsversuchen nicht kleiner als  $R_{\min}^2 = 0,9$  ist. Dies ist für  $K_H^{\text{opt}} = 3,979 \cdot 10^{-10}$  der Fall. Mit  $K_H^{\text{opt}}$  werden nun die Berechnungen für die Anpassungsversuche wiederholt. Bis auf die Konfigurationen 5, 7 und 8 gilt für alle Anpassungsgüten bei den Anpassungsversuchen



(a) Beobachtete Werte über Vorhersagewerten der Modellanpassung in *JMP*®.



(b) Mess- und Modellwerte für den versuchsspezifischen Diffusionskoeffizienten sowie  $K_H^{\text{opt}}$  bei Konfiguration 2.

**Abbildung 6.32:** Sättigungsfeuchtigkeit als Funktion von Temperatur und relativer Luftfeuchtigkeit (links) sowie exemplarische Anpassung bei Konfiguration 2.

dann ebenfalls  $R^2 > 0,9$ . Die schlechte Anpassungsgüte bei Klimastufe 5 selbst bei dem speziell für den Versuch ermittelten Diffusionskoeffizienten sowie die große Abweichung der Diffusionskoeffizienten bei den Konfigurationen 7 und 8 deuten auf eine nicht ausreichend große Datenbasis bei der Bestimmung des Modells hin. In Abbildung 6.32b sind die Ergebnisse der Modellierung sowohl für den versuchsspezifischen Diffusionskoeffizienten als auch den Diffusionskoeffizienten  $K_H^{\text{opt}}$  dargestellt.

Es wurden sowohl Anpassungsversuchsreihen trockener Proben an das Normklima als auch Absorptions- bzw. Desorptionsversuche von im Klimaschrank konditionierten Proben an das Laborklima durchgeführt. Dabei wurde ein für die untersuchten Klimabedingungen optimaler Diffusionskoeffizient berechnet, der die Vorhersage der experimentell ermittelten Zeit-Feuchtigkeitskonzentrations-Zusammenhänge mit einer Anpassungsgüte von mindestens 0,9 ermöglicht. Bei Kenntnis der initialen Probenfeuchtigkeit  $c_0$  ist es also möglich, das Feuchtigkeitsaufnahmeverhalten in Abhängigkeit von der Zeit allein aus diesem Diffusionskoeffizienten  $K_H^{\text{opt}}$  sowie der aus dem Zielklima über (6.2.20) ermittelten Sättigungsfeuchtigkeit  $c_\infty$  vorherzusagen.

## Kapitel 7

### Versuchsergebnisse und Diskussion

Im Folgenden werden die zur Klassifikation des Materialverhaltens durchgeführten Versuche vorgestellt. Dabei erfolgt zunächst die Präsentation der jeweiligen Versuchsergebnisse, bevor diese im Anschluss daran interpretiert und diskutiert werden. Insbesondere bei den Versuchen in z-Richtung wird zu Beginn der Versuchsaufbau aufbauend auf den Erkenntnissen aus Kapitel 6.1.4 im Detail beschrieben. Grundsätzlich sei nochmals erwähnt, dass die Proben, nachdem diese aus den angeformten Faservliesen herausgestanzt wurden, zunächst im Klimaschrank für die Dauer von einem Tag klimatisiert werden. Dann erfolgt die Vermessung von Dicke (Dreipunktmessung) und Gewicht unter Beachtung der in Kapitel 6.2.2 erwähnten Zeitmaßgaben. Darauf folgend werden die Probenkörper wieder für die Dauer von einem Tag im Klimaschrank unter Normklima klimatisiert. Während der Durchführung der Versuche wird streng darauf geachtet, dass der jeweilige Probenkörper erst direkt vor Fixierung in den Klemmen aus dem Klimaschrank entnommen wird, um aus der Probenfeuchtigkeit resultierende Effekte möglichst zu minimieren.

Wie in Kapitel 6.2.1 beschrieben, wird initial eine Isotropie in der mit Anformebene bezeichneten Probenebene angenommen. Dazu orthogonal ist die Dickenrichtung oder z-Richtung der Probe, in der auf Grund der sich im Anformprozess bildenden Lagenstruktur in z-Richtung ein qualitativ anderes Materialverhalten erwartet wird. Die durchzuführenden Versuche unterteilen sich demnach qualitativ in Zug-, Druck- und Scherversuche in der Anformebene und in der dazu orthogonalen Richtung. Die im Kapitel 6.1.7 in Abbildung 6.14 gezeigte starke Abhängigkeit der Poissonzahl  $\nu_{xy}$  von der Dehnung in Zugrichtung spricht für eine lastinduzierte Anisotropie, die ebenfalls untersucht wird. Zusätzlich zu den klassischen Belastungspfaden werden zudem Hystereseversuche durchgeführt, bei denen die Probenkörper abwechselnd mit konstanter Prüfgeschwindigkeit progressiv belastet und anschließend entlastet werden, bis die gemessene Kraft verschwindet. Zur Verifikation und Validierung von Versuchs- und Modellergebnissen, auch im Hinblick auf die im Folgekapitel durchgeführten Simulationen, werden uniaxiale Zugversuche in der Anformebene bei einer Probe mit Loch sowie gekoppelte Zug- und Scherversuche in z-Richtung durchgeführt. Ebenfalls Gegenstand

der Untersuchungen ist das zeitabhängige Materialverhalten der Zellstoffproben, welches in Form von Kriech- sowie Spannungsrelaxationsversuchen realisiert wird.

Zu jedem durchgeführten Klassifikationsversuch werden repräsentative Diagramme sowie (in der Regel) eine Tabelle angegeben, die die statistische Auswertung der im Rahmen des Versuchs ermittelten Kenngrößen enthält. Die Angabe von Mittelwert, Standardabweichung und Konfidenzintervall impliziert dabei, soweit nicht anderweitig postuliert, die Normalität der Kenngrößenverteilungen. Das Verfahren zur Ermittlung statistischer Ausreißer wird einmalig vorgestellt und im weiteren Verlauf kontinuierlich angewendet, sofern dies notwendig ist.

Einen Spezialfall bilden die durchgeführten Hystereseversuche, die im Wesentlichen dazu dienen, die Änderungsverhalten von Elastizitäts- bzw. Schubmoduln und der Fließgrenzen zu bewerten. Da die vorgestellten Hystereseversuche allesamt mit einer konstanten Dehnrates durchgeführt werden, ist auf Grund der gleichen physikalischen Materialeigenschaften zu erwarten, dass auch das Werkstoffverhalten im Hinblick auf Dehnungen und Spannungen unter alternierender Belastung und Entlastung im statistischen Sinne normal ist. Dies wird für jeden einzelnen Hysterese-Ast und jeden Kennwert separat im Vorfeld der Auswertung mit den in Kapitel 5 vorgestellten Hilfsmitteln überprüft.

### 7.1 Versuche in der Anformebene

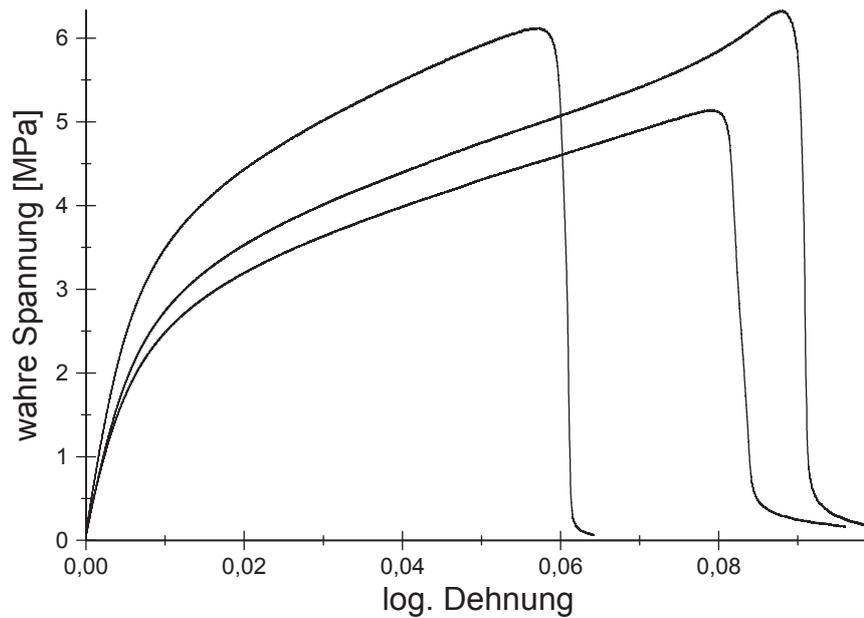
Die Durchführung der Versuche in der Anformebene erfolgt nach den in den Kapiteln 6.1.1, 6.1.2 und 6.1.3 vorgestellten Versuchsaufbauten und Normen unter Normalklima ( $\theta = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$ , rel. Luftfeuchtigkeit  $\varphi = 50\%$ ). Etwaig auftretende Ausreißer lassen sich qualitativ unterteilen in Ausreißer, die während des Versuchs identifiziert werden (z.B. fehlgeschlagene optische Dehnungsmessung oder ein hörbares, durch zu weit durchgedrungenen Klebstoff bedingtes, Knackgeräusch) sowie Ausreißer, die sich durch die nachträgliche statistische Betrachtung ergeben. Zu den während der Versuche identifizierten Ausreißern gehören weiterhin auch solche, bei denen die Rissausbildung zu nah an den Klemmen stattfindet. Bei allen Versuchsreihen werden beide Ausreißertypen explizit zu Beginn der Beschreibung erwähnt. Das Vorgehen zur Identifikation der Ausreißer mit statistischen Hilfsmitteln wird zu Beginn des nächsten Kapitels ausführlich beschrieben. Grundsätzlich werden die zur Auswertung relevanten Prüfgrößen per Shapiro-Wilk-Test auf Normalverteilung untersucht. Ist diese Prüfung nicht positiv, also besteht Grund zur Annahme, dass die jeweilige Kenngröße nicht normalverteilt ist, wird die Verteilung der Residuen dieser per Normalitätsplot und Histogramm von Hand untersucht. Die in diesem Prozess identifizierten Proben werden als statistische Ausreißer bezeichnet.

### 7.1.1 Uniaxiale Zugversuche in der Anformebene

Insgesamt werden 30 klassische Zugversuche und 20 Hystereseversuche durchgeführt. Zusätzlich zur integralen Wegmessung erfolgt dabei eine lokale Dehnungsmessung mit Hilfe einer Kamera und der in Kapitel 6.1.7 vorgestellten Software *ncorr*. Wegen technischer Probleme bei der Videoaufnahme können die Proben 1, 20 und 23 aus der Menge der fortlaufend nummerierten Proben nicht verwendet werden, es bleiben also 27 Zugversuche zur weiteren Untersuchung übrig. Aus den gleichen Gründen ist die einzelne Probe 2 bei den durchgeführten Hystereseversuchen nicht für die Auswertung benutzbar.

In Abbildung 7.1 sind drei repräsentative Spannungs-Dehnungs-Diagramme der auswertbaren Zugversuche zu sehen. Die Berechnung der wahren Spannung erfolgt über die Betrachtung der realen Probenbreite im optischen Verschiebungs- und Dehnungsmessverfahren. Die insgesamt 27 untersuchten Proben weisen trotz der Bemühungen um Homogenität (s. Kapitel 6.2) eine erkennbare Streuung auf, die sich insbesondere in den Kenngrößen E-Modul, Bruchspannung und Bruchdehnung zeigt. Alle Versuche zeichnet der geringe linear elastische Anteil aus. Das Materialverhalten ist demnach entweder nahezu sofort nichtlinear (visko-)elastisch oder plastisch, was im Folgenden weiter untersucht wird. Tabelle 7.1 zeigt die ermittelten Kenngrößen von 27 Versuchen mitsamt statistischer Auswertung. Nochmal wiederholt sei, dass die statistischen Größen Mittelwert  $\mu$ , Standardabweichung  $\Sigma$  und das Konfidenzintervall  $I_\alpha$  in der Einheit der ursprünglich untersuchten Kenngröße angegeben werden. Diese Einheiten sind in der Tabelle in der ersten Spalte angegeben. Variationskoeffizient  $c_v$  und Quartildispersionskoeffizient  $qcod$  sind einheitenlos und setzen die Streuung (Standardabweichung bzw. Interquartilabstand) ins Verhältnis zum Mittelwert (bzw. zum Median). Ebenfalls angegeben sind in der Spalte *SW* die Ergebnisse der jeweiligen Überprüfungen auf Normalverteilung per Shapiro-Wilk-Test. Alle angegebenen Kenngrößen bis auf den Elastizitätsmodul sind demnach normalverteilt. Eine Sichtprüfung des Normalitätsplots (Abbildung 7.2) der Residuen des Elastizitätsmoduls ergibt, dass die Proben 5 und 7 im Verhältnis zur Menge der anderen Proben ein Residuum aufweisen, welches einen großen Abstand zur durch das erste und dritte Quartil beschriebenen Geraden besitzt. Wird der SW-Test ohne diese beiden Proben wiederholt (bei nun insgesamt 25 Proben), ist auch die Kenngröße Elastizitätsmodul normalverteilt. Die gesamte statistische Auswertung wird ohne Ausreißer wiederholt. Das Ergebnis ist in Tabelle 7.2 dargestellt.

Auffallend ist die geringe Fließgrenze, die bei einer Dehnung von  $\epsilon^F \approx 0,5\%$  liegt, bei gleichzeitig kleiner Streuung. Dass diese algorithmisch ermittelte Fließgrenze in der Tat Plastizität beschreibt und kein dehnratenabhängiger Effekt ist, wird im weiteren Verlauf dieses Kapitels im Rahmen eines Hystereseversuchs mit kurzen Verfahrensschritten belegt. Eine mögliche Erklärung für das schnelle Eintreten von Plastizität ist der grundsätzliche Aufbau



**Abbildung 7.1:** Spannungs-Dehnungs-Diagramm der uniaxialen Zugversuche der Proben 6, 9 und 10 in der Anformenebene.

**Tabelle 7.1:** Aus den Zugversuchen in der Anformenebene ermittelte Kennwerte.

Bezeichnung	Mittelwert $\mu$	Stdabw. $\Sigma$	SW (0/1)	$I_{5\%}$	qcod
Modul $E$ [MPa]	535	89,2	0	[499; 570]	0,211
Fließspannung $\sigma^F$ [MPa]	1,88	0,302	1	[1,76; 2]	0,234
Fließdehnung $\epsilon^F$	0,004 55	0,000 145	1	[0,004 49; 0,004 61]	0,035 9
Bruchspannung $\sigma^{\max}$ [MPa]	5,79	0,715	1	[5,51; 6,07]	0,114
Bruchdehnung $\epsilon^{\sigma^{\max}}$	0,073 9	0,014 9	1	[0,068; 0,079 8]	0,332

**Tabelle 7.2:** Erneute statistische Auswertung der Zugversuche in der Anformenebene ohne Ausreißer.

Bezeichnung	Mittelwert $\mu$	Stdabw. $\Sigma$	$I_{5\%}$	qcod
Modul $E$ [MPa]	517	66,4	[490; 545]	0,185
Fließspannung $\sigma^F$ [MPa]	1,83	0,242	[1,73; 1,93]	0,212
Fließdehnung $\epsilon^F$	0,004 56	0,000 145	[0,004 5; 0,004 62]	0,037 9
Bruchspannung $\sigma^{\max}$ [MPa]	5,71	0,688	[5,43; 6]	0,116
Bruchdehnung $\epsilon^{\sigma^{\max}}$	0,075 1	0,014 7	[0,069; 0,081 2]	0,303

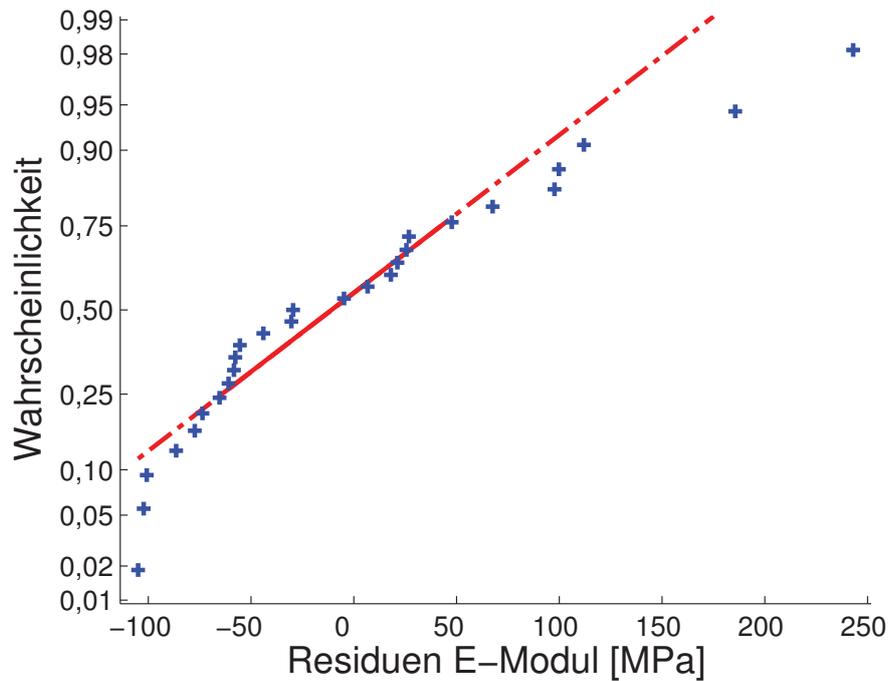
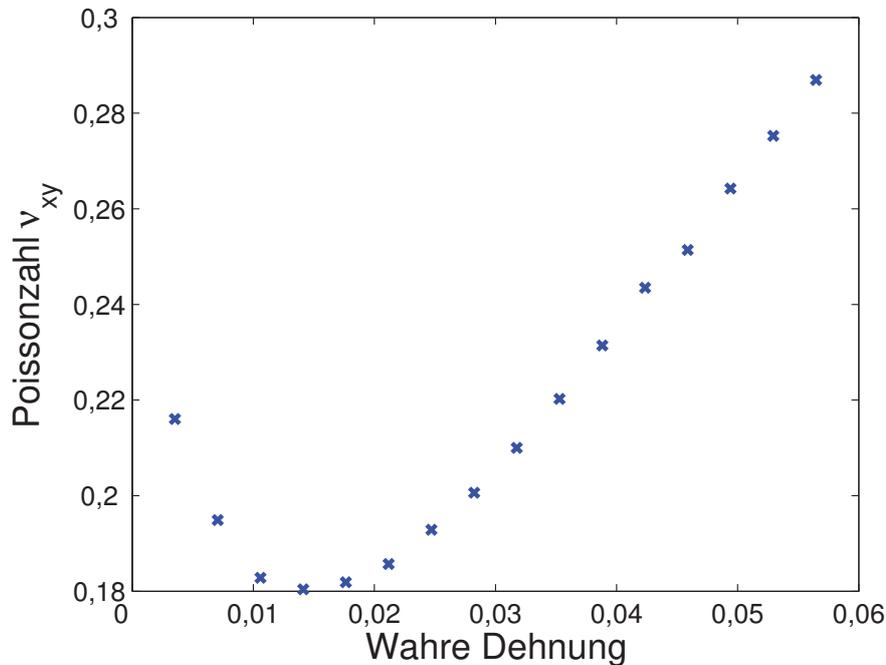


Abbildung 7.2: Normalitätsplot der Residuen des Elastizitätsmoduls.

des Fasernetzwerkes. Durch uniaxiale Zugbelastung und aufgrund der daraus resultierenden Dehnung in eine konstante Richtung vergrößert sich der Abstand zwischen zwei Fasern bzw. verkleinert sich die relative Bindungsfläche von Fasern untereinander. Beides resultiert in einer irreversiblen Abnahme der Anzahl von Faser-Faser-Bindungen.

Die verhältnismäßig größte Streuung tritt bei den berechneten Bruchdehnungen  $\epsilon^{\sigma_{\max}}$  mit einem Quartildispersionskoeffizient  $q_{cod} = 0,303$  auf. Laut Konfidenzintervall  $I_{\alpha}$  mit Irrtumswahrscheinlichkeit  $\alpha = 5\%$  liegen 95% der gemessenen Bruchdehnungen im Bereich 6,9% bis 8,12% und damit in einem Bereich, für den im Rahmen der FE-Simulationen noch die Annahme von kleinen Deformationen Gültigkeit besitzt.

Wie bereits in Abbildung 6.14 in Kapitel 6.1.7 gezeigt, weist die Poissonzahl eine Abhängigkeit von der Dehnung in Zugrichtung auf. Als Ergebnis dort wurde die mittlere Poissonzahl im elastischen Bereich angegeben. Im Folgenden wird die Abhängigkeit der Poissonzahl von der Traversendehnung weiter betrachtet. Abbildung 7.3 zeigt die mittlere Poissonzahl  $\bar{\nu}_{xy}$  von 19 Versuchen in Abhängigkeit von der wahren Normalendehnung  $\epsilon$ . Im Mittel fällt die Poissonzahl zu Beginn der Versuche zunächst leicht ab. Bei einer Dehnung von ungefähr 1,5%, bei der laut der im Vorfeld angegebenen Ergebnisse zur Fließgrenze bereits plastische Dehnung eingesetzt hat, befindet sich das Minimum der Poissonzahl, welches im Mittel über alle Versuche bei ca. 0,18 liegt. Bis zur Bruchgrenze steigt die Poissonzahl dann kontinuierlich an, bis ein Wert von ca. 0,3 erreicht wird. Die nicht konstante Querdehnung im elastischen



**Abbildung 7.3:** Gemittelte Poissonzahl  $\bar{\nu}_{xy}$  bei 19 Zugversuchen in der Anformebene.

Bereich ist ein Indiz für die Änderung der Faserorientierung, was für eine lastinduzierte Anisotropie spricht.

Diese Form der Anisotropie ist bedingt durch den Aufbau der Probenkörper zu erwarten, da schon geringe Verformungen zu einer Ausrichtung der in der Ebene ursprünglich zufällig verteilten Fasern in Belastungsrichtung führen werden. Die Abhängigkeit der Zielgrößen E-Modul  $E$ , Fließspannung  $\sigma^F$ , Fließdehnung  $\epsilon^F$ , Bruchspannung  $\sigma^{\max}$  sowie der Bruchdehnung  $\epsilon^{\sigma^{\max}}$  von den Last- sowie der dazu orthogonalen Richtung wird unter Berücksichtigung verschiedener Vordehnungen weiter untersucht. Anzumerken ist, dass Zielgrößen elastischen Ursprungs ab einer (dann plastischen) Dehnung von 1% im rein geometrischen Sinn zu verstehen sind.

Zu diesem Zweck werden jeweils 10 Zugprobenkörper mit Dehnungen von 0%, 1%, 2%, 3% und 4% vorbelastet. Im Anschluss daran werden aus jeder Probe zwei gleichgroße Teilproben in Zug- und in Querrichtung herausgeschnitten und dann in einem Zugversuch weiter untersucht. Dabei kommt jeweils immer eine Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$  zum Einsatz. In der Summe entstehen so 10 Versuche pro Längs-/Querrichtung sowie Vordehnung (die Kenngrößen für die Vordehnung 0% wurde aus den im Vorfeld beschriebenen Zugversuchen ermittelt). Als Ausreißer während des Versuchs konnte eine Probe (Probennummer  $\mathcal{A}_{\text{Versuch}} = 5$ ) identifiziert werden. Bei der Betrachtung der Residuen der Zielgrößen werden 5 weitere Proben identifiziert, die ein auffälliges, nicht im Rahmen der Abweichung der anderen Proben liegendes Verhalten zeigen ( $\mathcal{A}_{\text{Stat}} = 12, 15, 17, 29$  und  $30$ ).

Tabelle 7.3 beinhaltet die berechneten Mittelwerte der Zielgrößen in Abhängigkeit von Richtung und Vordehnung. Mit Hilfe von *JMP*® wird untersucht, ob ein grundsätzlicher Zusammenhang zwischen den Einflussgrößen (Spalte 1 und 2 in Tabelle 7.3) und den Zielgrößen (Spalten 3, 4, 5, 6 und 7) existiert. Mit einer Anpassungsgüte von  $R^2 = 0,73$  lässt sich ein Zusammenhang zwischen Vordehnung und Elastizitätsmodul aufstellen, der unabhängig von der Richtung ist. Dies spiegelt sich in den Tabellenwerten in der Form wider, dass große Differenzen nur zwischen den ersten beiden Vordehnungsstufen vorhanden sind. Die Unterschiede der Elastizitätsmoduln in Abhängigkeit von der Richtung bewegen sich im Rahmen der Standardabweichung. Ein Vordehnen der Proben besitzt also soweit einen Einfluss auf die Steifigkeit der Probe, als dass Plastizität einsetzt und damit die Steigung der Spannung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm abfällt. Die Fließgrenze  $\sigma^F$  hingegen ist mit einer Anpassungsgüte von  $R^2 = 0,85$  abhängig von Vordehnung und Richtung. Hier ist auch zu beachten, dass ab einer Vordehnung von 1 % sicher bereits plastische Verformung bei den Probenkörpern eingesetzt hat, der Begriff Fließgrenze also als der Punkt im Spannungs-Dehnungs-Diagramm zu verstehen ist, bei dem die Steigung des Graphen im Vergleich zum Beginn der Deformation um einen definierten Prozentsatz abgenommen hat (s. Kapitel 6.1.7). Letztendlich hängt die Bruchspannung laut Modell von Quer- und Längsrichtung und von einem wechselwirkenden Term aus Richtung und Vordehnung ab, jedoch nicht signifikant allein von der vorher aufgebrachten Vordehnung ( $R^2 = 0,89$ ). Betrachtet man die Einflussdiagramme im einzelnen, zeigt sich dennoch, dass auch die Vordehnung einen Einfluss auf die Bruchspannung besitzt, nur mit geringerer Signifikanz für das Modell als in Wechselwirkung mit der Richtung. Die Wechselwirkung zwischen Richtung und Vordehnung beschreibt das erwartete Materialverhalten, da eine Richtungsabhängigkeit nur erwartet wird, sofern bereits Deformation eingesetzt hat. Abschließend lässt sich sagen, dass die Ergebnisse auf eine deformationsinduzierte Richtungsabhängigkeit der Proben hindeuten. Die erkannte Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Vordehnung wird bei den durchgeführten Hystereseversuchen weiter untersucht.

Dazu werden Hysterese-Zugversuche in der Anformebene durchgeführt, bei denen in Analogie zur klassischen Zugversuchsreihe eine lokale Dehnungsmessung per DIC (engl. für *digital image correlation*) stattfindet. Aus den lokalen Verschiebung wird wiederum die wahre Spannung während des Versuchs berechnet. Insgesamt werden 10 Hystereseversuche gefahren, die Mengen der identifizierten Ausreißer lauten in der im Folgenden verwendeten, verkürzten Schreibweise  $\mathcal{A}_{\text{Versuch}} = 2$  und  $\mathcal{A}_{\text{Stat}} = 3$  und 10, so dass zur Auswertung der Zielgrößen eine Gesamtheit von 7 Versuchen dient.

Abbildung 7.4 zeigt den beispielhaften Spannungs-Dehnungs-Verlauf von Probe 8. Grundsätzlich fällt dabei ein nicht zu vernachlässigender, viskoser Anteil auf, der sich insbesondere zu Beginn der jeweiligen Entlastung zeigt. In der Zeitspanne, in der anlagenbedingt eine kurze

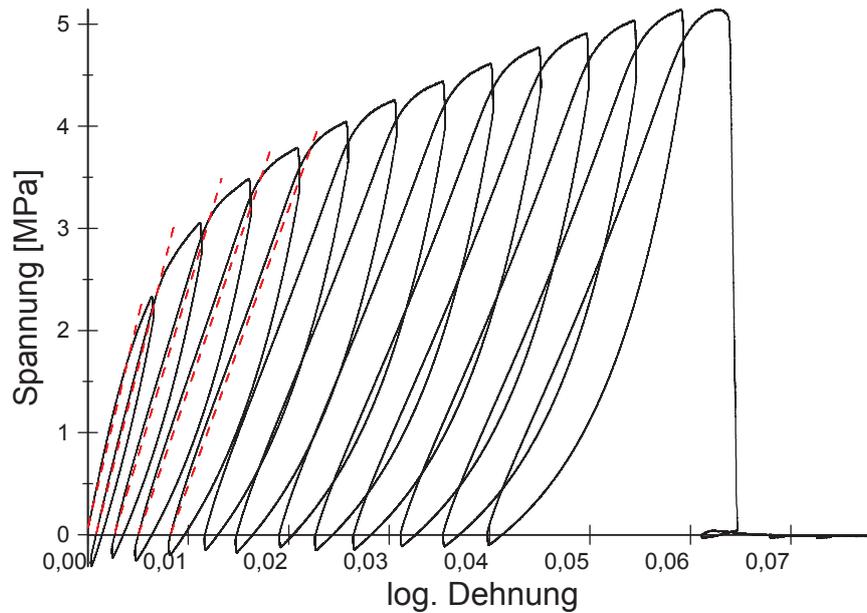
**Tabelle 7.3:** Ergebnisse der Untersuchungen zur induzierten Anisotropie unter Zugbelastung in der Ebene.

Vordehnung [%]	Richtung	$E$ [MPa]	$\sigma^F$ [MPa]	$\sigma^{\max}$ [MPa]	$\epsilon^{\sigma^{\max}}$ [%]
0	Zug	517,484	1,826	5,715	7,513
0	Quer	517,484	1,826	5,715	7,513
1	Zug	357,926	1,873	5,87	8,474
1	Quer	317,085	1,616	4,766	8,126
2	Zug	270,197	1,768	5,712	8,909
2	Quer	288,738	1,454	4,442	8,042
3	Zug	298,531	1,582	5,955	7,947
3	Quer	258,774	1,398	4,56	8,933
4	Zug	259,633	1,788	5,955	7,166
4	Quer	255,559	1,357	4,405	8,566

Verzögerung zwischen dem Stoppen des Motors und dem Wiederauffahren in die entgegengesetzte Richtung existiert, ist deutlich die Spannungsrelaxation des Zellstoffmaterials zu erkennen. Die Existenz viskoelastischer Effekte zeigt sich auch während des Verfahrens in den Entlastungsabschnitten und führt zum sichtbaren, ausgebeulten Verhalten dort. Das viskose Materialverhalten wird im Kapitel 7.4 weiter untersucht.

Ebenso prozessbedingt lässt sich der vorhandene Drift in den Druckbereich am Ende der Entlastungspfade nicht verhindern. Im Verhältnis zu den angefahrenen Spannungen in den Belastungspfaden sind die Druckspannungen jedoch eine Größenordnung geringer und werden deshalb vernachlässigt. Im Bild ebenfalls zu erkennen sind die algorithmisch ermittelten Moduln (gestrichelt dargestellt). Der Algorithmus ist derart gestaltet, dass der zu Beginn der Belastungspfade vorhandene Steigungsanstieg nicht berücksichtigt wird, da der Verlauf der Belastungsäste danach bei progressiver Dauer linear ist. Die ersten 5 Moduln geben zusätzlich zu den Ergebnissen der Untersuchung zur induzierten Anisotropie einen weiteren Hinweis darauf, dass der Elastizitätsmodul bei steigender Dehnung abzufallen scheint. Schon nach der ersten Entlastung stellt sich irreversible, plastische Dehnung ein.

Die Untersuchung dieses Verhaltens wurde für Papier in [Nyg08, Cra62] (s. Kapitel 3) bereits beschrieben. In Abbildung 7.5a sind die ermittelten E-Moduln in Abhängigkeit von den im vorherigen Entlastungsschritt irreversibel vorhandenen plastischen Dehnungen aufgetragen. Auf Grund der konstanten Dehnrate und des identischen Belastungspfads während aller Versuche dieser Versuchsreihe ( $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$ ) ist es möglich, die nach jedem Entlastungsschritt verbleibende plastische Dehnung über alle Versuche zu mitteln und diese Mittelwerte auf



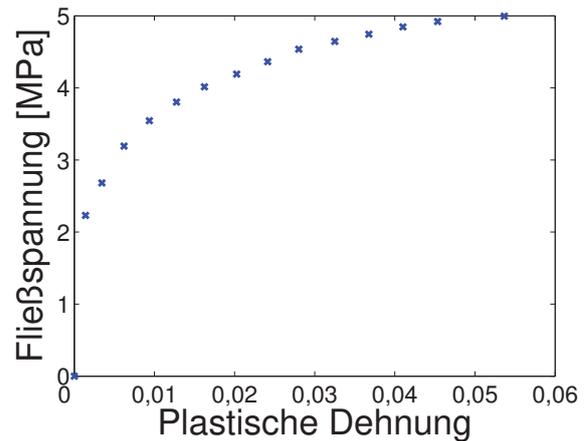
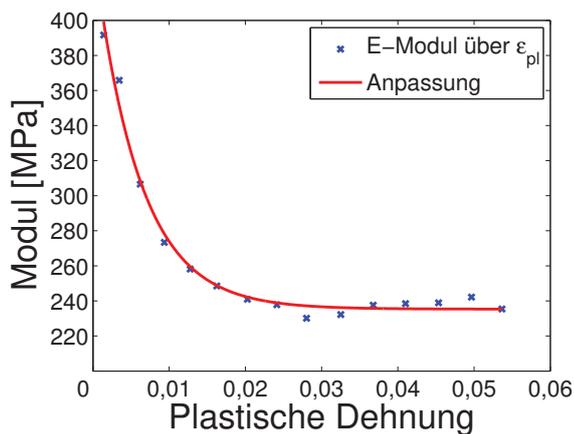
**Abbildung 7.4:** Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Hysterese-Zugversuchs in der Anformebene bei Probe 8.

der Abszisse aufzutragen. Der hyperbelähnliche Verlauf lässt sich mit einer exponentiellen Anpassung approximieren. Die Gleichung

$$E(\epsilon_{pl}) = c_1 \cdot \exp(\epsilon_{pl}/c_2) + c_3 = 207,4 \cdot \exp(\epsilon_{pl}/-0,005\,947) + 235,3 \quad (7.1.1)$$

liefert eine Anpassungsgüte von  $R^2 = 0,99$  bei Konfidenzintervallen ( $\alpha = 5\%$ ) für die Parameter von  $I_\alpha^{c_1} = [188,3; 226,6]$ ,  $I_\alpha^{c_2} = [-0,006\,93; -0,004\,963]$  und  $I_\alpha^{c_3} = [230,6; 240]$ . Die Ergebnisse stehen im Widerspruch zu den Versuchsergebnissen in [Cra62], wo ein Anstieg des Elastizitätsmoduls in Hystereseversuchen bei einer Reihe von Papiertypen aus chemisch aufgeschlossenen Holzstofffasern beobachtet wurde. Im Gegensatz zum hier untersuchten Material besitzen die dort untersuchten Papiersorten ein Flächengewicht von  $60\text{ g m}^{-2}$  und sind zudem gepresst. Der Argumentation in [Cra62] folgend bedeutet die Abstinenz der Modulzunahme bei den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Zellstoffproben nach dem Faserformverfahren, dass innerhalb des Fasernetzwerkes eine einheitliche Faser-Faser-Bindungsstruktur vorzuherrschen scheint, so dass bei initialer Zugbelastung die aufgebrachte Spannung von einem Großteil dieser Bindungen aufgenommen wird. Eine einheitliche Faser-Faser-Bindungsstruktur bedeutet in diesem Kontext, dass die aus den Eigenspannungen beim Trocknungsprozess resultierenden Druck- und Zugspannungen im Material homogen verteilt sind. Je mehr Inter-Faserbindungen brechen, desto größer ist der Verlust der Steifigkeit im Material [Nyg08].

Neben der Abnahme des Elastizitätsmoduls zeigt Abbildung 7.4 zudem, wie mit zunehmender plastischer Dehnung die Fließgrenze zunimmt. Diese Abhängigkeit der Fließgrenze von



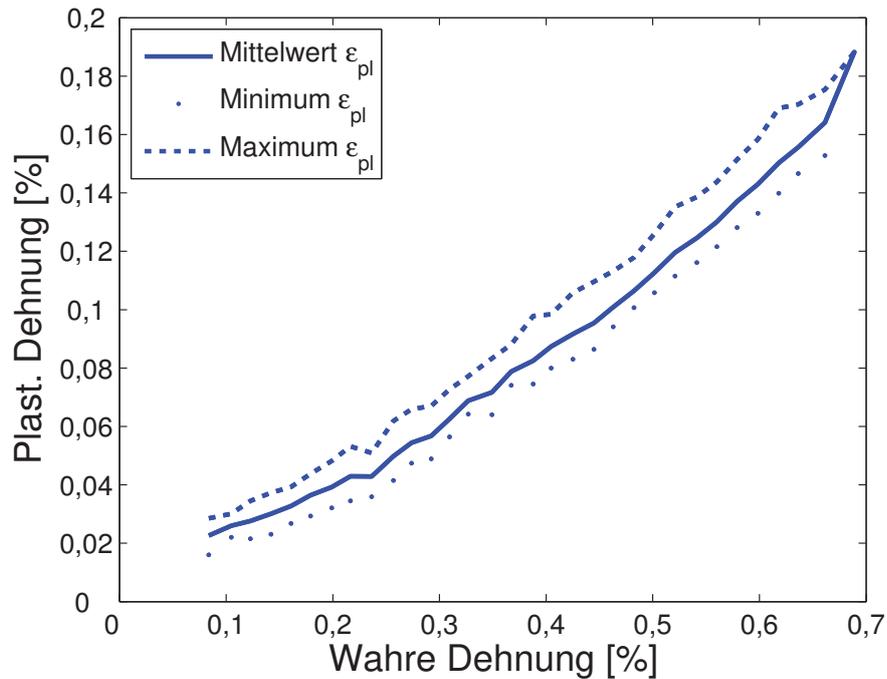
(a) Abnahme des E-Moduls in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung bei Zugversuchen in der Anformebene.

(b) Zunahme der Fließgrenze in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung.

**Abbildung 7.5:** Verlauf des Elastizitätsmoduls und der Fließspannung während der Hysterese-Zugversuche.

der plastischen Dehnung ist in Abbildung 7.5b isoliert aufgetragen. In Kapitel 8.2 wird das Verfestigungsverhalten von Zellstoffproben unter Zuhilfenahme zyklischer Zug-Druck-Hystereseversuche sowie der Ergebnisse aus Kapitel 7.1.2 weiter untersucht. Hier sei bereits erwähnt, dass der Verlauf zwar kontinuierlich, jedoch mit fallendem Gradienten ansteigt und bereits vor Erreichen der Bruchdehnung ein asymptotisches Sättigungsverhalten aufweist. Mit Hilfe der erwähnten Zug-Druck-Hystereseversuche kann eine Aussage darüber getroffen werden, ob dieses beobachtete Verschieben der Fließgrenze aus einer Expansion oder einer Translation der zweidimensionalen Fließkurve resultiert.

Letztendlich werden Zug-Hystereseversuche durchgeführt, bei denen die Dehnung in Schritten von 0,025 % erhöht wird, um über den Spannungs-Nulldurchgang der abfallenden Äste einen Zusammenhang zwischen plastischer Dehnung  $\epsilon_{pl}$  und wahrer Dehnung  $\epsilon$  herzustellen. Dies dient der Evaluierung der von [Nyg08] vorgeschlagenen Fließgrenzenermittlung bei  $\epsilon_{pl} = 0,1\%$  (s. Kapitel 6.1.7). Durch die Messung der plastischen Dehnung über den Nulldurchgang der Spannung bei Entlastung wird die Verwendung des Elastizitätsmoduls zur Bestimmung der plastischen Dehnung vermieden. In Abbildung 7.6 sind die Ergebnisse der Messung mit insgesamt 5 Wiederholungen zu sehen. Der Graph unterstützt die Ergebnisse der zu Beginn des Kapitels vorgestellten Zugversuche, bei denen die Fließgrenze bzw. Fließdehnung mit Hilfe des E-Moduls bei  $\epsilon_{pl} = 0,1\%$  ermittelt wurde, da auch hier bei einer Dehnung von  $\epsilon \approx 0,5\%$  eine plastische Dehnung von  $\epsilon_{pl} = 0,1\%$  vorliegt. Die Konvexität des Graphen ist ein Resultat aus der Verfestigung mit fortschreitender Dehnung. Das Auftreten von plastischen Dehnungen bei kleinsten Deformationen kann eine Folge von viskosen Effekten sein, deren Einfluss bei kleineren Dehnungsschritten größer ist, da weniger Zeit für die Entlastung

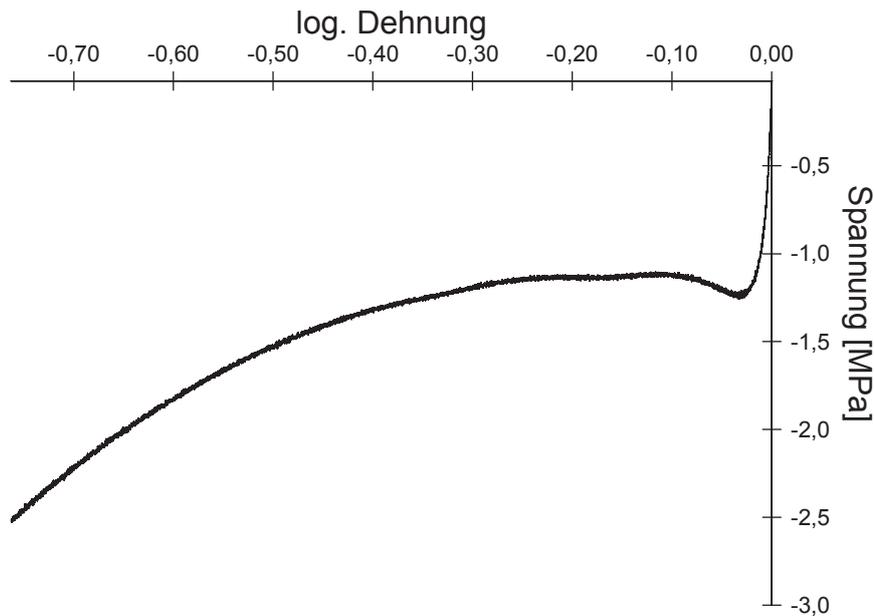


**Abbildung 7.6:** Plastische Dehnung in Abhängigkeit von wahrer Dehnung bei Hystereseversuchen mit Schrittweite 0,025 %.

vorhanden ist. Es können jedoch auch real vorhandene plastische Dehnungen sein, die aus - selbst bei diesen geringen Deformationen auftretenden - Brüchen von Faser-Faser-Bindungen resultieren. Da eine abschließende Klärung dieses Sachverhalts auf Basis der bis dato gewonnen Versuchsdaten nicht möglich ist, wird an der Ermittlung der Fließgrenze über das in Kapitel 6.1.7 beschriebene Verfahren festgehalten, da es bei den verwandten Materialien Papier und Pappe Anwendung findet und einen Kompromiss zwischen Unbestimmtheit der initial auftretenden Effekte sowie Definition der Fließgrenze als Abweichung von der Linearität darstellt.

### 7.1.2 Uniaxiale Druckversuche in der Anformebene

Zusätzlich zu den Zugversuchen in der Anformebene werden Druckversuche, wie in Kapitel 6.1.2 beschrieben, durchgeführt. Von den insgesamt 20 durchgeführten reinen Druckversuchen können 3 Proben wegen Problemen bei der Fixierung und eine Probe als statistischer Ausreißer nicht verwendet werden ( $\mathcal{A}_{\text{Versuch}} = 1, 2 \text{ und } 3, \mathcal{A}_{\text{Stat}} = 5$ ). Im Gegensatz zu den Zugversuchen in der Anformebene wird wegen der zu geringen Fläche zwischen den Klemmen auf eine lokale Dehnungsmessung verzichtet. Trotz der geringen Einspannlänge findet bei fortschreitender Druckbelastung eine Delamination der Probenlagen statt, die in einem beidseitigen, flächigen Ausbeulen des Probenkörpers resultiert. Dieser Umstand erschwert zusätzlich die Kameraaufnahme der Probenoberfläche. In Abbildung 7.7 ist exemplarisch das Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines Druckversuchs dargestellt. Zu erkennen



**Abbildung 7.7:** Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Druckversuchs in der Anformenebene (Probe 8).

ist der zu Beginn steile, nahezu lineare Anstieg des Graphen, bevor nach einer kurzen Phase der Verhärtung ein lokales Spannungsminimum erreicht wird. Nach Erreichen des Spannungsminimums steigt die Spannung zunächst wieder kurz und beginnt dann, kontinuierlich abzufallen. Der Verlauf deckt sich mit der oben bereits beschriebenen Beobachtung, dass eine Delamination der Faserlagen stattfindet. Das lokale Minimum beschreibt die Spannung (bzw. Dehnung), die zum Einsetzen von Delamination nötig ist. Durch das Trennen einer oder mehrerer Probenlagen fällt die Druckspannung zunächst ab und steigt dann wieder an, wenn die sich ausbeulenden Probenflächen zwischen den Klemmen zerdrückt werden. Im Rahmen der Auswertung wird deshalb im Hinblick auf kontinuumsmechanische Kenngrößen nur der Bereich der Dehnung betrachtet, der vor dem lokalen Minimum liegt.

Tabelle 7.4 zeigt die ermittelten Kenngrößen aus 16 Druckversuchen. Nach Quartilsdispersionskoeffizient  $q_{cod}$  weisen die beiden Kenngrößen Fließspannung  $\sigma^F$  sowie Fließdehnung  $\epsilon^F$  die größte Streuung auf. Laut Konfidenzintervall mit Irrtumswahrscheinlichkeit 5% liegen die Fließdehnungen zwischen  $-0,643\%$  und  $-0,48\%$ , was sich im Hinblick auf die Simulation in einem akzeptablen Bereich bewegt, und sind damit in einem ähnlichen Bereich angesiedelt wie die Fließdehnungen bei Zugbelastung.

Anders ist die Situation bei Modul  $E$ , Fließspannung  $\sigma^F$ , Bruchspannung  $\sigma^{\max}$  und Dehnung bei Bruchspannung  $\epsilon^{\sigma^{\max}}$ . Hier werden im Vergleich zu den Werten unter Zugbelastung Werte erreicht, die vom Betrag her zwischen 22% bis 40% geringer sind. Eine mögliche Erklärung ist das Einsetzen der Delamination, sobald ein Dehnungsgrenzwert erreicht ist. Durch die

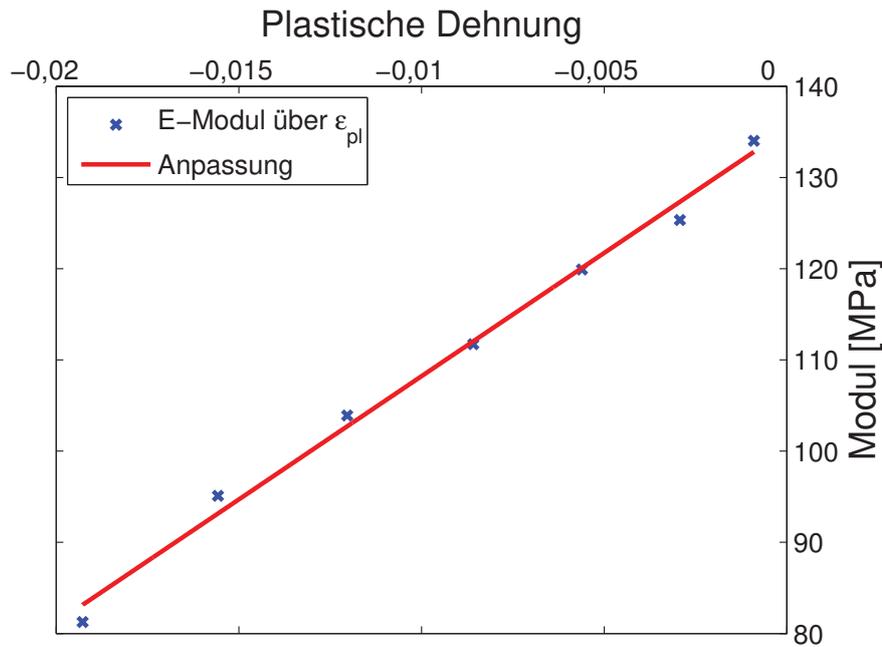
**Tabelle 7.4:** Statistische Auswertung der Druckversuche in der Anformebene.

Bezeichnung	Mittelwert $\mu$	Stdabw. $\Sigma$	$I_5\%$	qcod
Modul $E$ [MPa]	164	19,6	[153; 174]	0,142
Fließspannung $\sigma^F$ [MPa]	-0,715	0,192	[-0,818; -0,613]	-0,429
Fließdehnung $\epsilon^F$	-0,005 62	0,001 53	[-0,006 43; -0,004 8]	-0,55
Bruchspannung $\sigma^{\max}$ [MPa]	-1,25	0,091 9	[-1,3; -1,2]	-0,057 6
Bruchdehnung $\epsilon^{\sigma_{\max}}$	-0,031 4	0,003 82	[-0,033 4; -0,029 3]	-0,198

verfahrensbedingte unterschiedliche Dichteverteilung in z-Richtung der Proben resultiert eine dazu orthogonale Druckbelastung in einem unterschiedlich starken Verformungsverhalten über die einzelnen Schichten der Zellstoffprobe in Dickenrichtung. Dies wiederum führt zu einer kontinuierlichen Abnahme der Faser-Faser-Bindungen, die bei Überschreiten einer Grenzschwelle die Delamination ganzer Faserschichten induziert. Die beschriebene Zug-Druck-Anisotropie erfordert spezielle Aufmerksamkeit bei der Modellierung des Materialverhaltens, da allein die Beschreibung des elastischen Materialverhaltens bereits zweier unterschiedlicher Elastizitätstensoren bedarf. Auf Grund der sichtbar einsetzenden Delamination werden die Druckversuche im Rahmen dieser Arbeit als Bindeglied zwischen den Zug- und Scherversuchen in der Anformebene sowie den reinen z-Versuchen betrachtet, bei denen die Delamination eine vorherrschende Rolle einnimmt. Zur Bestimmung der Moduldegradation unter uniaxialer Druckbelastung werden Druck-Hystereseveruche bei konstanter Dehnrate von  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$  durchgeführt (insgesamt 10 Versuche, dabei ist kein Ausreißer aufgetreten). Wie bei den Zugversuchen wird die Entwicklung des Elastizitätsmoduls bis zum Eintreten der Delamination bei zunehmender Dehnung untersucht, und im Gegensatz zu diesen tritt hier ein linearer Zusammenhang auf ( $R^2 = 0,993$ ):

$$E(\epsilon_{\text{pl}}) = c_1 \cdot \epsilon_{\text{pl}} + c_2 = 2\,703 \cdot \epsilon_{\text{pl}} + 135,2 . \quad (7.1.2)$$

Die Konfidenzintervalle für die Koeffizienten lauten  $I_{\alpha}^{c_1} = [2\,439; 2\,917]$  und  $I_{\alpha}^{c_2} = [132,3; 138,2]$ . Es lässt sich also analog zu den Zugversuchen bei allen 10 durchgeführten Versuchen ein Abfall des Elastizitätsmoduls bei steigender plastischer Dehnung beobachten. Eine mögliche Erklärung ist in der zuvor beschriebenen Tatsache begründet, dass bei zunehmender Kompression die Delamination der Probenschichten partiell einsetzt und durch die Abnahme der interlaminaren Bindungen die Steifigkeit reduziert wird. Bei der geringen Einspannlänge von 3,5 mm bedeutet eine Dehnung von 1 % eine Verschiebung von 35  $\mu\text{m}$ , was im Verhältnis zu den bei Zugbelastung mit einer Einspannlänge von 100 mm auftretenden Verschiebungen



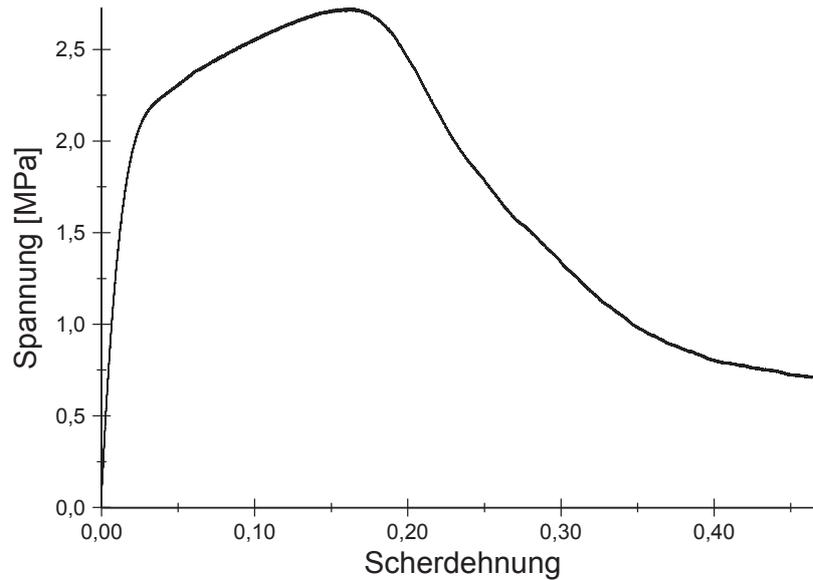
**Abbildung 7.8:** Abnahme des Elastizitätsmoduls bei alternierenden Druck-Belastungs- und Entlastungspfaden.

gering ist. Ist nun die Abnahme der Steifigkeit in der Geometrieänderung des Fasernetzwerkes inklusive seiner Bindungsmechanismen begründet, dürfte eine verstärkte Moduldegradation erst bei viel höheren Dehnungen unter Druckbelastung auftreten. Gleichzeitig sei aber erwähnt, dass bei einer durchschnittlichen Faserlänge von 0,25 mm das Auftreten von Skaleneffekten bei der gewählten Einspannlänge unwahrscheinlich ist.

### 7.1.3 Scherversuche in der Anformebene

Dieses Kapitel beschreibt die Scherversuche, die mit dem in Abschnitt 6.1.3 beschriebenen Versuchsaufbau nach [AMG<sup>+</sup>07] durchgeführt werden. Zur Bestimmung der Scherdehnungen wird, wie in Kapitel 6.1.7 beschrieben, eine lokale Dehnungsmessung angewandt. Insgesamt werden 20 Scherversuche und 10 Hysterese-Scherversuche bei einer Dehnrage von  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$  durchgeführt. Die Prüfgeschwindigkeit ergibt sich aus der Dehnrage bezogen auf den Abstand der beiden Kerbenspitzen (s. Kapitel 6.1.3). Der Probenquerschnitt an dieser Stelle dient des Weiteren zur Berechnung der Scherspannung [AMG<sup>+</sup>07].

Bei den reinen Scherversuchen ergibt sich eine Ausreißermenge  $\mathcal{A}_{\text{Versuch}} = 1, 2, 3, 4, 6$  und  $8$ . Probe 1 ist während des Versuchs aus der Klemmvorrichtung gerutscht, bei den Proben 2, 3, 4, 6 und 8 erlauben Probleme bei der Fokussierung der Kamera keine Auswertung per *DIC*. Abbildung 7.9 zeigt das Scherspannungs-Scherdehnungs-Diagramm von Probe 16. Im Vergleich zum Spannungs-Dehnungs-Diagramm unter Zugbelastung (Abbildung 7.1) ist der auf die Dehnung bezogen ausgeprägte linear elastische Anteil auffällig. Das Abknicken des Graphen als

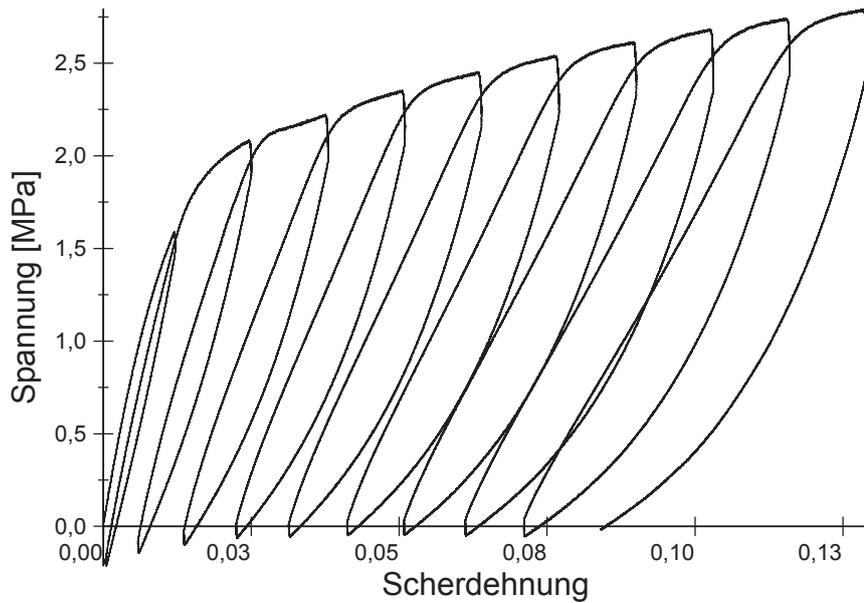


**Abbildung 7.9:** Spannungs-Dehnungs-Verlauf unter Scherbelastung für Probe 16.

Folge der Verfestigung ist ebenso markanter im Vergleich zu den Zugversuchen. Nach Erreichen der maximalen Spannung erfolgt kein gänzlicher Bruch, wie bei den Zugproben, sondern ein langsames Abgleiten, wobei auch nach einer Dehnung von ca. 50 % noch eine Restspannung von ungefähr 0,75 MPa vorhanden ist. In Tabelle 7.5 ist die statistische Auswertung der Kenngrößen Fließspannung  $\sigma^F$ , Fließdehnung  $\epsilon^F$ , Schermodul  $G$ , sowie Bruchspannung  $\sigma^{\max}$  und Bruchdehnung  $\epsilon^{\sigma^{\max}}$  zu sehen. Alle angegebenen Kenngrößen sind normalverteilt nach Shapiro-Wilk. Die Streuung der Zielgrößen fällt mit einem maximalen Variationskoeffizient von 0,13 für die Bruchdehnung gering aus. Der Schubmodul ist von ähnlicher Größenordnung wie der Elastizitätsmodul unter Druckbelastung und damit ungefähr 30 % geringer als der Zug-E-Modul, der in Kapitel 7.1.1 ermittelt wurde. Sowohl Fließspannung  $\sigma^F$  als auch Bruchspannung

**Tabelle 7.5:** Statistische Auswertung der Scherversuche in der Anformebene.

Bezeichnung	Mittelwert $\mu$	Stdabw. $\Sigma$	$I_{5\%}$	qcod
Schermodul $G$ [MPa]	153	18,2	[142; 163]	0,207
Fließspannung $\sigma^F$ [MPa]	1,02	0,125	[0,952; 1,1]	0,193
Fließdehnung $\epsilon^F$ [rad]	0,007 98	0,000 755	[0,007 55; 0,008 42]	0,124
Bruchspannung $\sigma^{\max}$ [MPa]	2,71	0,109	[2,65; 2,77]	0,051 7
Bruchdehnung $\epsilon^{\sigma^{\max}}$ [rad]	0,169	0,022 3	[0,156; 0,182]	0,193



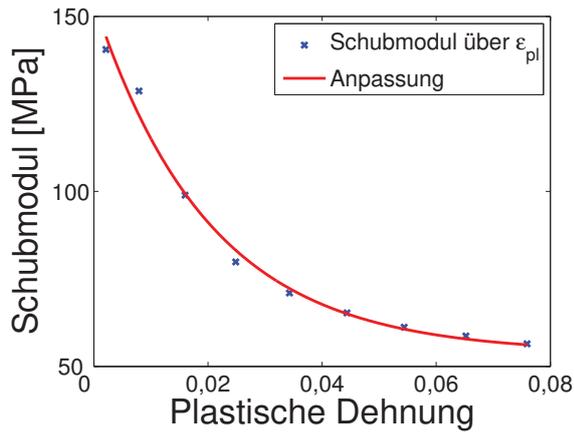
**Abbildung 7.10:** Schub-Hystereseversuch in der Anformebene (Probe 8).

$\sigma^{\max}$  sind ungefähr 50 % geringer als die äquivalenten Größen unter Zugbelastung aus Kapitel 7.1.1. Nach [PZ97] sind die unterschiedlich starken Ausprägungen von Faserbewegungen während beider Belastungsarten der Hauptgrund für diese Differenzen.

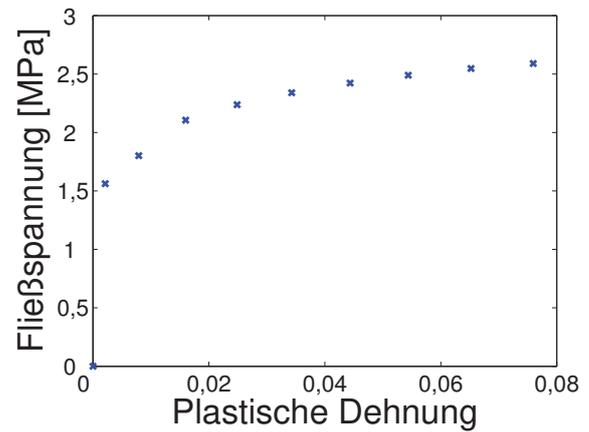
Diese Unterschiede spiegeln sich auch in der ebenfalls vorhandenen Abnahme des Moduls bei steigender Dehnung sowie dem Verfestigungsverhalten wider. Für die Ermittlung der dazu benötigten Kennwerte werden 10 Hystereseversuche bei gleichbleibender Dehnrage durchgeführt ( $\mathcal{A}_{\text{Versuch}} = \mathcal{A}_{\text{Stat}} = \emptyset$ ). Abbildung 7.10 zeigt den Spannungs-Dehnungs-Verlauf bei Probe 8. Die im Bild zu erkennenden Spannungsrelaxationen beim Wechsel zwischen Belastung und Entlastung sind ebenso wie bei den Zug-Hystereseversuchen abhängig von der angefahrenen Spannung bzw. Dehnung und von gleicher Größenordnung wie dort. Hier sei auf das Kapitel 7.4 verwiesen, in dem diese Effekte im Rahmen von Spannungsrelaxations- und Kriechversuchen weiter untersucht werden. Ähnlich wie bei den Zugversuchen findet bei steigender Dehnung eine Abnahme des Schubmoduls  $G$  statt, wie in Abbildung 7.11a zu sehen ist. Wie bei den in Kapitel 7.1.1 vorgestellten Belastungs-Entlastungs-Versuchen stellt sich ein exponentiell abnehmender Schubmodulverlauf in Abhängigkeit plastischer Schubdehnung  $\epsilon_{\text{pl}}$  ein, der sich mit einer Anpassungsgüte von  $R^2 = 0,99$  als

$$G(\epsilon_{\text{pl}}) = c_1 \cdot \exp(\epsilon_{\text{pl}}/c_2) + c_3 = 100,4 \cdot \exp(\epsilon_{\text{pl}}/-0,020\ 23) + 53,83 \quad (7.1.3)$$

darstellen lässt. Für die 5 %-Konfidenzintervalle gilt  $I_{\alpha}^{c_1} = [90,51; 100,3]$ ,  $I_{\alpha}^{c_2} = [-0,025\ 99; -0,014\ 46]$  und  $I_{\alpha}^{c_3} = [46,27; 61,39]$ . Die Abnahme des Schubmoduls verläuft insgesamt gleichmäßiger als bei reiner Zugbelastung, wobei jedoch nicht der lineare Verlauf der



(a) Abnahme des Schubmoduls unter Scherbelastung.



(b) Verfestigungsverhalten unter Scherbelastung.

**Abbildung 7.11:** Moduldegradation und Verfestigung unter Scherbelastung.

Druckversuche erreicht wird. Im Mittel fällt der Schubmodul bei allen 10 Hystereseversuchen im Vergleich zur initialen Größe um ca. 40 % (bei Zug ca. 60 %). Ebenso ist die qualitative Ähnlichkeit im Verfestigungsverhalten der Schubversuche zu den Zugversuchen zu erkennen, wie Abbildung 7.11b zeigt. Die initial gemessene Fließspannung bei den Schubversuchen beträgt  $\sigma_{F_0} \approx 1,5$  MPa. Unter fortschreitender plastischer Dehnung fällt die Zunahme der Fließgrenze bei Scherbelastung jedoch geringer aus als bei Zugversuchen, bei denen die Sättigungsfließgrenze ca. 100 % höher liegt als die initiale. Das sich unterscheidende plastische Verhalten, also das initiale Einsetzen von Fließen sowie das im Anschluss daran stattfindende Verfestigungsverhalten, wird im Rahmen der in Kapitel 8.2 durchgeführten FE-Simulation weiter beschrieben.

## 7.2 Versuche in z-Richtung

Die im Folgenden beschriebenen Zug- und Druckversuche sowie die interlaminaeren Scherversuche dienen der Ermittlung von mechanischen Kennwerten in der zur Anformebene orthogonalen Richtung. Unter der Annahme transversaler Isotropie lässt sich mit den so gewonnenen Kennwerten das Materialverhalten der untersuchten Zellstoffproben beschreiben. In Kapitel 6.1.4 wurden bereits die Besonderheiten im Versuchsaufbau und bei der Versuchsdurchführung dieser Versuche vorgestellt. Den großen Unterschied im Gegensatz zu den zuvor beschriebenen Versuchen in der Anformebene stellt die fehlende Möglichkeit der Probenfixierung mit Hilfe von Klemmvorrichtungen dar, da die Probenabmessungen, im Speziellen das Missverhältnis von Probenbreite bzw. Probenlänge zur Probenhöhe, diese nicht zulassen. Aus diesem Grund werden die Zellstoffproben nach dem Herausstanzen aus dem angeformten Faservlies zunächst klimatisiert und dann vermessen. Nach erneuter Klimatisierung im Normalklima für die Dauer von mindestens einem Tag werden die Zellstoffproben

auf die aus Kunststoff gedruckten Probenhalter geklebt und im Anschluss bei 80 °C im Ofen getrocknet (s. Kapitel 6.1.4). Der Klebprozess entfällt für die Druckversuche, da dabei eine Fixierung der Proben auf den Klemmen nicht notwendig ist. Weil die Druckversuche im Rahmen der Eindringtiefenbestimmung bei den Zug- und Scherversuchen eine zentrale Rolle einnehmen, werden diese zuerst vorgestellt.

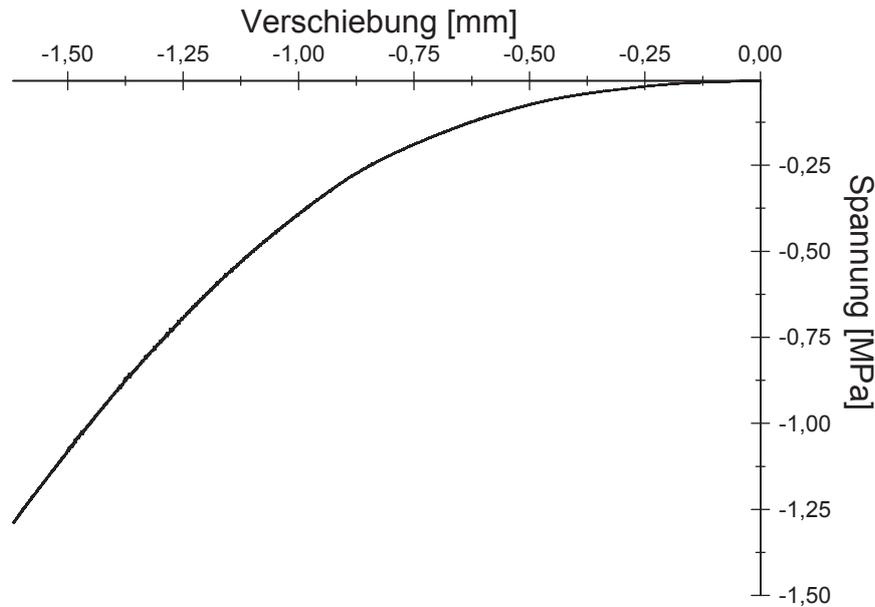
### 7.2.1 Uniaxiale Druckversuche in z-Richtung

Zur Ermittlung der Materialparameter für die spätere FE-Simulation werden insgesamt 20 Druckversuche in z-Richtung bei einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$  durchgeführt. Eine Besonderheit aller Versuche, welche das Materialverhalten in z-Richtung untersuchen, ist die Tatsache, dass die Anforderung einer über alle Versuche konstanten Dehnrates die Kenntnis der Probendicke bzw. der effektiven Dicke (s. Kapitel 6.1.4) erfordert. Nur mit Hilfe dieses Dimensionsmaßes kann die Prüfgeschwindigkeit der Versuchsanlage so errechnet werden, dass die o.g. Dehnrates resultiert.

Bei den Druckversuchen wird die Prüfgeschwindigkeit über den Abstand der Klemmen bestimmt. Dazu wird der Prüfling zunächst flächig auf einen Klemmenhalter der unteren *Arcan*-Klemme gelegt. Über eine Anfahr- bzw. Kleberoutine wird die obere Klemme mit der minimal möglichen Geschwindigkeit in Bewegung gesetzt und kontinuierlich die Kraft am Kraftsensor gemessen. Sobald der Betrag der Kraft einen Wert größer als 2 N erreicht, wird die Anlage sofort gestoppt. Wegen der geringen Prüfgeschwindigkeit erhöht sich die auf die Probe wirkende Kraft zwischen Senden des Stopp-Befehls und Anhalten des Schlittens nur noch im Zehntel-Newton-Bereich. Die Querschnittsfläche aller Proben für die z-Versuche beträgt 1 000 mm<sup>2</sup>.

Von den 20 durchgeführten Versuchen können 16 Versuche für die Auswertung benutzt werden ( $\mathcal{A}_{\text{Versuch}} = \emptyset$ ,  $\mathcal{A}_{\text{Stat}} = 5, 10, 19$  und 20). Die als Ausreißer identifizierten Proben zeigen im Kraft-Weg-Diagramm Irregularitäten, die auf ein Verkippen der *Arcan*-Klemme hindeuten. Abbildung 7.12 zeigt in Analogie zu [SFs01a] das Spannungs-Verschiebungs-Diagramm des durchgeführten Druckversuchs für Probe 18. Die Spannungs-Verschiebungs-Zusammenhänge für die übrigen Versuche verhalten sich qualitativ gleich. Bei geringen Spannungen ergibt sich zunächst ein Bereich niedriger Probensteifigkeit, der aus dem Zusammenpressen der Probenhügel resultiert. Nimmt die Spannung in Folge des Verpressens des Probenkörpers weiter zu, geht der Spannungs-Verschiebungs-Verlauf dann in einen annähernd linearen Teil über. Das Verhalten entspricht, wie bereits in Kapitel 6.1.4 erwähnt, dem in [SFs01a] untersuchten Materialverhalten von Pappe bzw. Karton.

Das Druckverhalten in z-Richtung unterscheidet sich qualitativ von den bisher betrachteten Versuchen. Die Definition einer Fließgrenze oder eines Elastizitätsmoduls ist nicht unmittelbar

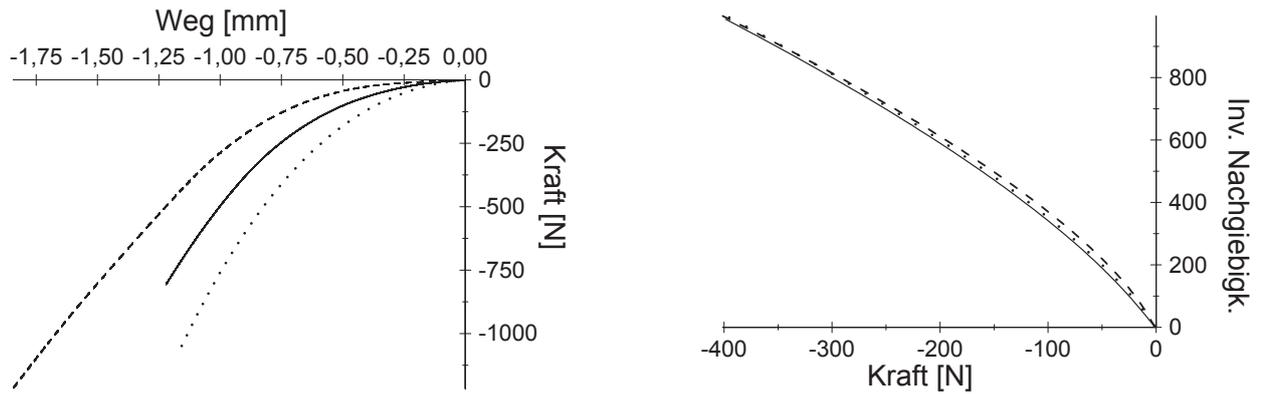


**Abbildung 7.12:** Spannungs-Verschiebungs-Diagramm eines Druckversuchs in z-Richtung (Probe 18).

einsichtig, da zu Beginn der Deformation zunächst immer die plastische Verformung der Probenhügel beginnt. Erst danach stellt sich ein Bereich ein, in dem das Spannungs-Dehnungs-Verhältnis annähernd linear ist. Weiterhin hat eine Kompaktierung des Fasernetzwerkes, wie z.B. durch den optionalen Prozessschritt des Pressens im Anschluss an den Anformprozess, eine direkte Auswirkung auf die Festigkeit des Materials in den anderen Raumrichtung.

Aus technischen Gründen ist die maximal auf die Kraftmessdose wirkende Kraft bei  $F_{\max} \approx 1\,300\text{ N}$  beschränkt, um eine Beschädigung der Messeinrichtung zu vermeiden. Bei den Druckversuchen in z-Richtung zeigt sich deutlich, dass selbst bei den in Abbildung 7.12 dargestellten Spannungen von minimal  $-1,25\text{ MPa}$  noch ein annähernd linearer Spannungs-Verschiebungs-Zusammenhang vorherrscht. Erst bei höheren Spannungen stellt sich ggf. ein Verhalten wie in Bereich 3 in [SFs01a] bei Pappe ein (s. Kapitel 6.1.4), was jedoch im Rahmen der in dieser Arbeit durchgeführten Versuche nicht verifiziert werden kann. Die FE-Simulation beschränkt sich deshalb auf einen hyperelastischen Ansatz, der in Kapitel 8.5 vorgestellt wird. Eine explizite Ermittlung von mechanischen Kenngrößen entfällt aus eben diesem Grund.

Zur Bestimmung der Eindringtiefe bei den Zug- und Scherversuchen (und Kopplungen) in z-Richtung sind ebenfalls Druckversuche erforderlich, um nach dem in Kapitel 6.1.4 Verfahren die Eindringtiefe des Klebstoffs zu bestimmen. Da im Vorfeld die probenspezifische kritische Kraft  $F_{\lim}$  nicht bekannt ist, ist der Druckversuch ohne Klebstoff soweit durchzuführen, dass die Möglichkeit eines Ablesens der inversen Nachgiebigkeit genau bei  $F_{\lim}$  sichergestellt wird. Aus diesen Gründen wird für die zu verklebenden Proben der Ansatz gewählt, dass auf Basis der 16 durchgeführten Druckversuche ein Kraft-Weg-Zusammenhang hergeleitet wird, mit dessen



(a) Die Voll-Linie zeigt den Mittelwert aller durchgeführten Druckversuche in  $z$ -Richtung. Gestrichelt dargestellt ist die Kurve (Probe 6), die die minimale Steigung besitzt, analog dazu gepunktet die Kurve mit der maximalen Steigung (Probe 7).

(b) Steigungen  $\tilde{C}_n$  für den Mittelwert-Graphen, sowie die Graphen mit minimaler und maximaler Steigung bis zu einer für die Auswertung der Eindringtiefe sinnvoll gewählten Kraft von  $F = -400$  N.

**Abbildung 7.13:** Graphische Herleitung der für die Bestimmung der Eindringtiefe des Klebstoffs relevanten Zusammenhänge.

Hilft die Eindringtiefe des Klebers in die individuelle Probe vor Versuchsbeginn berechnet wird. Im Kraft-Weg-Diagramm 7.13a sind der Mittelwert über alle 16 durchgeführten  $z$ -Druckversuche sowie die beiden Versuche mit minimaler und maximaler Steigung dargestellt. Für die Ermittlung der Eindringtiefe ist die Steigung des Kraft-Weg-Zusammenhangs bei einer Grenzkraft  $F_{\text{lim}}$  relevant (s. Kapitel 6.1.4). Zur Bewertung der Güte des im Vergleich zum in [SFs01a] vorgestellten abgewandelten Verfahrens zeigt Abbildung 7.13b zusätzlich die Steigungen der drei in Diagramm 7.13a dargestellten Graphen in Abhängigkeit von der aufbrachten Kraft. Dazu sei nochmals erwähnt, dass sich das Verhältnis aus effektiver, nicht vom Klebstoff durchdrungener Dicke zur ursprünglichen Dicke der Probe als Quotient aus den inversen Nachgiebigkeiten der geklebten Probe und der ungeklebten Probe bei der Grenzkraft  $F_{\text{lim}}$  ergibt. Im dargestellten Kraftintervall beträgt der Abstand des Minimum-Graphen (gestrichelt, Abbildung 7.13b) bzw. Maximum-Graphen (gepunktet, Abbildung 7.13b) zum zur Auswertung herangezogenen Mittelwert-Graphen maximal ca.  $30 \text{ N mm}^{-1}$ . Verglichen mit dem Mittelwert aller gemessenen Steigungen der insgesamt 75 geklebten Proben  $\mu(\tilde{C}_g) = 805,76 \text{ N mm}^{-1}$  resultiert ein absoluter Fehler für die ermittelte Eindringtiefe von ca. 4 %.

Es ergibt sich ein Zusammenhang von Weg zu Kraft auf Basis der 20 untersuchten Druckversuche von

$$F(s) = 124,430\,747 \cdot s + 370,777\,364 \cdot s^3 . \quad (7.2.1)$$

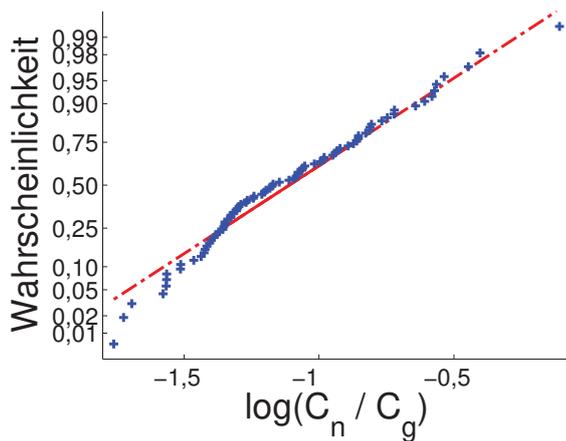
Die in Gleichung 7.2.1 angegebene Abbildungsvorschrift approximiert den gemittelten Kraft-Weg-Verlauf (s. Abbildung 7.13a) mit einer Anpassungsgüte von  $R^2 = 0,9997$ .

### 7.2.2 Eindringtiefe des Klebstoffs

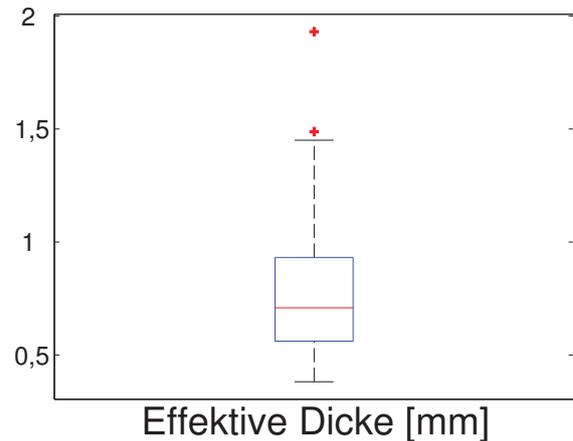
Mit Hilfe der in Kapitel 7.2.1 vorgestellten Nachgiebigkeitsbestimmung (genauer gesagt der inversen Nachgiebigkeiten als Steigungen im Spannungs-Verschiebungs-Diagramm) der ungeklebten Proben kann nun die Eindringtiefenbestimmung jeweils direkt vor den Zug-, Scher- und Kopplungsversuchen durchgeführt werden. Die Auswertung dieser Versuche folgt im Anschluss an dieses Kapitel, in welchem zunächst die Gesamtheit aller verwertbaren 75 Klebprozesse im Hinblick auf die Eindringtiefe untersucht wird.

Um während des Klebprozesses der Proben zu verhindern, dass beim Einstreichen mit Klebstoff dieser an die Probenränder gelangt, wird die empirisch ermittelte Menge an Klebstoff, die für die vom Sieb abgewandte Seite bestimmt ist, direkt auf den vormontierten Kunststoffhalter der *Arcan*-Klemme aufgetragen. Die hügelige Seite der Probe wird vorsichtig mit einer ausreichenden Menge an Klebstoff (ebenfalls empirisch ermittelt) bestrichen und im Anschluss auf dem Kunststoffhalter platziert. Durch die in Kapitel 6.1.4 vorgestellte Kleberoutine wird der an der oberen Klemme montierte zweite Kunststoffhalter langsam auf die Probe zubewegt. Das Verfahren endet, sobald ein Kraftanstieg von ca. 2 N gemessen wird. Dann werden die beiden Kunststoffhalter mit einem U-Profil fixiert und direkt zum Trocknen in den Ofen bei 80 °C befördert. Nach Trocknung und Klimatisierung erfolgt das Wiegen und die Dreipunkt-Dickenmessung der Probe, wonach ein erneuter Klimatisierungsprozess stattfindet. Erst direkt vor dem jeweiligen Versuch wird jede Probe einzeln aus dem Klimaschrank entnommen und die Eindringtiefenbestimmung aus Kapitel 6.1.4 mit dem Weg-Kraft-Zusammenhang aus dem vorherigen Kapitel 7.2.1 realisiert.

Die Untersuchung der Eindringtiefe bei den 75 geklebten Proben ergibt, dass sowohl die effektive Dicke in Prozent  $d_{\text{eff}}^{100} = \tilde{C}_n / \tilde{C}_g \cdot 100$  als auch die effektive Dicke in Millimetern  $d_{\text{eff}} = \tilde{C}_n / \tilde{C}_g \cdot d_s$  einer Lognormal-Verteilung genügen. Dies bedeutet, dass die logarithmierten Werte der Beobachtungen normalverteilt sind. Abbildung 7.14a zeigt den Normalitätsplot der logarithmierten Verteilung von  $d_{\text{eff}}^{100}$ . Die Lognormalverteilung wird für  $d_{\text{eff}}^{100}$  und  $d_{\text{eff}}$  ebenfalls mit Hilfe eines Shapiro-Wilk-Tests (angewandt auf die logarithmierten Beobachtungen) verifiziert. An dieser Stelle sei erinnert an die Ergebnisse aus Kapitel 6.2.2, in dem gezeigt wurde, dass die mittleren Dicken  $d_s$  aller untersuchten *Arcan*-Proben einer Normalverteilung genügen. Weiterhin wurde beim Klebprozess der Proben auf die Einhaltung konstanter Parameter streng geachtet, was bedeutet, dass Klebstoffmenge, benötigte Zeit zum Aufbringen des Klebstoffs, Klebkraft und Zeit für das Verfahren der oberen *Arcan*-Klemme auf die mit Klebstoff bedeckte Probe und die anschließende Einlagerung der Proben im



(a) Normalitätsplot der logarithmierten Verteilung aller ermittelten effektiven Probendicken (in Prozent).



(b) Boxplot der Verteilung der effektiven Dicken in mm.

**Abbildung 7.14:** Auswertung der Eindringtiefenbestimmung bei 75 Proben.

vorgeheizten Ofen bei allen Proben bis auf geringe Abweichungen gleich war. Ein konstantes Mischverhältnis der zwei Komponenten des Epoxidharzklebers wird über ein herstellereigenes Düsensystem sichergestellt. Bei Betrachtung all dieser vorgenannten, den Klebprozess beeinflussenden Parameter, wäre die Annahme, dass der Klebstoff immer ähnlich weit in die Probenkörper eindringt, gerechtfertigt, und es würde auch bei der effektiven Probendicke eine Normalverteilung resultieren. Die ermittelte Lognormalverteilung spricht dafür, dass in der Probe unabhängig von ihrer Dicke eine Grenze besteht, ab der ein weiteres Eindringen des Klebstoffes nicht mehr möglich ist. Unterstützt wird diese These dadurch, dass auch eine statistische Untersuchung mit *JMP*® ergibt, dass die effektiven Dicken nicht von Gewicht und mittlerer Dicke abhängen. Eine mögliche Erklärung dafür ist die in Kapitel 6.2.1 angeführte Verdichtung des Fasernetzwerkes in Siebnähe [Ras13].

Abschließend zeigt Abbildung 7.14b einen Boxplot der effektiven Dicken in Millimetern  $d_{\text{eff}}$ . Die mittleren 50 % der Proben, die im Boxplot innerhalb des durch erstes Quartil und drittes Quartil begrenzten Rechtecks dargestellt sind, besitzen eine effektive Dicke von 0,56 mm bis 0,93 mm. Der Median liegt bei 0,71 mm. Da die Ermittlung der Eindringtiefe direkt vor dem Versuch durchgeführt wird, kann auf Basis der berechneten effektiven Dicke die konstante Dehnrate realisiert werden.

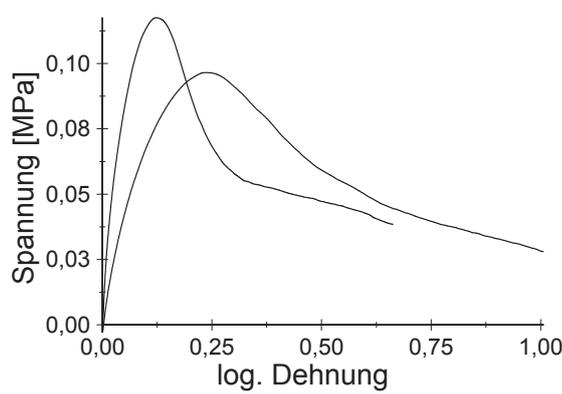
### 7.2.3 Uniaxiale Zugversuche in z-Richtung

Zur experimentellen Bestimmung des Materialverhaltens in z-Richtung unter Zugbelastung werden insgesamt 20 Zugversuche und 10 Hysterese-Zugversuche durchgeführt. Bei den reinen Zugversuchen wird dabei die Prüfgeschwindigkeit bei der einen Hälfte der Proben auf Basis

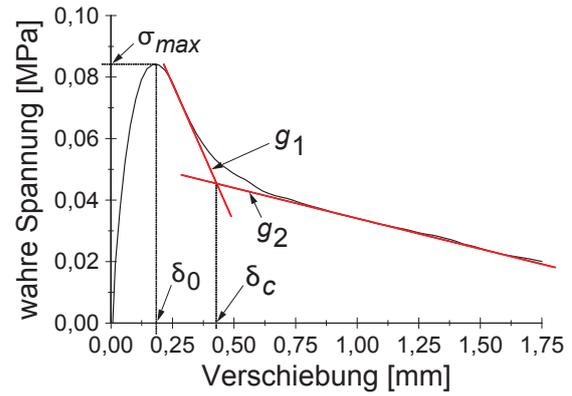
der effektiven Dicke und der über alle Versuche konstanten Dehnrates ( $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$ ) berechnet, bei der anderen Hälfte wird eine konstante Prüfgeschwindigkeit von  $2,2 \text{ mm min}^{-1}$  benutzt, um mit Hilfe der Variation herauszufinden, ob eine Abhängigkeit des Delaminationsverhaltens von der Dehnrates besteht.

Eine weitere Besonderheit der Zug-, Scher- und Kopplungsversuche in z-Richtung betrifft ebenfalls die zu beobachtende Delamination bei fortschreitender Dehnung. Laut [Nyg08] kann die Probe bei Einsetzen der Delamination nicht mehr als Kontinuum betrachtet werden, so dass sämtliche das Materialverhalten unter Delamination beschreibende Materialparameter nicht auf Dehnungen basieren können, sondern auf Verschiebungen. Bis zum Einsetzen der Delamination der Grenzflächen ist jedoch die Betrachtung der logarithmischen Dehnung gerechtfertigt [Nyg08]. Das schnelle Einsetzen der Delamination unterstützt außerdem die Wahl  $\nu_{xz} = \nu_{zx} = \nu_{yz} = \nu_{zy} = 0$ , die bereits in Kapitel 6.1.7 dargelegt wurde.

In Abbildung 7.15a sind zwei Spannungs-Dehnungs-Diagramme jeweils einer repräsentativen Probe unter reiner z-Zugbelastung zu sehen. Die Proben 5 und 14 sind während des Versuchs als Ausreißer identifiziert worden, da der Klebstoff sichtbar am Probenrand über die gesamte Randfläche ausgehärtet ist. Die Proben, die mit der konstanten Prüfgeschwindigkeit von  $2,2 \text{ mm min}^{-1}$  zerzogen werden, weisen bezugnehmend auf die Ergebnisse aus Kapitel 7.2.2 demnach eine um einen Faktor von ca. 3 höhere Prüfgeschwindigkeit auf als die Proben, bei denen die Prüfgeschwindigkeit als Resultat aus konstanter Dehnrates und effektiver Dicke berechnet werden. Es ist zu erwarten, dass eine Erhöhung der Dehnrates in einer Zunahme von Bruchspannung, E-Modul und Fließgrenze resultiert, da wegen der kürzeren Dauer der Versuche bei höheren Prüfgeschwindigkeiten der viskose Einfluss geringer ausfallen wird. Die repräsentativen Graphen zeigen das erwartete Verhalten und die im Anschluss an die Vorstellung der für die Beschreibung der Delamination relevanten Parameter folgenden statistischen Auswertungen der Kenngrößen bestätigen die Vermutungen zudem weiter. Abbildung 7.15b zeigt den Spannungs-Verschiebungs-Zusammenhang am Beispiel von Probe 17, an dem gut der charakteristische Verlauf der Spannung nach Einsetzen der Delamination zu sehen ist. Der Beginn der Delamination nach Erreichen der maximalen Spannung steht in Einklang mit den in [Nyg08, SFs01a] ermittelten Ergebnissen für Pappe. Nach Erreichen der maximalen Spannung  $\sigma^{\max}$  fällt die Spannung in Abhängigkeit von der Verschiebung zunächst annähernd linear ab, was im Bild durch die Gerade  $g_1$  dargestellt ist. Der Graph beginnt abzuknicken und nähert sich letztendlich asymptotisch bis zur vollständigen Delamination der Gerade  $g_2$  an. Der Beginn der Delamination auf der Verschiebungsachse wird mit  $\delta_0$  bezeichnet. Die kritische Verschiebung  $\delta_c$  bezeichnet den Schnittpunkt der Geraden  $g_1$  und  $g_2$  und stellt den Ort dar, in dem das bilineare Delaminationsverhalten eine qualitative Änderung erfährt. Dieses Verhalten ist charakteristisch für alle untersuchten Zugproben und, wie sich im nächsten Kapitel zeigt, auch für Proben unter interlaminarer Scherbelastung. Eine mögliche Begründung



(a) Spannungs-Dehnungs-Diagramme zweier repräsentativer Proben (18 und 6). Der Graph mit geringerer Bruchspannung gehört zu Probe 18 (Prüfgeschwindigkeit in Abh. der effektiven Dicke gewählt).



(b) Verschiebungs-Spannungs-Diagramm bei Probe 17. Die zur Berechnung delaminationsrelevanter Kenngrößen benötigten Bezeichnungen sind ebenfalls dargestellt.

**Abbildung 7.15:** Auswertung der Zugversuche in z-Richtung.

für die Abnahme der Delaminationsgeschwindigkeit bei Überschreiten der Verschiebung  $\delta_c$  unter reiner Normalbelastung ist, dass die Delamination nicht vollständig gleichmäßig abläuft, sondern vielmehr durch das Herauslösen größerer Faserstränge mitunter auch ein progressives Abgleiten dieser von anderen Strängen oder den ursprünglichen Faserbetten erfolgt, was zu Scherbelastung an diesen Stellen führen kann.

Die von der Probe aufnehmbare Energie pro Flächeneinheit bis zum Bruch unter Zugbelastung wird *ZDTE* bezeichnet, und es gilt (engl. *z-directional tensile rupture energy*, vgl. [KK95])

$$ZDTE = \int_0^{\delta_0} \sigma(\delta) \, d\delta . \quad (7.2.2)$$

Die *ZDTE* ist eine mechanische Kenngröße, die die Stärke der internen Faserbindungen (*IBS*, engl. *internal bond strength*) widerspiegelt. Nach [KK95] existiert eine Vielzahl weiterer Kenngrößen, mit deren Hilfe die *IBS* bestimmt werden kann. Im Rahmen dieser Arbeit werden neben der *ZDTE* noch die Bruchspannung  $\sigma^{\max}$  (engl. *z-directional tensile strength*, *ZDTS*), sowie bei Scherversuchen die *SCS* untersucht, die die Spannung bezeichnet, die für das Ablösen von Schichten unter interlaminarer Scherbelastung benötigt wird (*SCS*, engl. für *shear cohesion strength*). Auf Grund des im Vergleich zu Papier hohen Flächengewichts der untersuchten Zellstoffproben von  $\sim 600 \text{ g m}^{-2}$  ist zu erwarten, dass die ermittelten *IBS*-Werte unterhalb der Werte von Proben auf Basis gleicher Fasern mit geringerem Flächengewicht liegen. [KK95] erklärt dies in Analogie zum schwächsten Glied einer Kette. Mit zunehmender Dicke wird die Wahrscheinlichkeit von Regionen schwacher Bindung im Fasernetzwerk größer, wodurch die *IBS* sinkt. Die *IBS* erlaubt die Ermittlung der sog. spezifischen Verbundfestigkeit *SBS* (engl.

*specific bond strength*), indem der Quotient aus  $IBS$  und dem Anteil der Faserflächen, die in Bindung zu anderen Fasern stehen ( $RBA$ , s. Kapitel 2.2.3), berechnet wird. Nach [HNiMO92] kann auf die komplizierte Ermittlung der  $RBA$  im Lichtstreuungsverfahren verzichtet werden, wenn anstelle des Quotienten  $SBS = IBS/RBA$  die Gleichung  $SBS = IBS \cdot 1530 \text{ kg m}^{-3}/\rho$  mit der Dichte  $\rho$  der Probe benutzt wird. Dieser Zusammenhang lässt sich dadurch motivieren, dass eine Dichte von  $1530 \text{ kg m}^{-3}$  einer Probe entspricht, in der die Oberflächen aller Fasern vollständig gebunden sind. In diesem Fall entspräche die Dichte der Probe der Dichte der Faserwand selbst.

In den Tabellen 7.6 und 7.7 sind die statistischen Auswertungen der Kenngrößenermittlung beider Teilversuche dargestellt. Auffallend sind die schlechten Quartilsdispersionskoeffizienten für beide Moduln sowie die Fließspannung bei konstanter Dehnrage, die in Variationskoeffizienten zwischen 30 % bis 45 % resultieren. Der im Vorfeld beschriebene Trend, dass eine Erhöhung der Prüfgeschwindigkeit und der damit verbundene, geringere viskose Einfluss in einer Erhöhung von Modul, Fließ- und Bruchspannung resultieren, spiegelt sich auch in den Mittelwerten der normalverteilten Kenngrößen wider. Dabei ist der Einfluss auf die Bruchspannung mit einer Erhöhung von  $\sim 10\%$  am geringsten. Die delaminationsbezogenen Kenngrößen  $\delta_0$  und  $\delta_c$  weisen allesamt eine akzeptable Streuung auf. In Relation zu den Kennwerten in der Ebene fallen die mechanischen Größen Modul, Fließspannung und Bruchspannung äußerst gering aus, was daran liegt, dass diese die Steifigkeit und Festigkeit der interlaminaeren Kontaktfläche widerspiegeln. Der Elastizitätsmodul ist in etwa um einen Faktor von 500 kleiner als das Gegenstück in der Ebene (vgl. Kapitel 7.1.1). Die Bruchspannung bei Zugbelastung in der Ebene ist fünfzig mal größer als in z-Richtung. Der Einfluss der Dehnrage auf die Kenngrößen  $ZDTE$ ,  $\delta_0$  sowie  $\delta_c$  fällt hingegen gering aus bzw. ist im Rahmen der betrachteten Prüfgeschwindigkeiten zu vernachlässigen.

Das Energieaufnahmevermögen pro Flächeneinheit  $ZDTE$  ist im Vergleich zu Blättern aus ähnlichem Fasermaterial (chemisch aufgeschlossenen Holzfasern aus Weichhölzern) und Flächengewichten von  $15 \text{ g m}^{-2}$  bis  $200 \text{ g m}^{-2}$  mit einer Größe von  $\sim 15 \text{ J m}^{-2}$  deutlich geringer. Messungen aus [KK95] geben für gebleichtes Kraftpapier bei einem Flächengewicht von  $200 \text{ g m}^{-2}$  ein  $ZDTE$  von ungefähr  $50 \text{ J m}^{-2}$  an. In Analogie dazu ist auch die Bruchspannung der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben im Mittel ungefähr drei mal geringer als bei aus äquivalentem Fasermaterial hergestellten Blättern mit einem Flächengewicht von  $200 \text{ g m}^{-2}$ . Neben der Tatsache, dass Proben mit einem höheren Flächengewicht auf Grund der größeren Wahrscheinlichkeit von Fehlstellen eine geringere  $IBS$  aufweisen, ist eine weitere mögliche Erklärung, dass die hier untersuchten Zellstoffproben nicht gepresst wurden und somit sowohl die Dichte als auch die relative Bindungsfläche geringer sind als bei den in [KK95] untersuchten Blättern.

**Tabelle 7.6:** Statistische Auswertung der Zugversuche in z-Richtung bei einheitlicher Prüfgeschwindigkeit.

Bezeichnung	Mittelwert $\mu$	Stdabw. $\Sigma$	$I_5\%$	qcod
Modul $E$ [MPa]	1,85	0,844	[1,2; 2,5]	0,791
Fließspannung $\sigma^F$ [MPa]	0,043 2	0,005 19	[0,039 2; 0,047 2]	0,118
Bruchspannung $\sigma^{\max}$ [MPa]	0,113	0,009 44	[0,105; 0,12]	0,123
$ZDTE$ [ $\text{kJ m}^{-2}$ ]	0,014 6	0,002 42	[0,012 8; 0,016 5]	0,2
$\delta_0$ [mm]	0,18	0,020 9	[0,164; 0,196]	0,17
$\delta_c$ [mm]	0,467	0,079 5	[0,406; 0,528]	0,237

**Tabelle 7.7:** Statistische Auswertung der Zugversuche in z-Richtung bei konstanter Dehnrage.

Bezeichnung	Mittelwert $\mu$	Stdabw. $\Sigma$	$I_5\%$	qcod
Modul $E$ [MPa]	1,08	0,367	[0,802; 1,37]	0,426
Fließspannung $\sigma^F$ [MPa]	0,023 2	0,009 64	[0,015 7; 0,030 6]	0,558
Bruchspannung $\sigma^{\max}$ [MPa]	0,1	0,008 88	[0,093 2; 0,107]	0,102
$ZDTE$ [ $\text{kJ m}^{-2}$ ]	0,014	0,002 58	[0,012; 0,016]	0,274
$\delta_0$ [mm]	0,197	0,021	[0,181; 0,213]	0,173
$\delta_c$ [mm]	0,523	0,042	[0,491; 0,555]	0,155

Die geringen Beträge der kontinuumsmechanischen Kenngrößen besitzen ihre Ursache in der transversalen Isotropie des untersuchten Werkstoffs. Bedingt durch den Anformprozess bilden die einzelnen Fasern Schichten aus ebenen Teilfasernetzwerken. Dem Modell nach ist dieses Verhalten in Siebnähe besonders ausgeprägt. Mit steigender Vliesdicke erhöht sich die Wahrscheinlichkeit, dass Fasern in die Poren der darunter gelegenen Schichten gleiten, was in einer z-Komponente der Faserrichtung ungleich Null und zunehmender lokaler Porosität resultiert. Eine höhere Porosität wiederum erleichtert das Eindringen des zur Fixierung der Proben verwendeten Klebstoffs in die Probe (s. Kapitel 7.2.2) bis zu einer Tiefe, in der eine Kombination aus steigender Klebstoffviskosität und geringer Porosität das weitere Eindringen verhindern. In dieser Tiefe ist die relative Bindungsfläche der interlaminaeren Bindungen gering, so dass eine geringe Zugfestigkeit resultiert (s. Kapitel 2.2.3). Weiterhin wird die Steifigkeit der Zellstoffproben bei Zugbelastung in z-Richtung, wie bereits zuvor erwähnt, hauptsächlich aus der Steifigkeit der Faser-Faser-Bindungen resultieren.

Zusätzlich werden insgesamt 10 Hysterese-Zugversuche in einem Dehnungsbereich vor Bruch bzw. Eintreten der Delamination durchgeführt ( $\mathcal{A}_{\text{Stat}} = 7$ ). Die Prüfgeschwindigkeit wird bei allen 10 Versuchen auf Basis der effektiven Dicke mit konstanter Dehnrage von  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ min}^{-1}$

gewählt. Im Gegensatz zu den zuvor betrachteten Versuchstypen tritt bei Zugversuchen in z-Richtung ein unterschiedliches Änderungsverhalten des Elastizitätsmoduls ein. Wie in Abbildung 7.16a zu sehen, ist im ersten Belastungsschritt eine Steigung vorhanden, die geringer ist als in den darauffolgenden Belastungsschritten. Der Anstieg der Steifigkeit in den ersten Belastungsschritten kann aus der Tatsache resultieren, dass das Fasernetzwerk am Ende der Entlastung in Druckrichtung belastet wird, was sich aus steuerungstechnischen Gründen nicht exakt vermeiden lässt. Erst bei einer plastischen Dehnung von ca. 5 % transformiert die zuvor beobachtete Versteifung in das reziproke Verhalten, der Modul nimmt ab dieser plastischen Dehnung bei weiterer Zunahme der plastischen Dehnung ab.

Aus technischen Gründen ist lediglich eine Betrachtung von Dehnungen bis  $\sim 14\%$  möglich gewesen. In diesem Bereich folgt die beschriebene Modul-Degradation einem linearen Verhalten, wie in Abbildung 7.16b zu erkennen ist. Die bis zur plastischen Dehnung von 13 % gemessenen Moduln erlauben jedoch die Vermutung, dass sich das lineare Degradationsverhalten bei steigender Dehnung einem exponentiellem Verlauf ähnlich den anderen untersuchten Belastungsarten angleicht. Abschließend lässt sich dies aber nur durch weitere Versuche belegen, die im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt werden.

Das Verfestigungsverhalten, welches ebenfalls in Abbildung 7.16b dargestellt ist, folgt wie bei den Druckversuchen in der Anformebene einem linearen Verlauf. Verglichen mit den Zugversuchen in der Anformebene (s. Kapitel 7.1.1) treten unter Zugbelastung in z-Richtung auch schon vor der ersten Entlastung Spannungsrelaxationseffekte auf, der Verlauf der Entlastung selbst ist jedoch bis zu einer Dehnung von  $\sim 4\%$  elastisch. Zugversuche in der Anformebene zeigen schon ab Dehnungen unter 1 % ein stark gewölbtes Entlastungsverhalten. Eine mögliche Erklärung für dieses Beobachtung ist, dass bei Zugbelastung in der Ebene ein permanentes Abgleiten von Faser-Faser-Bindungen unter Belastung ein viskoses Verhalten induziert. In der Modellvorstellung gleitet ein Teil der Fasern bei Entlastung zeitverzögert zurück in seine ursprüngliche Position im Fasernetzwerk. Bei Zugversuchen in z-Richtung dominiert die Delamination die Materialantwort, und es findet kein Abgleiten der einzelnen Fasern in dem Ausmaß wie bei ebenen Zugversuchen statt.

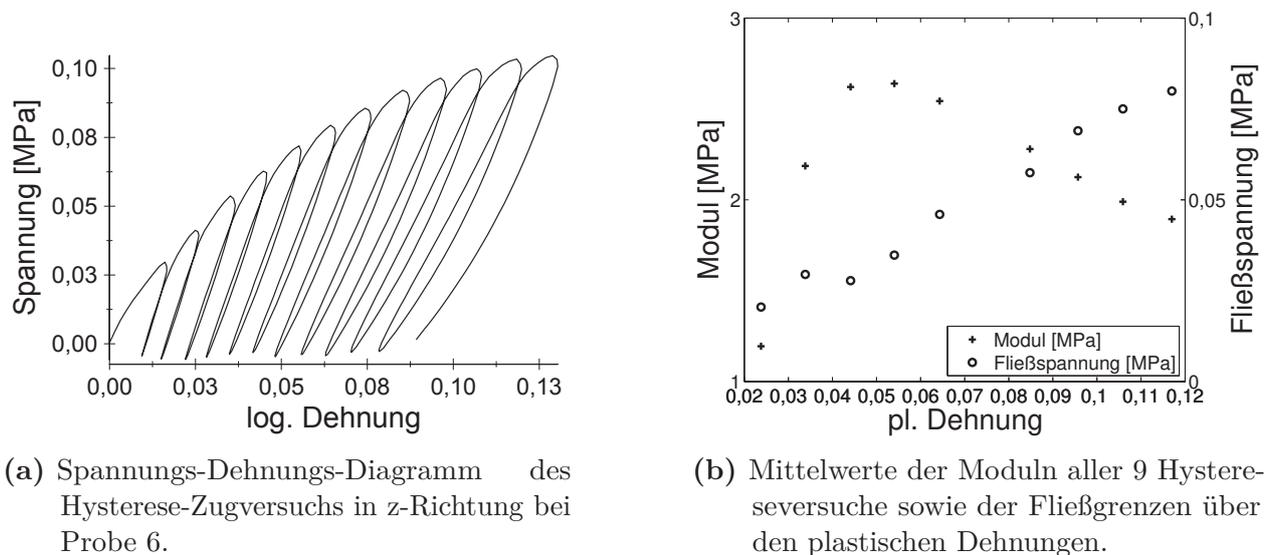


Abbildung 7.16: Auswertung der Hysterese-Zugversuche in z-Richtung.

### 7.2.4 Interlaminare Scherversuche

Den Abschluss der das transversale Materialverhalten klassifizierenden Versuchsreihen bilden die interlaminaren Schubversuche. Wie im Kapitel 6.1.4 beschrieben werden dazu, wie bei den Zugversuchen in z-Richtung, Proben mit einer Grundfläche von 25 mm mal 40 mm aus den bekannten Faservliesen herausgestanzt. Ebenfalls in Analogie zu den im vorherigen Kapitel vorgestellten Zugversuchen werden diese Proben dann auf die Probenhalter aus Kunststoff geklebt und im Anschluss an den Aushärtprozess klimatisiert. Bei jeder Probe wird vor dem eigentlichen Scherversuch die Eindringtiefe unter Benutzung des *Arcan*-Versuchsaufbaus für Zugversuche nach dem vorgestellten Verfahren ermittelt. Nach der Entlastung der Probe werden die beiden Kunststoffhalter mit einem U-Profil fixiert und der Versuchsaufbau um 90° gedreht, wobei die endgültige Position der oberen *Arcan*-Klemme bei Scherversuchen auf Grund der variablen Probendicke erst nach der Montage der Kunststoffhalter samt U-Profil eingestellt werden kann. Die Scherversuche selbst werden dann mit einer konstanten Dehnrage von  $1 \text{ min}^{-1}$  bezogen auf die effektive Probendicke durchgeführt.

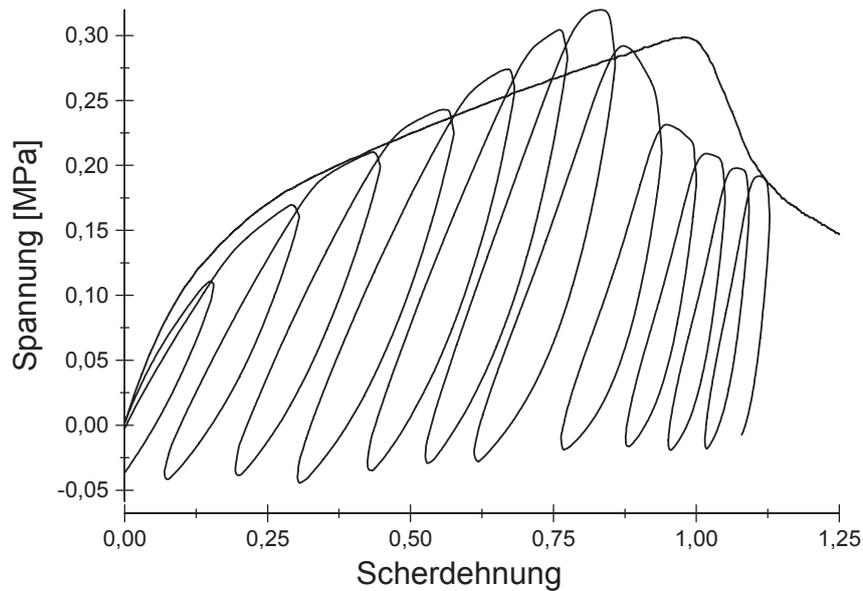
Bis auf eine Probe ( $\mathcal{A}_{\text{Versuch}} = 9$ , dabei hörbares Knacken auf Grund vollständiger Durchdringung des Klebstoffs während des Versuchs) kann während der Versuche kein Ausreißer bei den insgesamt 20 Proben identifiziert werden. Die nachträglich durchgeführte Ausreißer-Betrachtung auf Basis statistischer Hilfsmittel erweitert die Ausreißermenge um  $\mathcal{A}_{\text{Stat}} = 3, 10, 11$  und 13. Zusätzlich werden 10 Hystereseversuche durchgeführt ( $\mathcal{A}_{\text{Versuch}} = 9$  und 10). In Abbildung 7.17 sind zusammengefasst jeweils ein repräsentativer Scherversuch und ein Hystereseversuch zu sehen, Tabelle 7.8 zeigt die statistische Auswertung der relevanten Zielgrößen. Die Spannungen werden über den gesamten Versuch mit der ursprünglichen

Querschnittsfläche berechnet. Diese Annahme ist in jedem Fall gültig, solange noch keine Delamination der Probenschichten stattgefunden hat. Sobald Delamination einsetzt, erfolgt die Übertragung der Zugkraft an den Grenzflächen über die dann jeweils aktuelle Fläche. Da über die integrale Wegmessung keine exakte Aussage über die Größe dieser Fläche möglich ist, wird die Spannungsberechnung auf Basis der ursprünglichen Querschnittsfläche durchgeführt.

Die Variationskoeffizienten liegen in einem Bereich von 15 % bis 22 %, wobei die Bruchspannung mit einem Variationskoeffizienten von 8,8 % eine deutlich kleinere Streuung besitzt. Die mittlere Bruchdehnung von 0,886 rad sagt aus, dass Materialversagen bzw. Delamination unter Scherbelastung erst dann einsetzt, wenn eine relative Verschiebung der Klemmen zueinander in der Größenordnung der effektiven Probendicke erfolgt. Im Vergleich zum Einsetzen der Delamination bei Zugbelastung in z-Richtung entspricht das in etwa dem fünffachen Wert. Begründet werden kann dies damit, dass bei Scherbelastung unter der Modellvorstellung isotroper Teilfasernetzwerke keine Abstandsvergrößerung zwischen den interlaminaeren Schichten auftritt, die ein Eintreten der Delamination beschleunigt. Zudem ist anzumerken, dass die vom Wegaufnehmer gemessene Verschiebung nicht der Verschiebung entspricht, die in der Modellvorstellung von zwei über ein Interface verbundenen Probenhälften an eben dieser Schnittstelle wirkt (s. dazu auch Kapitel 8.4).

Bezug nehmend auf die in Kapitel 7.2.3 vorgestellten Materialparameter, die eine Ermittlung der *IBS* ermöglichen, stellt die Bruchspannung bei dieser Versuchsanordnung die *shear cohesion strength* bzw. *SCS* dar. Laut [KK95] liegt diese in der Regel höher als die unter Zugbelastung ermittelte äquivalente Kenngröße *ZTDS*, da die durch Deformation induzierte Kraft aufgeteilt wird in eine Komponente, die eine Scherung der Interfaces zwischen den interlaminaeren Schichten bewirkt, sowie eine Kraftkomponente, die in den dazu komplementären Bereichen der Probe wirkt. Bei den in [KK95] vorgestellten Untersuchungen werden *SCS* und *ZDTS* bei chemisch aufgeschlossenen Holzfasern untersucht, und es wird festgestellt, dass die *ZDTS* unabhängig vom Verdichtungsgrad der Blätter ca. 30 % der Größenordnung der *SCS* entspricht. Ein analoges Ergebnis wird auch bei den hier untersuchten Proben festgestellt. Der Vergleich von Elastizitätsmodul bei Zugbelastung in z-Richtung und Schubmodul ergibt, dass diese annähernd gleich sind. Das steht im Kontrast zu den Ergebnissen in der Anformebene, wo das Verhältnis aus Schubmodul zu E-Modul ungefähr 30 % beträgt. Dies lässt darauf schließen, dass die gemessenen Kennwerte eher den Grenzflächen zwischen einzelnen Faserschichten zuzuordnen sind als den Schichten selber.

Wie bereits zu Beginn von Kapitel 7.2.3 erwähnt, ähnelt das Spannungs-Verschiebungsverhalten nach Eintreten der Delamination qualitativ den Zugversuchen, der elastisch-plastische Bereich davor ist jedoch im Verhältnis zu diesen sehr ausgeprägt. Die Ermittlung



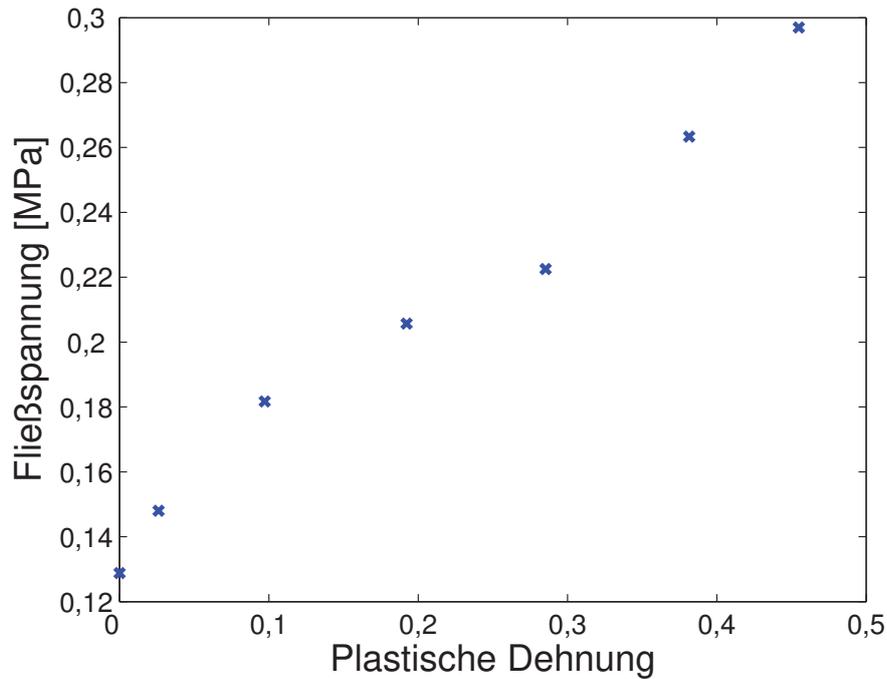
**Abbildung 7.17:** Spannungs-Scherdehnungs-Verlauf eines herkömmlichen Scherversuchs in  $z$ -Richtung (Probe 17) und eines Hystereseversuchs (Probe 6).

der Kenngrößen  $\delta_c$  sowie  $\delta_0$  erfolgt aus diesem Grund in exakt gleicher Weise wie bei den Zugversuchen in  $z$ -Richtung im letzten Kapitel.

Zusätzlich wird in Hystereseversuchen das Verfestigungsverhalten untersucht. Abbildung 7.18 zeigt das Ergebnis der auf 8 Versuchen basierenden Auswertung. Für jeden der 8 betrachteten Versuche kann ein linearer Zusammenhang zwischen Fließgrenze und plastischer Dehnung festgestellt werden. Die Abbildung zeigt die Mittelwerte beider Kenngrößen in den einzelnen Belastungs-Entlastungs-Pfaden der Hysterese. Wie bei den Zugversuchen in  $z$ -Richtung und bei den Druckversuchen in der Anformebene ist das Verfestigungsverhalten linear, im Gegensatz zu den Zug- und Scherversuchen in der Anformebene.

**Tabelle 7.8:** Statistische Auswertung der interlaminaeren Scherversuche.

Bezeichnung	Mittelwert $\mu$	Stdabw. $\Sigma$	$I_{5\%}$	$c_v$
Schubmodul $G$ [MPa]	1,17	0,264	[1,02; 1,31]	0,226
Fließspannung $\sigma^F$ [MPa]	0,091 5	0,015 5	[0,082 9; 0,1]	0,169
Bruchdehnung $\epsilon^{\sigma_{\max}}$ [rad]	0,886	0,131	[0,813; 0,959]	0,148
Bruchspannung $\sigma^{\max}$ [MPa]	0,324	0,028 6	[0,308; 0,34]	0,088 3
$\delta_c$ [mm]	1,14	0,176	[1,04; 1,23]	0,155
$\delta_0$ [mm]	0,744	0,156	[0,658; 0,83]	0,209



**Abbildung 7.18:** Entwicklung der gemittelten Fließgrenze aufgetragen über der plastischen Dehnung bei interlaminarer Scherbelastung.

## 7.3 Versuche zur Validierung

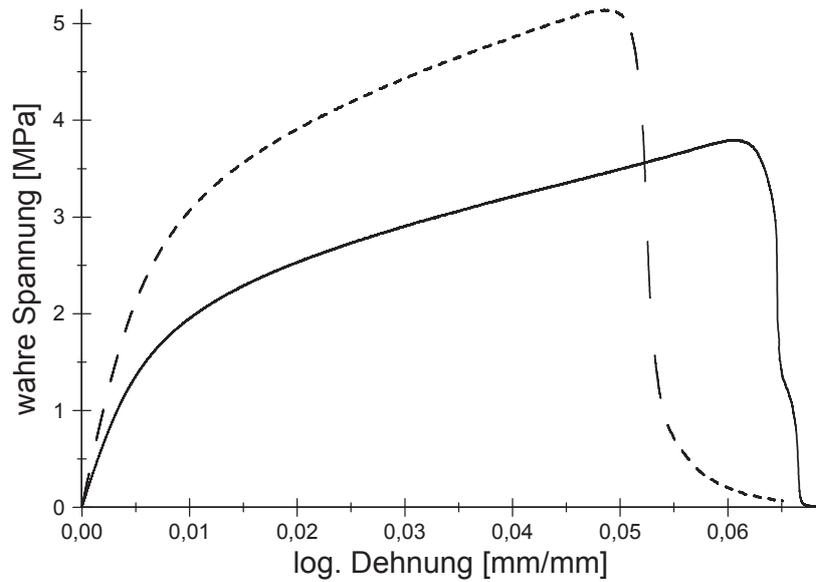
### 7.3.1 Zugprobe mit Loch

Das Materialverhalten in der Ebene bei inhomogenen Dehnungsverteilungen unter Zugbelastung wird mit Hilfe der in Kapitel 6.1.1.1 vorgestellten Probe mit Loch untersucht. Durch das in der Mitte der Zugprobe gestanzte Loch mit einem Durchmesser von 4,17 mm konzentrieren sich die betragsmäßig größten Dehnungen und in Folge dessen auch Spannungen in einer Umgebung dieses Loches. Alle Versuche werden mit unter Normklima klimatisierten Proben durchgeführt, und die Ermittlung des Gewichts zur Berechnung der mittleren Probendicke erfolgt im Anschluss an die Klimatisierung, bevor das Loch herausgestanzt wird. Die Norm [AST11] gibt vor, dass die Berechnung der Bruchspannung auf Basis des ursprünglichen Probenquerschnitts zu erfolgen hat. In diesem Fall ergibt sich eine um ca. 16% geringere Fläche in der Lochmitte, woraus dementsprechend eine um 16% größere Ingenieurspannung als real vorhanden folgt. Wie auch bei den Zugversuchen in Kapitel 7.1.1 wird eine optische Dehnungsmessung zur Berechnung der wahren Spannungen eingesetzt.

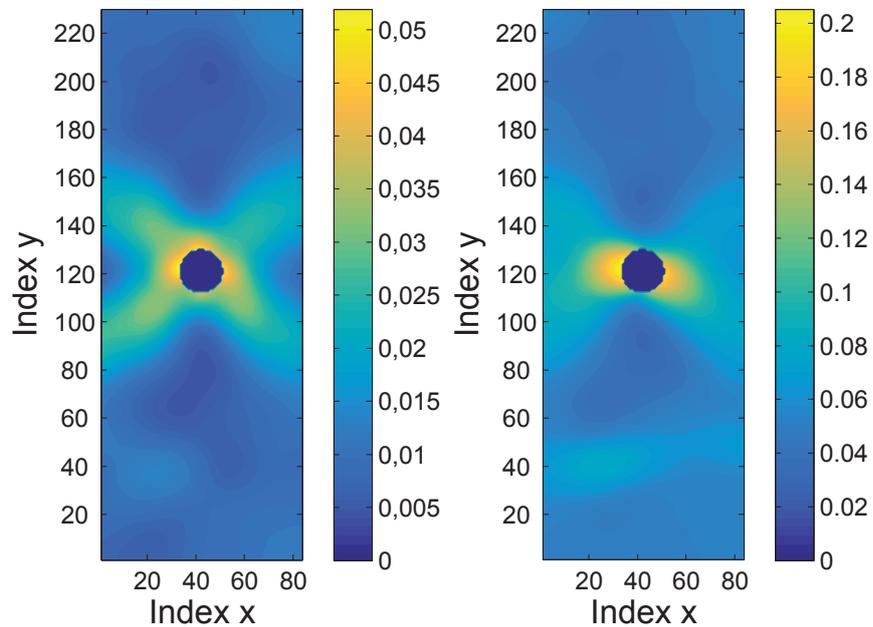
Von den 20 durchgeführten Versuchen ist Probe 20 nicht verwendbar, da bei dieser Probe die Rissausbildung nicht in der Lochumgebung stattgefunden hat (dies wird in der Norm explizit gefordert). Die Betrachtung der Kenngrößenverteilungen ergibt die zusätzlichen Ausreißer  $\mathcal{A}_{\text{Stat}} = 1$  und 4. In Abbildung 7.19 sind die Spannungs-Dehnungs-Verläufe eines Versuchs

mit einer ungelochten Probe und einer gelochten Probe gegenübergestellt. Die Graphen sind in Bezug auf die in Tabelle 7.9 angeführten mechanischen Kennwerte repräsentative Vertreter der jeweiligen Versuchsreihen. Eine Ausnahme bildet hier die Bruchdehnung, die bei den ungelochten Proben eine im Vergleich immens hohe Streuung mit einem Variationskoeffizienten von 20 % aufweist. Im Gegensatz dazu liegt der Variationskoeffizient der Bruchdehnung bei den Proben mit Loch bei 8 %. Der Mittelwert der Dehnung beim Einsetzen von Fließen ist bei den gelochten Proben im Schnitt um 5 % geringer als bei den ungelochten Zugproben aus Kapitel 7.1.1. Hier muss allerdings beachtet werden, dass über die integrale Wegmessung nicht die real am Loch vorhandene lokale Dehnung erfasst wird, die in der Regel höher sein wird. Gleiches gilt aus analogem Grund für die im Folgenden angegebenen Dehnungen. Das Verhältnis aus den mittleren Bruchdehnungen bei den Proben mit Loch zu den Standardzugproben beträgt 88 %. Insgesamt lässt sich also sagen, dass der Einfluss des Lochs auf den Fließbeginn sowie die maximal mögliche Dehnung vor Probenversagen gering ist. Die analog gebildeten Quotienten betragen für die Bruchspannung 79,4 % und für die Fließspannung 75,6 % (dabei ist bereits eingerechnet, dass die real an der Probe wirkenden Spannungen um 16 % höher sind als die ermittelten Werte).

Die Proben mit Loch reißen im Mittel bei einer ca. 20 % geringeren Spannung als die ungelochten Proben. Diese Beobachtung steht im Widerspruch zu Ergebnissen, die bei Zugversuchen mit gelochten Probenkörpern bei Faserverbundwerkstoffen durchgeführt wurden [Mal88]. Dort ist die Zugfestigkeit der gelochten Probenkörper annähernd genauso groß wie bei den ungelochten Proben. Der Autor führt als Begründung dieser Tatsache an, dass mikroskopisch kleine Risse am Lochrand für eine Entlastung der Spannungskonzentration sorgen. Obwohl von der Struktur als ein Produkt aus Fasern her ähnlich, scheint eine analoge Begründung bei den hier untersuchten Zellstoffprobenkörpern nicht gültig zu sein. Eine mögliche Legitimation dafür ist, dass im Gegensatz zu den Faserverbundwerkstoffen bei Faserformwerkstoffen keine Faser-Matrix-Struktur vorhanden ist. Deswegen findet eine Umverteilung der lokal hohen Spannungen nicht durch Mikrorisse statt, sondern eher, wie z.B. in [Cra62] beobachtet, über die interlaminaeren Wasserstoffbrückenbindungen des Fasernetzwerkes. Diese zeitabhängige Homogenisierung der Spannungszustände im Material kann jedoch die lokalen Spannungsmaxima nicht vollständig eliminieren, so dass die Proben früher reißen als vergleichbare ungelochte Probenkörper. Die lokalen Dehnungsmaxima in der Nähe des Lochs resultieren dann in einer erhöhten Wahrscheinlichkeit für die Ausbildung der finalen Rissbildung bei Versagen in diesem Gebiet. Abbildung 7.20 zeigt die lokalen Dehnungsfelder der im Spannungs-Dehnungs-Diagramm dargestellten Probe 16. Eine weitere Interpretation der Versuchsergebnisse findet an dieser Stelle nicht statt, da die durchgeführte Versuchsreihe der Validierung der in der FE-Simulation eingesetzten Modelle in Kapitel 8.2 dient.



**Abbildung 7.19:** Spannungs-Dehnungs-Diagramme eines Versuchs einer Probe mit Loch (Probe 16, Spannung auf die Querschnittsfläche ohne Loch bezogen) und eines Zugversuchs (Probe 26, gestrichelt dargestellt).



**Abbildung 7.20:** Lokale Dehnungsfelder der Querdehnungen (links) und Längsdehnungen (rechts) nach einem Verfahrensweg von 5 mm bei Probe 16.

**Tabelle 7.9:** Statistische Auswertung der Zugversuche einer Probe mit Loch. Spannungen nach [AST11].

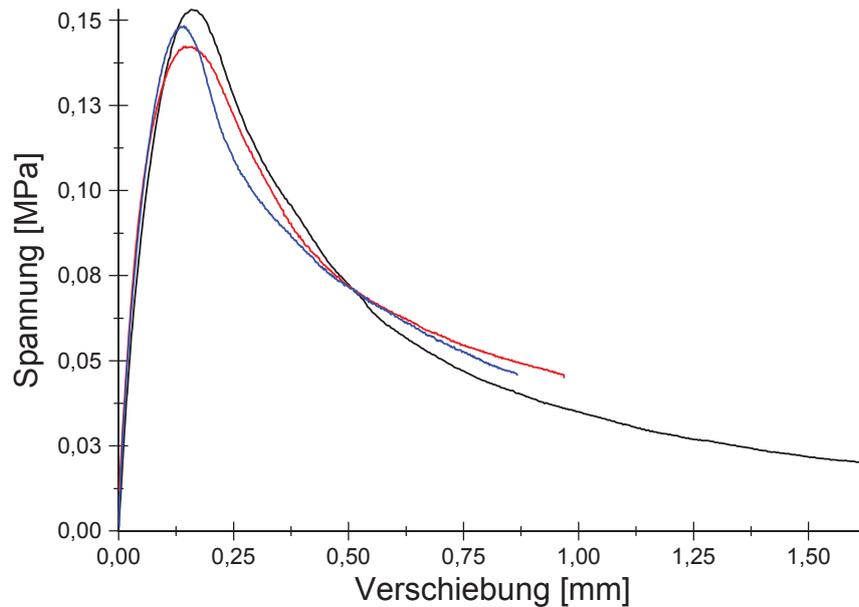
Bezeichnung	Mittelwert $\mu$	Stdabw. $\Sigma$	$I_{5\%}$	$c_v$
Bruchspannung $\sigma^{\max}$ [MPa]	3,81	0,25	[3,68; 3,94]	0,065 5
Fließspannung $\sigma^F$ [MPa]	1,16	0,11	[1,1; 1,22]	0,094 9
Fließdehnung $\epsilon^F$	0,004 33	0,000 108	[0,004 27; 0,004 38]	0,025 1
Bruchdehnung $\epsilon^{\sigma^{\max}}$	0,066 2	0,005 51	[0,063 4; 0,069 1]	0,083 2

### 7.3.2 Gekoppelte Zug- und Scherversuche

Für die Validierung der Simulationsergebnisse der Versuche in z-Richtung werden abschließend gekoppelte Zug-Scher-Belastungsversuche durchgeführt. Die grundsätzliche Prozedur der Probenvorbereitung und des Klebens entspricht dabei dem beschriebenen Vorgehen bei den Scherversuchen in z-Richtung, das in Kapitel 7.2.4 beschrieben wurde, mit dem Unterschied, dass die mit einem U-Profil fixierten Kunststoffklemmen nach der Bestimmung der Eindringtiefe nicht in den um 90° gedrehten Schubaufbau installiert werden, sondern im nur um 45° rotierten Kopplungsaufbau (s. Kapitel 6.1.4). Aus der Zerlegung des Geschwindigkeitsvektors in seine Komponenten resultieren dann Normal- und Schub-Belastung.

Insgesamt werden 10 Versuche durchgeführt, von denen in Abbildung 7.21 drei dargestellt sind. Nach Erreichen der maximalen Spannung fällt auch bei den Kopplungsversuchen die Spannung zunächst steil ab, bevor diese sich bei fortschreitender Verschiebung einer Geraden mit negativer Steigung asymptotisch anschmiegt. Qualitativ entspricht das Verhalten nach Erreichen der maximalen Spannung dem Delaminationsverhalten der Zug- und Scherversuche in z-Richtung. Zu Beginn der Belastung bis zur maximalen Last ähnelt der fast lineare Verlauf dem bei den Zugversuchen beobachteten Verhalten. Eine Ermittlung mechanischer Kenngrößen findet an dieser Stelle nicht statt, da die Kopplungsversuche ausschließlich der Überprüfung der Simulationsergebnisse im Hinblick auf die Übertragbarkeit auf diese abgewandelte Problemstellung dienen.

Damit endet die Vorstellung der Klassifikationsversuche, auf deren Basis ein Modell für das als transversal isotrop angenommene, elastisch-plastische Materialverhalten entwickelt wird. Wegen der Komplexität der beobachteten Materialantworten wird im Kapitel 8 die Modellierung in einzelne Teilbereiche unterteilt. So erfolgt zunächst die Betrachtung des Materialverhaltens in der Anformebene ohne Berücksichtigung viskoser Effekte (Kapitel 8.2). Aufbauend auf die im folgenden Kapitel ermittelten Ergebnisse bezüglich des Spannungsrelaxations- und Kriech-



**Abbildung 7.21:** Spannungs-Verschiebungs-Diagramm bei gekoppelter Zug-Scher-Belastung in z-Richtung (Proben 1, 2 und 9).

verhaltens wird in Kapitel 8.3 dann auf die modelltechnische Umsetzung der zeitabhängigen Materialantwort eingegangen. Das Delaminationsverhalten der Versuche in z-Richtung wird im Kapitel 8.4 behandelt. Schließlich erfolgt eine Modellierung des Materialverhaltens unter Druckbelastung in z-Richtung mit Hilfe eines hyperelastischen Materialmodells in Kapitel 8.5.

## 7.4 Viskoelastisches Materialverhalten

Die in diesem Kapitel erarbeiteten Ergebnisse sind als viskoelastische Erweiterung der zuvor vorgestellten Erkenntnisse zu verstehen, bei denen es hauptsächlich um eine dehnratenunabhängige Beschreibung des elastoplastischen Materialverhaltens geht. Eine Ursache dafür ist die Tatsache, dass die im Rahmen dieses Kapitels durchgeführten Versuche nicht mit den bis jetzt benutzten Zellstoffproben aus Primärfasern stattgefunden haben, sondern mit Sekundärfasern, da die Tests allesamt zeitlich vor der Beschaffung der in Kapitel 6.2 beschriebenen Fasern stattgefunden haben.

Die Fasern besitzen eine mittlere Länge von 1,3 mm, sind nicht *deinkt* (Entfernen von Druckertinte während des Recyclingprozesses) und bestehen zu 11,2 %, 22,2 % und 66,6 % aus den Altpapiersorten 1.02, 1.05 bzw. 4.01 nach [DIN14b]. Zum Einsatz kommen Proben der Größe 75 mm mal 30 mm, die Dickenmessung erfolgt mit einer Bügelmessschraube an drei Stellen der Probe. Die Durchführung der Zugversuche orientiert sich analog zu den in Kapitel 7.1.1 vorgestellten Versuchen an [DIN09]. Soweit nicht explizit anders formuliert erfolgt eine

Klimatisierung bei einer Temperatur von 23 °C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 50 %. Es kommt keine optische Wegmessung zum Einsatz.

Das Kriech- und Spannungsrelaxationsverhalten dieser Sekundärfasern wird aufbauend auf den Erkenntnissen, die in [Alf10] und [MRKA10] für Papier hergeleitet worden sind, experimentell ermittelt, und es wird überprüft, ob sich diese auch auf die im Vergleich zu Papier dickeren, transversal isotropen Zellstoffproben anwenden lassen. Mit Hilfe der in Kapitel 6.1.5 vorgestellten Software zur Steuerung der Versuchsanlage können beide benötigten Versuchstypen realisiert werden. Bei den Spannungsrelaxationsversuchen (im Folgenden *SR*-Versuche genannt) wird eine vorher definierte, konstante Dehnung  $\epsilon_0$  angefahren und dann das Relaxationsverhalten der Spannung evaluiert. Bei den Kriechversuchen (im weiteren Verlauf mit *CR*-Versuche bezeichnet) wird mit Hilfe eines Reglers eine eingestellte Spannung  $\sigma_0$  eingeregelt und für die Versuchsdauer konstant gehalten. Über die integrale Wegmessung erfolgt die Aufnahme der Dehnungsrelaxation. Aus den *SR*-Versuchen wird der Spannungsrelaxationsmodul

$$E^{\text{re}}(t) = \frac{\sigma(t)}{\epsilon^{\text{linear}}} \quad (7.4.1)$$

ermittelt. Mit  $\epsilon^{\text{linear}}$  ist hier der lineare Anteil der angefahrenen, konstanten Dehnung bezeichnet. Dieser ergibt sich aus dem Spannungs-Dehnungs-Zusammenhang zusätzlich durchgeführter Zugversuche bei exakt gleichen Material- und Probenparametern zum Beispiel mit Hilfe der in Kapitel 6.1.7 vorgestellten Elastizitätsmodulbestimmung. Analog wird bei den *CR*-Versuchen die Kriechnachgiebigkeit

$$J^{\text{Cr}}(t) = \frac{\epsilon^{\text{linear}}(t)}{\sigma} \quad (7.4.2)$$

berechnet. Hier gestaltet sich die Ermittlung von  $\epsilon^{\text{linear}}(t)$  schwieriger, da die Dehnung während des Versuchs nicht konstant ist. Für jede Dehnung  $\epsilon(t)$  muss der zugehörige lineare Anteil aus den Spannungs-Dehnungs-Zusammenhängen ermittelt werden. Gelingt es, für Zellstoffproben nach dem Faserformverfahren zu zeigen, dass der Zusammenhang

$$J^{\text{Cr}}(t) = \frac{1}{E^{\text{Re}}(t)} \quad (7.4.3)$$

auch hier in Analogie zu den in [Alf10] für Papier gewonnen Erkenntnissen gilt, so wären die in [Dro97, Dro98] allgemein für nicht-linear viskoelastische Feststoffe formulierten Materialgesetze anwendbar. Die Ergebnisse für Papier nach [Alf10, MÖ03] lauten zusammengefasst:

1. Nur der lineare Anteil der Dehnung trägt zur zeitabhängigen Materialantwort bei. Es existiert also ein linear viskoelastischer Anteil sowie ein zeitunabhängiger, nicht-linearer Anteil.

2. Sowohl Spannungsrelaxationsmodul als auch Kriechnachgiebigkeit hängen nicht von der initial angefahrenen Dehnung bzw. Spannung und auch nicht vom Feuchtegehalt der Proben ab.
3. Spannungsrelaxationsmodul und Kriechnachgiebigkeit skalieren mit dem Elastizitätsmodul.

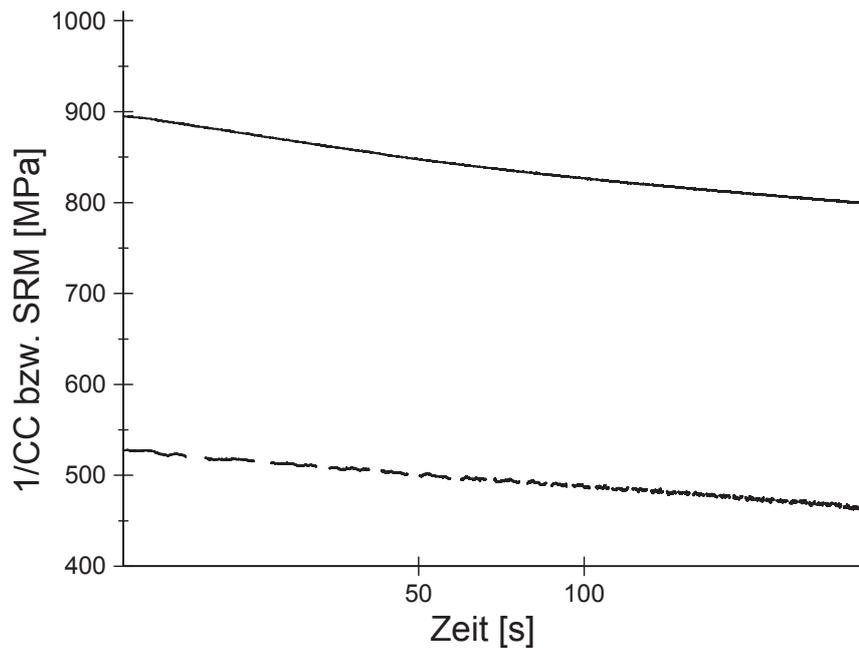
Für Zellstoffproben nach dem Faserformverfahren wird nun überprüft, ob  $E^{\text{Re}}$  und  $J^{\text{Cr}}$  von den Einflussgrößen Elastizitätsmodul (bzw. Pressdruck), Flächengewicht und initialer Spannung bzw. Dehnung abhängen. In beiden Fällen dient als Zielgröße für die statistische Auswertung  $E^{\text{Re}}(t_0)$  bzw.  $J^{\text{Cr}}(t_0)$  mit  $t_0 = 50$  s und  $t = 0$ , sobald  $\sigma_0$  bzw.  $\epsilon_0$  angefahren sind. Die Wahl eines konstanten Zeitpunkts beruht auf der Tatsache, dass sich bei Spannungsrelaxation nach [Cra62] zu keiner Zeit ein Equilibrium einstellt. Der Abfall der Spannung schreitet unendlich fort, bis alle Faser-Faser-Bindungen gebrochen sind.

Insgesamt werden 10 durchgeführte *SR*-Versuche betrachtet, bei denen mit Hilfe unterschiedlicher Pressdrücke vier verschiedene Elastizitätsmoduln der Probe realisiert werden ( $E = 298$  MPa, 398 MPa, 751 MPa und 1071 MPa). Diese gemittelten Werte werden für jeden Pressdruck aus mindestens 3 Spannungs-Dehnungs-Diagrammen extrahiert. Weiterhin werden zwei verschiedene Flächengewichte  $g = 400$  g m<sup>-2</sup> und 600 g m<sup>-2</sup> untersucht. Die angefahrenen Dehnungen, die in einem Bereich von 0,1 % bis 6 % liegen, werden anhand der Versuchsdaten ermittelt. Durch eine Varianzanalyse mittels der Software *JMP*® wird nun geprüft, ob mit statistischer Wahrscheinlichkeit eine Abhängigkeit der Zielgröße von den Einflussgrößen existiert. Untersucht wird, ob lineare Abhängigkeiten zwischen den Einfluss- und der Zielgröße existieren. Auf Grund der geringen Anzahl an Versuchen werden eventuell auftretende Wechselwirkungen der Einflussgrößen untereinander sowie quadratische Terme nicht betrachtet. Die Ergebnisse der Auswertung sind in Tabelle 7.10 zusammengefasst.

Zusätzlich werden 19 *CR*-Versuche durchgeführt und in Analogie zu den *SR*-Versuchen ausgewertet. Elastizitätsmoduln und Flächengewichte bewegen sich im gleichen Rahmen wie bei den zuvor betrachteten Versuchen. Die initial angefahrenen, konstanten Zielspannungen, die in einem Intervall 0,5 MPa bis 10,54 MPa variieren, werden ebenso aus den Versuchsdaten ermittelt. Tabelle 7.10 zeigt die zusammengefassten Ergebnisse der Anpassung in *JMP*®. Beide Anpassungen besitzen eine hohe Varianzaufklärung mit einem korrigierten Bestimmtheitsmaß von  $R_{\text{adj}}^2 = 0,93$  bzw.  $R_{\text{adj}}^2 = 0,91$ . Die Varianzanalyse ergibt in beiden Fällen, dass die beobachteten Effekte von mindestens einer Einflussgröße stammen, sich also nicht nur aus den natürlich vorhandenen Streuungen ergeben. Bei den *CR*-Versuchen ergibt sich eine fehlende Anpassung (engl. *Lack-Of-Fit*). Es ist also davon auszugehen, dass die Betrachtung von Wechselwirkungen der Effekte untereinander oder die Betrachtung von Termen mit einem Grad größer als 1 (linearer Fall) die Anpassungsgüte verbessern. Außerdem erfolgt

**Tabelle 7.10:** Auswertung der Kriech- und Spannungsrelaxationsversuche.

Stat. Kenngröße	SR-Versuche	CR-Versuche
Anzahl Beobachtungen	10	19
$R_{\text{adj}}^2$	0,93	0,91
Varianzanalyse Wahrscheinlichkeit	$2 \cdot 10^{-4}$	$< 1 \cdot 10^{-4}$
Signifikante Parameter	$E$ (sehr hoch), $g$	$E, g$ (beide sehr hoch)
Lack-Of-Fit Wahrscheinlichkeit	0,067 4	$< 1 \cdot 10^{-4}$
Normalverteilte Residuen	ja	ja



**Abbildung 7.22:** Repräsentativer Verlauf von Spannungsrelaxationsmodul (gestrichelt) und inverser Kriechnachgiebigkeit (logarithmierte Zeitachse).

beispielsweise keine Untersuchung des Feuchtegehalts als Einflussgröße in der statistischen Untersuchung.

Das wichtige Ergebnis dieser Analyse ist, dass die angefahrne, initiale Spannung  $\sigma_0$  bei den Kriechversuchen und die initiale Dehnung  $\epsilon_0$  bei den Relaxationsversuchen keinen signifikanten Einfluss auf Spannungsrelaxationsmodul und Kriechnachgiebigkeit besitzen. Insgesamt lässt sich sagen, dass die Ergebnisse denen von Papier ähneln, wobei der Feuchtegehalt wie bereits erwähnt nicht im Rahmen der Versuche betrachtet wurde. In Abbildung 7.22 sind stellvertretend für die Gesamtmenge der Versuche zwei Versuche in Form eines Spannungsrelaxationsmoduls sowie einer Kriechnachgiebigkeit dargestellt. Alle betrachteten Versuche haben die Tatsache gemein, dass im Gegensatz zu den Ergebnissen bei Papier in [Alf10] nicht die Relation aus Gleichung (7.4.3) erfüllt ist. Eine Betrachtung der Mittelwerte von  $E^{\text{Re}}$  und  $J^{\text{Cr}}$  der jeweiligen Versuche bei konstanten Versuchsparametern (gleicher Elastizitätsmodul

bzw. gleiches Flächengewicht) führt zu der Vermutung, dass bei Zellstoffproben nach dem Faserformverfahren ein Zusammenhang der Form

$$\frac{1}{J^{\text{Cr}}} = c_1 \cdot E^{\text{Re}} + c_2 \quad (7.4.4)$$

mit zwei reellen Parametern  $c_1 > 0$  und  $c_2$  existiert (bei Papier wären im Spezialfall dann  $c_1 = 1$  und  $c_2 = 0$ ). Zur Erinnerung sei noch einmal gesagt, dass in [Alf10] der in (7.4.3) dargestellte Zusammenhang benutzt wird, um daraus die Anwendbarkeit der in [Dro97] formulierten viskoelastischen Materialgesetze zu entwickeln. Im Folgenden wird nun gezeigt, dass unter der Annahme, dass [Dro97] anwendbar ist, in Gleichung (7.4.4) entweder  $c_1 = 1$  und  $c_2 = 0$  wie bei Papier gilt oder für den Elastizitätsmodul  $E$  die Gleichung  $E = c_2/(1 - c_1)$  erfüllt sein muss. Das kann als notwendiges Kriterium für die Anwendbarkeit des viskoelastischen Materialgesetzes nach [Dro97] aufgefasst werden. Der in [Dro97] formulierte viskoelastische Zusammenhang von Spannung und Dehnungen lautet im eindimensionalen Fall

$$\sigma(t) = (1 + Q(t)) \cdot \Gamma(\epsilon(t)) - \int_0^t \dot{Q}(t - \tau) \cdot \Gamma(\epsilon(t) - \epsilon(\tau)) \, d\tau \quad (7.4.5)$$

mit  $\sigma = \Gamma(\epsilon)$  und  $Q(t)$  als die Funktion, die die Zeitabhängigkeit des Prozesses beschreibt. Wegen  $\Gamma(0) = 0$  folgt für  $SR$ -Versuche ( $\epsilon = \text{const.}$ ) aus (7.4.5)

$$\sigma(t) = (1 + Q(t)) \cdot \Gamma(\epsilon(t)) . \quad (7.4.6)$$

Per Definition gilt  $\Gamma(\epsilon) = E \cdot \epsilon^{\text{linear}}$ , und damit folgt für den Spannungsrelaxationsmodul mit (7.4.6)

$$E^{\text{Re}}(t) = \frac{\sigma(t)}{\epsilon^{\text{linear}}} = \frac{(1 + Q(t)) \cdot E \cdot \epsilon^{\text{linear}}}{\epsilon^{\text{linear}}} = (1 + Q(t)) \cdot E, \quad (7.4.7)$$

was nach Äquivalenzumformung

$$Q(t) = \frac{E^{\text{Re}}(t)}{E} - 1 \quad (7.4.8)$$

ergibt. Sei nun angenommen, dass die in (7.4.5) dargestellte Gleichung für die untersuchten Materialien gelte und außerdem Gleichung (7.4.4) erfüllt ist. Dann gilt:

$$\begin{aligned} c_1 \cdot E^{\text{Re}}(t) + c_2 &= \frac{1}{J^{\text{Cr}}(t)} = \frac{\sigma_0}{\epsilon^{\text{linear}}(t)} \\ &= (1 + Q(t)) \cdot E \frac{\epsilon^{\text{linear}}(t)}{\epsilon^{\text{linear}}(t)} - \frac{E}{\epsilon^{\text{linear}}(t)} \int_0^t \dot{Q}(t - \tau) (\epsilon^{\text{linear}}(t) - \epsilon^{\text{linear}}(\tau)) \, d\tau \\ &= (1 + Q(t)) \cdot E - E \cdot Q(t) + \frac{E}{\epsilon^{\text{linear}}(t)} \int_0^t \dot{Q}(t - \tau) \epsilon^{\text{linear}}(\tau) \, d\tau . \end{aligned} \quad (7.4.9)$$

Insgesamt gilt dann mit (7.4.7)

$$\begin{aligned}
 c_1 \cdot E + c_1 \cdot Q(t) \cdot E + c_2 - E &= \frac{E}{\epsilon^{\text{linear}}(t)} \int_0^t \dot{Q}(t - \tau) \epsilon^{\text{linear}}(\tau) \, d\tau \\
 \Rightarrow |c_1 \cdot Q(t) \cdot E + (c_1 - 1) \cdot E + c_2| &= \left| \frac{E}{\epsilon^{\text{linear}}(t)} \int_0^t \dot{Q}(t - \tau) \epsilon^{\text{linear}}(\tau) \, d\tau \right|.
 \end{aligned} \tag{7.4.10}$$

Der Integralterm lässt sich nach oben abschätzen, indem ausgenutzt wird, dass der lineare Anteil der Dehnung in Abhängigkeit von der Zeit monoton wachsend ist, denn dann gilt  $\epsilon^{\text{linear}}(\tau) \leq \epsilon^{\text{linear}}(t)$ , und es folgt

$$\begin{aligned}
 |c_1 \cdot Q(t) \cdot E + (c_1 - 1) \cdot E + c_2| &\leq \left| E \cdot \int_0^t \dot{Q}(t - \tau) \, d\tau \right| \\
 &= E \cdot |Q(t)| \longrightarrow 0 \quad (t \rightarrow 0).
 \end{aligned} \tag{7.4.11}$$

Die Ungleichung kann nur erfüllt werden, wenn entweder  $c_1 = 1$  und  $c_2 = 0$  gelten oder wenn  $E = c_2/(1 - c_1)$  erfüllt ist.

Das im letzten Schritt hergeleitete Kriterium ist auf die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Zellstoffproben nach dem Faserformverfahren nicht anwendbar bzw. hierfür nicht erfüllt. Dies führt zu der Vermutung, dass im Gegensatz zu Papier der nicht-lineare Anteil der Dehnung einen größeren Einfluss auf die zeitabhängige Materialantwort besitzt. Dennoch konnte gezeigt werden, dass wie bei den Untersuchungen zu Papier in [Alf10] keine Abhängigkeiten zwischen Spannungsrelaxationsmodul bzw. Kriechnachgiebigkeit und der initialen Dehnung bzw. Spannung existieren. Zudem skalieren beide Größen ebenfalls wie bei Papier mit dem Elastizitätsmodul.

## Kapitel 8

### Modellauswahl und Simulation

Das Kapitel „Modellauswahl und Simulation“ beschäftigt sich mit der Auswahl adäquater Materialmodelle zur Beschreibung der in den Klassifikationsversuchen ermittelten Werkstoffkenndaten sowie der anschließenden Simulation der Belastungsfälle mit Hilfe finiter Elemente. Wie in Kapitel 3 beschrieben, wurde das Materialverhalten von Faserformprodukten in einer Reihe von Veröffentlichungen untersucht, deren wesentliche Ergebnisse im nachfolgenden Absatz kurz wiederholt werden.

Im Wesentlichen konzentrieren sich die Autoren dabei entweder auf die Untersuchung der Materialantwort unter Zug- und Druckbelastung in der Ebene oder auf das Dämpfungsverhalten unter Druckbelastung in z-Richtung. So wird in [GBHK03] ein elastisch-plastisches Materialmodell mit multilinearer, isotroper Verfestigung gewählt, um die in Zug- und Druckversuchen in der Anformebene ermittelten Spannungs-Dehnungs-Zusammenhänge zu modellieren. Das plastische Materialverhalten unter Druckbelastung in z-Richtung wird in [MSW04, GX10] auf Basis der Vergleichsspannungshypothese nach [Mis13] modelliert. Versuche an naturfaserbasierten Ladungsträgern aus Faserwerkstoffen werden in [WL14] durchgeführt, um die Dämpfungseigenschaften dieser auch bei hohen Geschwindigkeiten zu ermitteln. Die Simulation erfolgt mit der Software *LS-DYNA*, wobei keine näheren Angaben zum verwendeten Materialmodell gemacht werden. Auch in [Baa06] wird die ebene Materialantwort von Zellstoffproben mit Zug-, Druck- und biaxialen Zugversuchen untersucht. Diverse Spannungshypothesen wie die von Tresca [Tre64] oder Drucker-Prager werden mit der Gleichspannungshypothese nach von Mises verglichen, die FE-Simulation erfolgt im Anschluss daran einer Fließgrenze nach von Mises.

Wie die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche im vorherigen Kapitel 7 gezeigt haben, weisen die untersuchten Proben stark unterschiedliches Materialverhalten in der Anformebene und der dazu orthogonalen Richtung auf. Diesem Verhalten soll in dem folgenden Kapitel Rechnung getragen werden. Auf Grund der Komplexität der Problemstellung erfolgt die Betrachtung in isolierter Form.

## 8.1 Übersicht der ausgewählten Modelle

Durch die Klassifikationsversuche sowie die Untersuchungen zum viskosen Materialverhalten ist es möglich, die charakteristischen Materialeigenschaften der geprüften Zellstoffproben nach dem Faserformverfahren zu definieren. Basierend auf der Annahme transversaler Isotropie kristallisieren sich nach Auswertung der Versuche folgende mögliche Anwendungsfälle für die Modellierung heraus:

1. Elastisch-plastisches Materialverhalten (Zug / Scherung) in der Anforme Ebene bis Bruch
2. Elastisch-plastisches Materialverhalten (Druck) in der Anforme Ebene und Einsetzen von Delamination
3. Induzierte Anisotropie in der Anforme Ebene
4. Abnahme der Probensteifigkeit bei fortschreitender plastischer Dehnung in Hystereseversuchen mit alternierender Belastung und Entlastung
5. Belastungs-Entlastungs-Verhalten bei Hystereseversuchen in der Anforme Ebene
6. Elastisch-plastisches Materialverhalten (Zug / Scherung / Kopplung) in z-Richtung und Einsetzen von Delamination
7. Spannungsrelaxations- / Kriechverhalten (Zug) in der Anforme Ebene
8. Versagen der Proben
9. Hyperelastische Modellierung der Druckversuche in z-Richtung

In Kapitel 7.1 wurden Zug-, Druck- und Scherversuche in der Anforme Ebene durchgeführt. Die Auswertung der Spannungs-Dehnungs-Zusammenhänge und die Beobachtungen während der Versuche führten zu der Vermutung, dass sich das Materialverhalten bei Zug und Scherung im Vergleich zur Druckbelastung zwar qualitativ im elastisch-plastischen Bereich ähnelt, jedoch tritt bei den Druckversuchen bei Erreichen einer Grenzspannung Delamination auf (s. Punkte 1 und 2). In allen drei Fällen lässt sich initial ein im Verhältnis zum plastischen Bereich kleiner linear elastischer Anteil identifizieren, bevor das Fließen des Materials sowie Verfestigung einsetzen. Klar erkennbar ist die vorhandene Zug-Druck-Anisotropie des Materials. Die Beträge von Elastizitätsmodul, Fließgrenze und Bruchspannung erreichen in Druckrichtung im Schnitt nur ungefähr 30 % der Ausprägung der vergleichbaren Zugkennwerte.

Im Hinblick auf den vorwiegenden Einsatzzweck von Formkörpern aus naturfaserbasierten Zellstoffen als Dämpfungsmaterialien im Transportbereich zeigt sich, dass das Materialverhalten unter Druck in der Anforme Ebene weniger relevant ist als das orthogonal wirkende Gegenüber (Druckbelastung in z-Richtung), da die Konstruktivpolster in der Regel so ausgelegt sind,

dass auftretende Stöße senkrecht auf die flächigen Bereiche wirken. Zudem induziert eine Druckbelastung in der Ebene ein Ausbeulverhalten oder eine Biegung in Richtung der verdichteten Siebseite und damit einen mehrachsigen Belastungszustand. Aus diesem Grund erfolgt keine direkte Berücksichtigung der Zug-Druck-Anisotropie bei der FE-Modellierung des in Aufzählungspunkt 1 beschriebenen Materialverhaltens, stattdessen wird das Hauptaugenmerk auf die korrekte Abbildung des Verfestigungsverhaltens gelegt.

Die in Punkt 3 und 4 dargelegten Charakteristiken werden zunächst nicht in der FE-Modellierung berücksichtigt. In einem nächsten Schritt wäre es zum Beispiel denkbar, diese Materialeigenschaften mit Hilfe einer Composite-ähnlichen Struktur abzubilden, bei der das Versagen einzelner Schichten zu einer Abnahme der Steifigkeit führt. Durch das Einbringen von Faserorientierungen in die einzelnen Schichten wäre weiterhin die Abbildung der beobachteten, induzierten Anisotropie möglich. Bei ebenen Belastungsfällen werden verschiedene Versagenskriterien (maximale Dehnung, maximale Spannung, Tsai-Wu/-Hill) auf ihre Fähigkeit hin überprüft, den Beginn von Schädigung korrekt vorherzusagen (Aufzählungspunkt 8).

Das in Punkt 5 genannte Belastungs-Entlastungs-Verhalten unter Zug- bzw. Schubbelastung in der Anformebene meint im Wesentlichen das Verfestigungsverhalten bei zunehmender plastischer Dehnung, welches experimentell in den Kapiteln 7.1.1 und 7.1.3 untersucht wurde. In beiden Belastungsfällen liegt ein nichtlinear isotropes Verfestigungsverhalten vor. Da die Analysen jedoch nur auf den Zug- bzw. Scherbereich beschränkt waren, ist zum jetzigen Zeitpunkt keine Aussage darüber möglich, ob zusätzlich zur Expansion auch eine Translation der Fließfläche bei zyklischer Belastung stattfindet. Deswegen erfolgt im Rahmen einer kleineren Versuchsreihe die Analyse des Materialverhaltens unter zyklischen Zug-Druck-Belastungspfaden in der Anformebene in Kapitel 8.2. Bereits Untersuchungen bei Pappe in [Nyg08, Dun00] ergaben, dass bei Erreichen der maximalen Spannung unter Zug- und Scherbelastung Delamination als Hauptschädigungsmerkmal eintritt. Die Übertragbarkeit des in [Nyg08] vorgestellten Modells, bei dem die Delamination über ein Interfacemodell zwischen zwei Kontinuumschichten realisiert wurde, wird in Kapitel 8.4 für Faserformmaterialien überprüft.

Anhand der in Kapitel 7.4 gefahrenen Versuche zur Spannungsrelaxation bzw. zum Kriechverhalten wird in Kapitel 8.3 die Verwendungsfähigkeit diverser impliziter Modelle zur Simulation verifiziert. Anschließend erfolgt die Simulation passender Modelle im kraftgesteuerten Belastungsfall (Anwendungsfall 7).

Im letzten Schritt wird eine FE-Simulation der in Kapitel 7.2.1 vorgestellten Druckversuche in z-Richtung realisiert. Diese stechen aus der Menge der durchgeführten Versuche heraus, da sie zu Beginn einen plastischen Teil aufweisen, der aus der Komprimierung der Probenhügel

resultiert. Erst danach geht das Spannungs-Dehnungs-Verhalten in einen Bereich (Bereich 2 und 3 in Abbildung 6.8) über, der bei den untersuchten Zellstoffproben nach dem Faserformverfahren bis zur möglichen Grenzkraft der Kraftmessdose von ca.  $F_{\max} = 1\,300\text{ N}$  reicht. Zu Modellierungszwecken wird ein hyperelastischer Ansatz gewählt (s. Kapitel 8.5), der zwar initiale und später einsetzende Plastizität vernachlässigt, jedoch in der Lage ist, das Spannungs-Dehnungs-Verhalten der Zellstoffproben adäquat abzubilden.

Die Umsetzung der in Vorfeld genannten Ansätze erfolgt mit Hilfe der Software *ANSYS®* (Academic Research, Release 15.0), die sowohl statische als auch transiente bzw. dynamische Analysen mechanischer Problemstellungen gestattet. Zu diesem Zweck werden die zu analysierenden Geometrien in einem vorherigen Schritt mit definierten Elementen vernetzt. Dabei kann es sich je nach Anwendungsfall z.B. um dreidimensionale, im rein topologischen Sinne würfelförmige Elemente (engl. *solids*) oder um zweidimensionale, schalenförmige bzw. ebene Elemente (engl. *shells* bzw. *plane*) handeln. Die Auswahl erfolgt auf Basis der betrachteten Geometrien und wird in den einzelnen Abschnitten erläutert. Die einzelnen Elemente sind miteinander an Knotenpunkten verbunden. Generell ermöglicht die FE-Simulation nun die Ableitung von Kenntnissen über die Kraft-Verschiebungs-Zusammenhänge der gesamten betrachteten Struktur aus dem Wissen der analogen Zusammenhänge für die Elemente. Im statischen Fall dient zur Beschreibung der Kraft-Verschiebungs-Zusammenhänge eine Bewegungsgleichung ohne Dämpfungs- und Massenträgheitstermen, also der Form [ANS13]

$$\mathcal{L} \cdot u = F^a + F^r \quad (8.1.1)$$

mit der Steifigkeitsmatrix  $\mathcal{L}$ , dem Verschiebungsvektor  $u$  sowie der Summe aus wirkenden Kräften  $F^a$  und Reaktionskräften  $F^r$ . Dahingegen wird die Bewegungsgleichung bei transienter Betrachtung durch die Hinzunahme von zeitabhängigen Geschwindigkeits- und Beschleunigungsvektoren  $\dot{u}$  bzw.  $\ddot{u}$  auf

$$\mathcal{M} \cdot \ddot{u} + \mathcal{C} \cdot \dot{u} + \mathcal{L} \cdot u = F^a \quad (8.1.2)$$

erweitert. Hierbei bezeichnen  $\mathcal{M}$  die Massenmatrix und  $\mathcal{C}$  die Dämpfungsmatrix [ANS13].

Da unter anderem auch das dehnratenabhängige Kriechverhalten modelliert werden soll (Kapitel 8.3), werden die gesamten FE-Modellierungen in einem transienten Rahmen realisiert. Die Wahl fällt auf einen impliziten Solver, da dieser unabhängig von der Wahl der Zeitschritte stabile Lösungen der Differentialgleichung (8.1.2) liefert. Bei dem impliziten Verfahren werden die zu berechnenden Größen im aktuellen Zeitschritt aus den Größen des vorherigen Zeitschritts berechnet. Dazu muss in jedem Zeitschritt die Inverse der Steifigkeitsmatrix  $\mathcal{B}$  bestimmt werden, was insbesondere bei Nichtlinearitäten hohen Rechenaufwand erfordert.

Im Vergleich dazu benötigt ein explizites Verfahren pro Zeitschritt weniger Rechenzeit, da lediglich die Diagonal-Massenmatrix invertiert werden muss. Als Nachteil ist anzumerken, dass bei expliziten Verfahren eine kritische Schrittweite existiert, bei deren Überschreitung keine stabile Lösung mehr gefunden werden kann. Es ist also generell abzuwägen, welches Verfahren Anwendung findet. Die Tatsache, dass bei den durchgeführten Versuchsreihen insgesamt vergleichsweise große Zeitspannen betrachtet werden, unterstützt deswegen zusätzlich die Wahl des impliziten Solvers.

## 8.2 Dehnratenunabhängiges Materialverhalten in der Ebene

### 8.2.1 Elastisch-plastische Simulation

In diesem Kapitel wird die FE-Simulation der ebenen Belastungsfälle durchgeführt, wobei vorerst ein dehnratenunabhängiges Plastizitätsmodell zum Einsatz kommt. Neben den reinen Zug- und Scherversuchen bei konstanter Dehnrates werden außerdem Hysterese-Belastungspfade simuliert. Die Validierung der Ergebnisse erfolgt anhand der Versuchsergebnisse in Kapitel 7.3.1 (Probe mit Loch). Sowohl für die Zug- (s. Kapitel 6.1.1) als auch für die Scherproben (s. Kapitel 6.1.3) werden bei Modellierung eines ebenen Spannungszustandes zweidimensionale, flächige Elemente (Typ *PLANE183*) verwendet. Als konstante Dicke wird dabei die in Kapitel 6.2.2 ermittelte, mittlere Probendicke angenommen.

Im ersten Schritt wird weiter der Fragestellung nachgegangen, ob zusätzlich zu der im Kapitel 7.1 beobachteten isotropen Verfestigung auch kinematische Verfestigung vorliegt. Dazu werden zyklische Zug-Druck-Hystereseversuche mit unterschiedlichen maximalen Dehnungen durchgeführt (Einspannlänge wie bei den Druckversuchen  $l_0 = 3 \text{ mm}$ ). Die Ermittlung von Fließgrenzen gestaltet sich hierbei schwierig, wie im Folgenden anhand eines Versuchs mit einer maximalen Dehnung von  $\pm 4\%$  dargelegt wird. Abbildung 8.1 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm dieses Versuchs. Die einzelnen Abschnitte des gestrichelten Graphen, der die Spannung über der plastischen Dehnung zeigt, sind fortlaufend mit Buchstaben benannt:

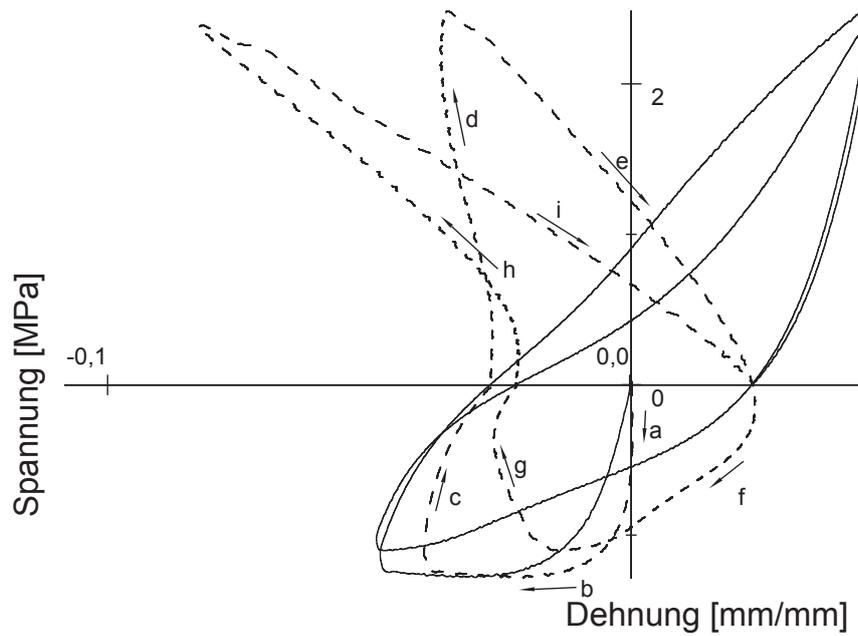
- (a) Druckbereich - es stellt sich zunächst ein linear elastischer Verlauf (gekennzeichnet durch den senkrechten Verlauf) ein, der dann in den plastischen Bereich übergeht.
- (b) plastischer Bereich - der in Ansätzen zu erkennende Abfall des Spannungsbetrages stellt sich auf Grund einsetzender Delamination ein.
- (c) Entlastung - es sind wiederum deutlich viskoelastische Effekte zu erkennen. Der Knick beim Übergang zwischen Bereich (c) und (d) resultiert aus den unterschiedlichen Zug- und Druck-Elastizitätsmoduln. Vergleicht man den initialen Modul zu Beginn der

Druckbelastung im durchgezogenen Graphen mit der Steigung eben dieses Graphen im ersten Lastrichtungswechsel, fällt dieser Unterschied direkt auf. Der Knick tritt auch bei den zyklischen Versuchen auf, die mit geringerer maximaler Dehnung ( $\pm 2\%$ ) gefahren wurden, solange plastische Verformung stattfindet. Bei diesen Versuchen ist bei Lastumkehr noch kein Einsetzen von Delamination zu erkennen.

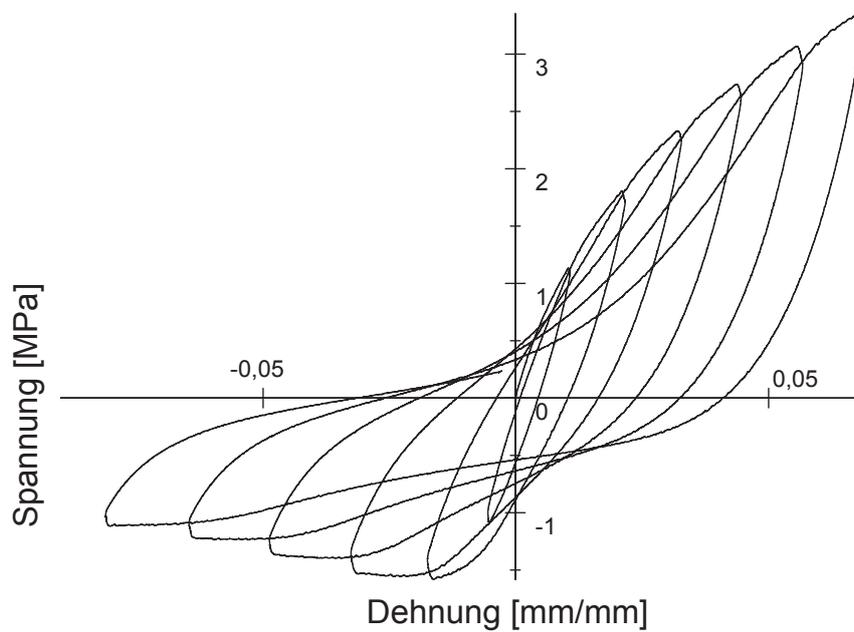
- (d) Zugbereich - zu Beginn liegt nun wieder annäherungsweise lineare Elastizität vor, der Graph knickt dann aber nicht, wie bei einem rein elastisch-plastischen Material erwartet, in Richtung y-Achse ab, sondern beginnt, in die entgegengesetzte Richtung zu verlaufen. Dieses Verhalten im  $\sigma - \epsilon_{pl}$ -Diagramm korrespondiert mit der Konkavität des gleichen Abschnitts im gewöhnlichen Spannungs-Dehnungs-Diagramm und bringt dort die Existenz eines Wendepunkts mit sich. Einen ähnlichen Verlauf zeigen z.B. auch zyklische Zug-Druckversuche bei Stahllegierungen [LYZJ11], der dort mit Zwillingsbildung während der Kompression und anschließender Zerstörung dieser bei Zugbelastung erklärt wird.
- (e) Entlastung - nach Erreichen der maximalen Spannung in Zugrichtung, zeigt das Zellstoffmaterial eine stark viskose Entlastungskurve. Auffallend, und bei allen durchgeführten zyklischen Versuchen beobachtbar, ist, dass nach einem vollständigen Zug-Druck-Zyklus der Übergang des  $\sigma - \epsilon_{pl}$ -Verlaufs bei Lastwechsel differenzierbar ist, also ein Angleichen der beiden Moduln stattgefunden hat.

In den auf den ersten kompletten Zyklus folgenden Schritten stellt sich dann das mit (f)-(i) markierte Materialverhalten ein, wobei der in (d) beschriebene Drift mit zunehmender Zyklenzahl immer größer wird.

Der Verlauf der Spannung über der plastischen Dehnung unterscheidet sich stark vom parallelogrammförmigen Verlauf beispielsweise von Stahl bei zyklischer Belastung, was in erster Linie an der Existenz starker viskoser Effekte liegt. Zudem erschwert die vorhandene Zug-Druck-Anisotropie der Fließgrenze die Bestimmung der kinematischen Rückspannung, wie z.B. in [Ima08b] für das nichtlinear kinematische Verfestigungsgesetz nach Chaboche beschrieben ist. Unter der Annahme, dass das Fließen in beiden Belastungsrichtungen einsetzt, sobald eine Abweichung von linearer Elastizität zu erkennen ist, lässt sich außerdem sowohl bei den realisierten Versuchen mit maximaler Dehnung  $\epsilon = \pm 2\%$  als auch bei denen mit  $\epsilon = \pm 4\%$  keine Translation der Fließgrenze quantifizieren. Aus diesem Grund wird auf eine Modellierung kinematischer Verfestigung verzichtet. Den Themenkomplex abschließend zeigt Abbildung 8.2 ebenfalls einen alternierenden Zug-Druck-Belastungspfad, bei dem jedoch die angefahrte Dehnung bei jedem Zugschritt kontinuierlich erhöht wird. Gut zu erkennen ist, dass die isotrope Verfestigung auch in diesem Fall der vorherrschende Verfestigungseffekt zu sein scheint.



**Abbildung 8.1:** Spannungs-Dehnungs-Verlauf eines zyklischen Zug-Druckversuchs in der Anformebene. Der gestrichelte Graph zeigt den Spannungsverlauf über der plastischen Dehnung.



**Abbildung 8.2:** Zyklischer Zug-Druckversuch mit progressivem Belastungspfad.

Nach der Festlegung auf die Art der anzuwendenden Verfestigungsgesetze erfolgt die Auswahl der Fließregel. In *ANSYS®* sind neben der klassischen Vergleichsspannungshypothese nach von Mises [Mis13] auch Fließgesetze vom Hill-Typ [Hil48] implementiert. Die verallgemeinerte Hill'sche Fließbedingung ist dabei in der Lage, die im Material vorhandene Zug-Druck-Anisotropie zu berücksichtigen, es wird jedoch nur ein lineares Verfestigungsverhalten unterstützt. Im Gegensatz dazu ist die klassische Hill'sche Fließbedingung mit diversen nicht-linearen Verfestigungsgesetzen kombinierbar, eine Berücksichtigung unterschiedlicher Materialverhalten in Zug- und Druckrichtung ist jedoch nicht möglich. Neben den zuvor genannten Hill'schen Fließbedingungen werden eine Reihe weiterer Fließregeln unterstützt, die jedoch allesamt entweder das Verfestigungsverhalten nicht adäquat abbilden (ideal-plastisches Verhalten bei Drucker-Prager) oder auf Basis der durchgeführten Versuche nicht kalibrierbar sind (erweitertes Drucker-Prager-Modell, Gurson-Modell, Gusseisen-Modell).

Zur Auswahl stehen also die beiden Hill'schen Fließregeln sowie die Vergleichsspannungshypothese nach von Mises. Untersuchungen zur Zug-Druck-Anisotropie wurden zwar im Rahmen der durchgeführten Versuche durchgeführt, sind jedoch auch schon in [Baa06] aus dem Blickwinkel der Finite-Elemente-Simulation betrachtet worden. Aus diesem Grund wird das Hauptaugenmerk bei den nun folgenden Untersuchungen auf das nicht-lineare Verfestigungsverhalten und damit auf eine Fließregel nach von Mises oder dem klassischen Hill-Typ gelegt, wobei letztere als orthotrope Erweiterung der Vergleichsspannungshypothese angesehen werden kann. Dies wird deutlich, wenn man sich die Definition der Hill'schen Fließregel anschaut. Es gilt für die effektive Spannung [Ima08a]:

$$\sigma_{\text{eff}} = \sqrt{F(\sigma_y - \sigma_z)^2 + G(\sigma_z - \sigma_x)^2 + H(\sigma_x - \sigma_y)^2 + 2L\tau_{yz}^2 + 2M\tau_{xz}^2 + 2N\tau_{xy}^2}, \quad (8.2.1)$$

mit den Konstanten

$$\begin{aligned} F &= \frac{1}{2} \cdot \left( -\frac{1}{R_{xx}^2} + \frac{1}{R_{yy}^2} + \frac{1}{R_{zz}^2} \right) \\ G &= \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{1}{R_{xx}^2} - \frac{1}{R_{yy}^2} + \frac{1}{R_{zz}^2} \right) \\ H &= \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{1}{R_{xx}^2} + \frac{1}{R_{yy}^2} - \frac{1}{R_{zz}^2} \right) \end{aligned} \quad (8.2.2)$$

sowie

$$\begin{aligned} L &= \frac{3}{2} \cdot \frac{1}{R_{yz}^2} \\ M &= \frac{3}{2} \cdot \frac{1}{R_{xz}^2} \\ N &= \frac{3}{2} \cdot \frac{1}{R_{xy}^2} \end{aligned} \quad (8.2.3)$$

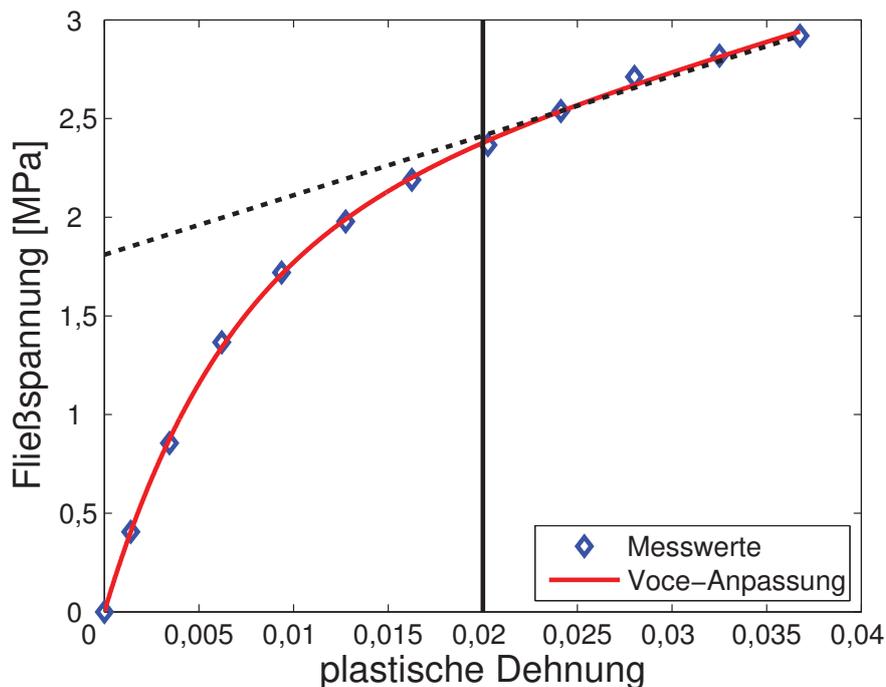
Die Parameter  $R_{ij}$  für  $i, j \in \{x, y, z\}$  geben das Verhältnis aus Fließspannung in die jeweilige Dimension zu einer frei wählbaren Referenzfließspannung  $\bar{\sigma}^F$  an, welche in der Regel als Fließspannung in Zugrichtung  $x$  gewählt wird. Es gilt  $R_{ii} = \sigma_i^F / \bar{\sigma}^F$  und  $R_{ij} = \sqrt{3} \cdot \sigma_{ij}^F / \bar{\sigma}^F$  für  $i \neq j$ . Für  $R_{xx} = R_{yy} = R_{zz} = R_{xy} = R_{xz} = R_{yz} = 1$  folgt  $F = G = H = 1/2$  und  $L = M = N = 3/2$ , und aus (8.2.1) resultiert die Vergleichsspannung nach von Mises.

Wie in der Einleitung des Kapitels beschrieben, wird die FE-Simulation in der Anformebe-  
ne mit Hilfe eines ebenen Spannungszustandes und zweidimensionalen Flächenelementen  
durchgeführt. Bei der Ermittlung der für die Fließbedingung relevanten, effektiven Spannung  
kommen dementsprechend nur die Normalspannungen  $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$  und die Scherspannung  $\sigma_{xy}$   
zum Einsatz. Betrachtet man unter den vorab dargestellten Zusammenhängen die in den  
Kapiteln 7.1.1 und 7.1.3 gewonnenen Materialkennwerte zu den Fließgrenzen, so gilt wegen  
 $\sigma_{xy}^F = 1,02 \text{ MPa}$  und  $\sigma_0^F = \sigma_x^F = 1,8231 \text{ MPa}$  dann  $R_{xy} \approx 0,969$ . Eingesetzt in Gleichung  
(8.2.1) bedeutet dies einen Unterschied im Einfluss der Scherspannung bei der Berechnung  
der effektiven Spannung im Vergleich zu von Mises von  $\sim 7\%$ . Der orthotrope Charakter des  
Werkstoffs und die einfachere Erweiterbarkeit der Hill'schen Fließbedingung im Hinblick auf  
induzierte Anisotropie bzw. Zug-Druck-Anisotropie bedingen die Auswahl dieser.

Im Folgenden wird nun das experimentell ermittelte Materialverhalten in der Anformebe-  
ne modelliert. Bei der Auswertung der durchgeführten Versuche ist deutlich geworden, dass  
sowohl Zug- (s. Abbildung 7.5b) als auch Scherversuche (s. Abbildung 7.11b) in der An-  
formebe-  
ne ein nicht-lineares Verfestigungsverhalten aufweisen. Zudem ist zu Beginn des  
Kapitels dargelegt worden, warum eine Berücksichtigung kinematischer Verfestigung nicht  
stattfindet. In einem ersten Schritt erfolgt nun die Kalibrierung eines geeigneten, nicht-linear  
isotropen Verfestigungsmodells anhand der durchgeführten Zugversuche. Charakteristisch  
für beide Belastungsarten ist die degressive Zunahme der Fließspannung in Abhängigkeit  
von der plastischen Dehnung, bei der sich bereits vor Erreichen der Bruchspannung eine  
Sättigung der Steigung im  $\sigma^F$ - $\epsilon^{\text{pl}}$ -Diagramm einstellt. Dieses Verhalten lässt sich ideal mit  
einem Verfestigungsgesetz nach *Voce* (s. [ANS13]) abbilden, welches durch die Kombination  
eines exponentiellen, mit zunehmender plastischer Dehnung kleiner werdenden Anteils, und  
eines sich reziprok verhaltenden linearen Anteils (Sättigungssteigung) genau das beobachtete  
Materialverhalten beschreibt. Konkret bedeutet dies für die Entwicklung der Fließspannung  
 $\sigma^F$  mit der initialen Fließspannung  $\sigma_0^F$  und den Modellparametern  $R_b$ ,  $R_0$  und  $R_\infty$  den  
Zusammenhang

$$\sigma^F = \sigma_0^F + R_0 \epsilon^{\text{pl}} + R_\infty (1 - \exp(-R_b \cdot \epsilon^{\text{pl}})) . \quad (8.2.4)$$

Die Modellparameter werden mit Hilfe von *MATLAB* aus Diagramm 7.5b ermittelt. Es  
handelt sich um ein nicht-lineares Anpassungsproblem, bei dem die Modellparameter  $R_b$ ,  
 $R_0$  und  $R_\infty$  derart gewählt werden müssen, dass die resultierende Anpassung der Form



**Abbildung 8.3:** Experimentell ermitteltes Verfestigungsverhalten sowie *Voce*-Anpassung. Die gestrichelte Linie dient der Ermittlung der Startwerte der nicht-linearen Anpassung.

(8.2.4) möglichst gut den experimentell ermittelten Werten entspricht. Die Ermittlung der Parameter erfolgt im nicht-linearen Fall basierend auf einem iterativen Verfahren (*Trust-Region*-Verfahren), welches maßgeblich von sinnvoll gewählten Anfangsparametern für eben diese Parameter abhängig ist. Abbildung 8.3 zeigt die berechnete Anpassung an die kariert dargestellten gemittelten Messpunkte, die den Messwerten aus Abbildung 7.5b entsprechen. Die schwarze Strichlinie dient der Ermittlung der Startwerte für das *Trust-Region*-Verfahren. Als Startwert für die Sättigungssteigung  $R_0$  wird die Sekantensteigung zwischen viertem letztem und letztem Messpunkt gewählt. Die auf diese Weise gefundene Gerade mit der Steigung  $R_0$  schneidet die  $y$ -Achse im Wert  $\sigma_0^F + R_\infty$ . Vertikal eingezeichnet ist die plastische Dehnung, bei der der exponentielle Anteil nahezu komplett in den linearen Anteil übergegangen ist. An dieser Stelle muss also der exponentielle Summand in (8.2.4) verschwunden sein. Damit lässt sich in erster Näherung der Startwert für den Modellparameter  $R_b$  bestimmen.

Die mit diesen Startwerten durchgeführte Anpassung resultiert in den Werten, die in Tabelle 8.1 angegeben sind. Der Vollständigkeit halber sei an dieser Stelle erwähnt, dass ebenfalls ein nicht-linear isotropes Verfestigungsgesetz in Form eines Potenzansatzes (s. [ANS13]) untersucht wurde. Dieses erreicht jedoch nicht die Anpassungsgüte der *Voce*-Anpassung und wird deswegen im Folgenden nicht weiter untersucht.

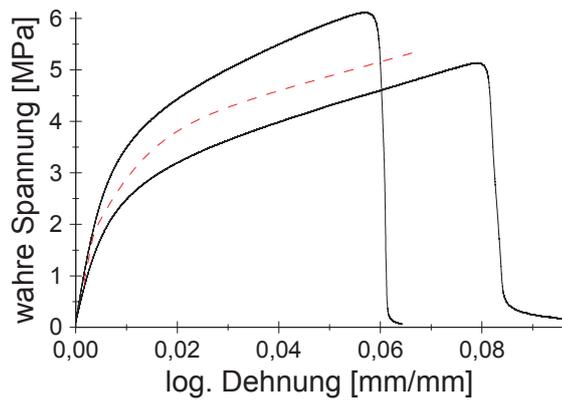
Die Implementierung der gefundenen Modelle in die Simulation wird initial für die uniaxialen Zugversuche in der Anformebene umgesetzt. Da ein ebener Spannungszustand angenommen

**Tabelle 8.1:** Ermittelte Materialparameter und Informationen zur Anpassungsgüte.

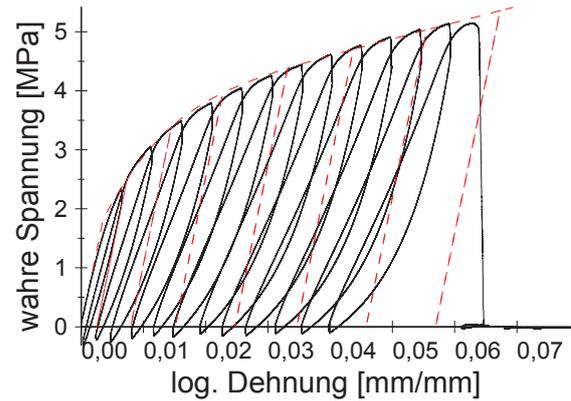
Bezeichnung	Wert	Konfidenzintervall ( $\alpha = 5\%$ )
$R_0$	28,91	[24,43; 33,39]
$R_\infty$	1,885	[1,744; 2,026]
$R_b$	154,1	[137,3; 170,9]
$R^2$	0,999 6	

wird, dient als Probenkörper ein Rechteck mit den Dimensionen 25 mm mal 100 mm. Dem Probenkörper werden die ermittelten elastischen Materialkonstanten (Poissonzahl  $\nu_{xy} = 0,213$ , Schubmodul  $G = 152,74$  MPa, Elastizitätsmodul  $E = 517,48$  MPa) sowie Parameter für die Fließbedingung und die nicht-linear isotrope Verfestigung (s. Tabelle 8.1 und die davor skizzierten Überlegungen zu Hill / von Mises) zugewiesen. Die im echten Versuch auftretenden Spannungskonzentrationen an den Einspannungen können im ebenen Spannungszustand nicht abgebildet werden, so dass an der Seite des Rechtecks, an der sich die nicht bewegende Klemme befindet, eine fixierte Lagerung angenommen wird. An der gegenüberliegenden Seite wird, wie bei den Versuchen, mit einer konstanten Geschwindigkeit von  $v = 1,667$  m s<sup>-1</sup> gezogen. Alle Materialparameter werden auf Basis von logarithmischen Dehnungen und wahren Spannungen ermittelt, um bei der FE-Simulation die geometrischen Nichtlinearitäten des Materials in Form von großen Deformationen zu berücksichtigen. Die Vernetzung des Probenkörpers erfolgt durch die integrierte Vernetzungsoption von *ANSYS*® mit Standardparametern. Betrachtet man das Ergebnis der Simulation in Abbildung 8.4a, stellt sich der erwartete Verlauf ein. Da die Kalibration der Materialparameter anhand der gemittelten Versuchsergebnisse der 30 durchgeführten Versuche geschehen ist, bewegt sich der Spannungs-Dehnungs-Verlauf im Modell im Mittel zwischen den zwei repräsentativen Versuchen.

Anders stellt sich die Situation dar, wenn man die gleichen Modellparameter zur Simulation der ebenfalls in Kapitel 7.1.1 vorgestellten Hystereseversuche einsetzt. Die in *ANSYS*® eingegebenen Randbedingungen (Dauer der Belastung / Entlastung) werden dabei manuell aus dem Weg-Zeit-Verlauf der bei Probe 8 experimentell ermittelten Versuchsdaten ermittelt. Abbildung 8.4b zeigt, dass die gewählte Art des elastisch-plastischen Materialgesetzes zwar durchaus in der Lage ist, das Materialverhalten von Zellstoffproben bei Belastung abzubilden, es versagt jedoch bei der Modellierung der Entlastungsschritte. Da keinerlei Form von Viskoelastizität implementiert ist, werden die Proben im Modell unter Einsatz des initialen Elastizitätsmoduls ideal linear elastisch entlastet. Dabei bleiben größere plastische Dehnungen im entlasteten Zustand zurück, als während der Versuche gemessen. Auch hier wird nochmals deutlich, dass neben der Berücksichtigung der viskoelastischen Anteile auch eine Berücksichtigung der Moduldegradation zur korrekten Abbildung des Entlastungsverhaltens benötigt wird.



(a) Ergebnis der FE-Simulation. Gestrichelt dargestellt ist der Modellverlauf, als Volllinien dargestellt sind repräsentative Versuchsgraphen.

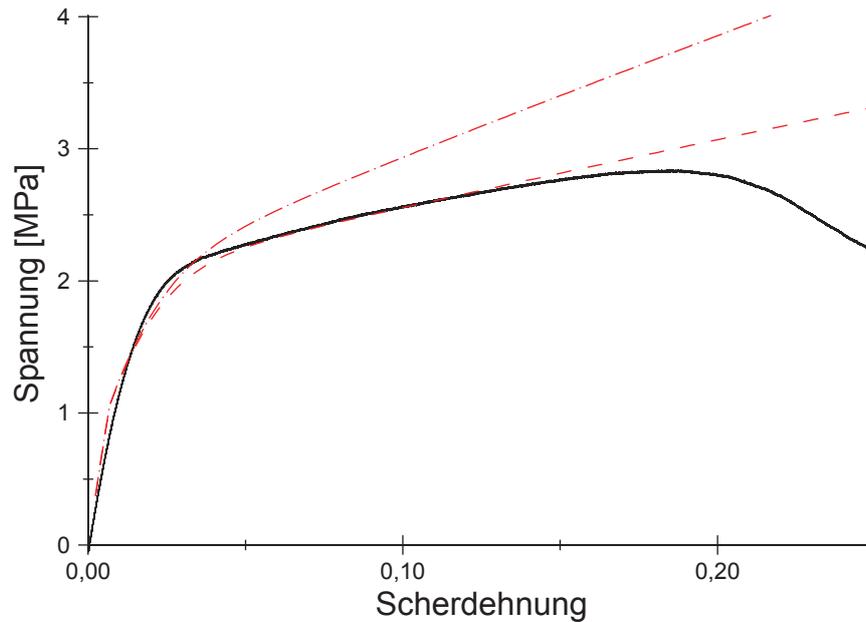


(b) Experimentell ermittelter Spannungs-Dehnungs-Verlauf (Volllinie, Probe 8) sowie modellierte Werte (gestrichelt).

**Abbildung 8.4:** FE-Modellierung der uniaxialen Zugversuche in der Anformebene.

Zur Simulation der Scherversuche wird zunächst auch ein zweidimensionales Modell des Probenkörpers erstellt. Wie bei den Zugversuchen werden die Scherklemmen selber bei der Modellierung nicht berücksichtigt, was bedeutet, dass in Analogie zur Situation bei den Zugversuchen diejenige Probenseite mit der sich nicht bewegenden Scherklemme als fixierte Lagerung angenommen wird. Die gegenüberliegende Seite der Scherprobe wird mit konstanter Geschwindigkeit ( $v = 0,525 \text{ m s}^{-1}$ ) in Richtung der die beiden Kerben verbindenden Geraden bewegt. Die Vernetzung wird ebenfalls mit Standardparametern durchgeführt, mit dem Unterschied, dass an den beiden Kerben jeweils eine Verfeinerung des Netzes zur Vorbeugung von Konvergenzproblemen implementiert wird.

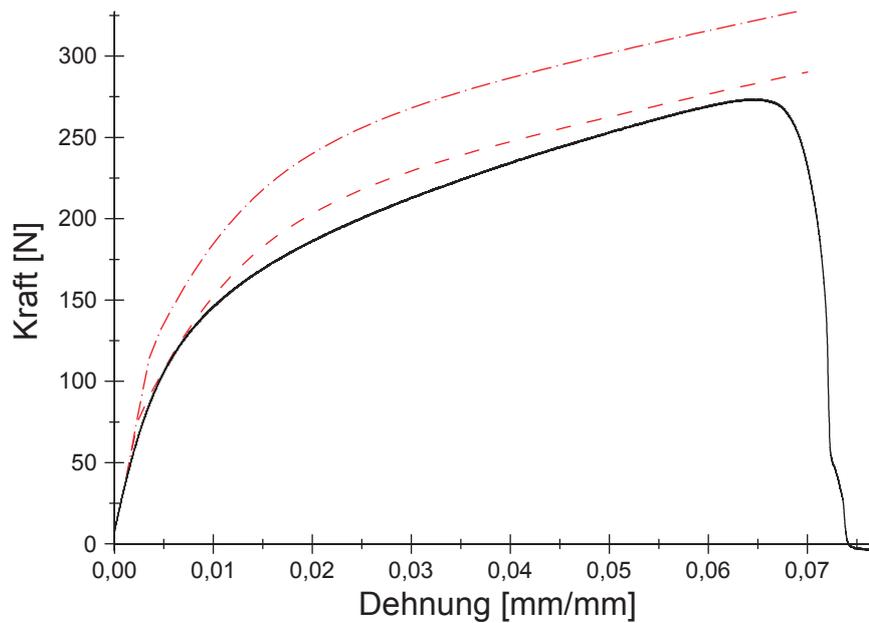
Zunächst werden die gleichen Modellparameter verwendet wie bei den Zugversuchen. Das Ergebnis dieser Simulation ist in Abbildung 8.5 in Form der Strichpunktlinie neben dem Spannungs-Dehnungs-Verlauf der repräsentativen Probe 9 zu sehen. Durch die Anwendung der Hill'schen Fließbedingung skaliert die initiale Fließspannung für die Scherversuche korrekt analog zu den experimentell ermittelten Ergebnissen. Die Sättigungssteigung entspricht jedoch nicht dem Versuchsergebnis. Eine mögliche Begründung dafür ist, dass die experimentell ermittelte Spannung die Ingenieur-Scherspannung darstellt, da diese als Quotient aus Reaktionskraft am Kraftsensor und konstanter Querschnittsfläche zwischen den beiden Kerben berechnet wurde. Mitunter findet während des Scherversuchs eine Einschnürung zwischen den Probenkerben statt, die in einer Reduktion der Querschnittsfläche resultiert. Eine Änderung alleinig des Parameters Sättigungssteigung  $R_0$  im *Voce*-Modell derart, dass dieser der experimentell ermittelten Steigung in Abbildung 7.11b entspricht, liefert die Strichlinie in Abbildung 8.5, die das Materialverhalten unter Scherbelastung adäquat beschreibt.



**Abbildung 8.5:** FE-Simulation der ebenen Scherversuche. Als Volllinie dargestellt ist der Spannungs-Dehnungs-Verlauf von Probe 9. Die Strichpunkt-Linie zeigt das Ergebnis der FE-Modellierung auf Basis der *Voce*-Parameter für den Zugversuch.

In einem letzten Schritt werden die gelochten Zugproben untersucht, bei denen an den Lochrändern neben Zug-Normalspannungen auch Druck- sowie Scherspannungen auftreten. Die Konfiguration in *ANSYS*<sup>®</sup> entspricht, bis auf die abgewandelte Geometrie und die nun ebenfalls am Loch eingefügte Verfeinerung der Vernetzung, der Konfiguration des Zugversuchs. In Abbildung 8.6 ist das Ergebnis der FE-Modellierung zu sehen. Wie schon bei den Scherversuchen differiert das mit den ursprünglichen *Voce*-Parametern ermittelte Modell (Strichpunktlinie) mit einer Abweichung von maximal ca. 25 % deutlich von dem als Volllinie dargestellten Graphen bei Probe 8, der im Hinblick auf die erreichte Bruchspannung den Maximalwert der Menge aller durchgeführten Versuche besitzt. Besonders auffallend ist dabei das späte Einsetzen des Fließens bei einer Kraft von ca. 114 N, was umgerechnet ungefähr der Fließspannung im uniaxialen Zugversuch entspricht. Wie auch bei den Scherversuchen bewirkt die Anpassung eines einzelnen Parameters im *Voce*-Modell (in diesem Fall der initialen Fließgrenze  $\sigma_0^F$ ) eine Verbesserung der Anpassungsgüte des Modells. Der Strichlinie zeigt das Resultat der Modellierung mit modifizierten *Voce*-Parametern.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Modellierung des Materialverhaltens von Zellstoffproben in der Anformebene mit einem elastisch-plastischen Materialmodell in Ansätzen brauchbare Ergebnisse liefert. Der Verfestigungsansatz vom Sättigungstyp spiegelt das Werkstoffverhalten in jedem Fall korrekt wider; wie jedoch zuvor gesehen, sind bei den Scherversuchen Anpassungen bei der Sättigungssteigung notwendig. Es ist zum jetzigen Zeitpunkt unklar, ob die in den Versuchen ermittelte Scherspannung tatsächlich der wahren Scher-



**Abbildung 8.6:** Finite-Elemente-Simulation der gelochten Zugproben. Die schwarze Volllinie zeigt den experimentell ermittelten Weg-Kraft-Verlauf bei Probe 8. Als Strichpunkt-Linie dargestellt ist das Ergebnis der FE-Simulation.

spannung an der Probe entspricht. Dies bedarf weiterer Untersuchungen. Bei den gelochten Zugproben lässt sich die reduzierte Fließgrenze nicht korrekt mit den anhand der Zugversuche kalibrierten Werten abbilden. Hier stellt sich die Frage nach der Ursache der vorgenannten Reduktion, bevor eine Berücksichtigung dieser in einem Materialmodell stattfinden kann.

### 8.2.2 Materialversagen

Dieses Kapitel widmet sich der Frage, ob das Einsetzen von Versagen mit Hilfe der in *ANSYS*® integrierten Versagenskriterien modelliert werden kann. Zu den implementierten Kriterien bei der Anwendung eines ebenen Spannungszustandes zählen

- Maximale Spannung,
- Tsai-Wu / Tsai-Hill,
- sowie diverse Kriterien explizit für Faserverbundwerkstoffe, die auf deren physikalischen Eigenschaften basieren (z.B. Puck- / Hashin-Kriterium).

Wie beschrieben, berücksichtigen die Versagenskriterien für Faserverbundwerkstoffe explizit den Faser-Matrix-Verbund, der in dieser Form im vorherigen Kapitel nicht formuliert und modelliert wurde. Deswegen werden im Folgenden das Maximale-Spannung-Versagenskriterium sowie das Tsai-Wu- bzw. Tsai-Hill-Versagenskriterium betrachtet.

Für die Definition des Versagenskriteriums der maximalen Spannung wird die Angabe der maximal zulässigen Spannungen in Normalen- und Scherrichtung benötigt. Dabei können unterschiedliche maximal mögliche Grenzen für Zug und Druck definiert werden. Versagen tritt ein, sobald einer der Quotienten aus vorhandener Spannung und zulässiger Spannung einen Wert größer gleich eins annimmt (bei den Scherspannungen wird der Betrag der Spannung überprüft). Als Nachteil bei diesem Versagenskriterium kann die Tatsache angesehen werden, dass das Vorhandensein von gekoppelten Belastungszuständen nicht bei der Berechnung des Versagensfortschritts berücksichtigt wird.

Genau an dieser Problemstelle greifen die Kriterien von Tsai-Wu und Tsai-Hill an. Ersteres wurde erstmals von Tsai und Wu in [TW71] für Composites formuliert und zählt zu den tensoriellen Typen, da - wie auch beim Kriterium von Tsai-Hill - ein Polynom in den Einträgen des Spannungstensors betrachtet wird. Im ebenen Spannungszustand, und wenn die Koordinatenachsen den Symmetrieachsen des Materials entsprechen, lautet die Darstellung des Rands der Versagensfläche (zu Verstehen als Analogon zur Fließfläche):

$$F_{11}\sigma_x^2 + 2F_{12}\sigma_x\sigma_y + F_{22}\sigma_y^2 + F_1\sigma_x + F_2\sigma_y + F_{66}\sigma_{xy}^2 = 1 . \quad (8.2.5)$$

Dies ist die Darstellung einer quadratischen Form, deren Nullstellenmenge im nicht ausgearteten Fall ein Ellipsoid, Paraboloid oder Hyperboloid darstellt. Bewegt sich ein Spannungszustand auf dem Rand oder außerhalb dieses Gebiets, liegt Versagen vor. Um dieses nun sinnvoll zu definieren, sollte die Versagensfläche beschränkt sein, ansonsten würde ein Spannungszustand existieren, bei dem trotz unendlicher Spannung kein Materialversagen eintritt. Das Ellipsoid ist die einzig beschränkte Fläche unter den nicht degenerierten Fällen, woraus für die Koeffizienten  $F_{11}F_{66} > 0$ ,  $F_{22}F_{66} > 0$  und  $F_{12}^2 - F_{11}F_{22} < 0$  resultiert [SRJG85]. Von den Ergebnissen in Kapitel 7 sind fünf Punkte der Ellipse bekannt, nämlich die Versagensgrenzen aus den uniaxialen Zug- bzw. Druckversuchen ( $\sigma_{x,z}^{\max}$ ,  $\sigma_{y,z}^{\max}$ ,  $\sigma_{x,d}^{\max}$  und  $\sigma_{y,d}^{\max}$ ) und aus den Scherversuchen  $\sigma_{xy}^{\max}$ , so dass sich bis auf den Koeffizienten  $F_{12}$  alle Koeffizienten aus Gleichung (8.2.5) bestimmen lassen. Auf die genaue Darstellung der einzelnen Koeffizienten wird, sofern benötigt, im weiteren Verlauf des Kapitels eingegangen. Schwer herzuleiten ist im Allgemeinen der Koeffizient  $F_{12}$  (verantwortlich für Neigung und Länge von Haupt- und Nebenachse der Ellipse), da zu seiner Bestimmung ein biaxialer Spannungszustand vorherrschen muss. Aus diesem Grund resultiert in der Literatur eine Vielzahl von Empfehlungen für die Wahl von  $F_{12}$  auf Basis der uniaxialen Ergebnisse, wobei zu den bekanntesten der in [HT80] formulierte

$$F_{12} = -\frac{1}{2\sqrt{\sigma_{x,z}^{\max}\sigma_{y,z}^{\max}\sigma_{x,d}^{\max}\sigma_{y,d}^{\max}}} \quad (8.2.6)$$

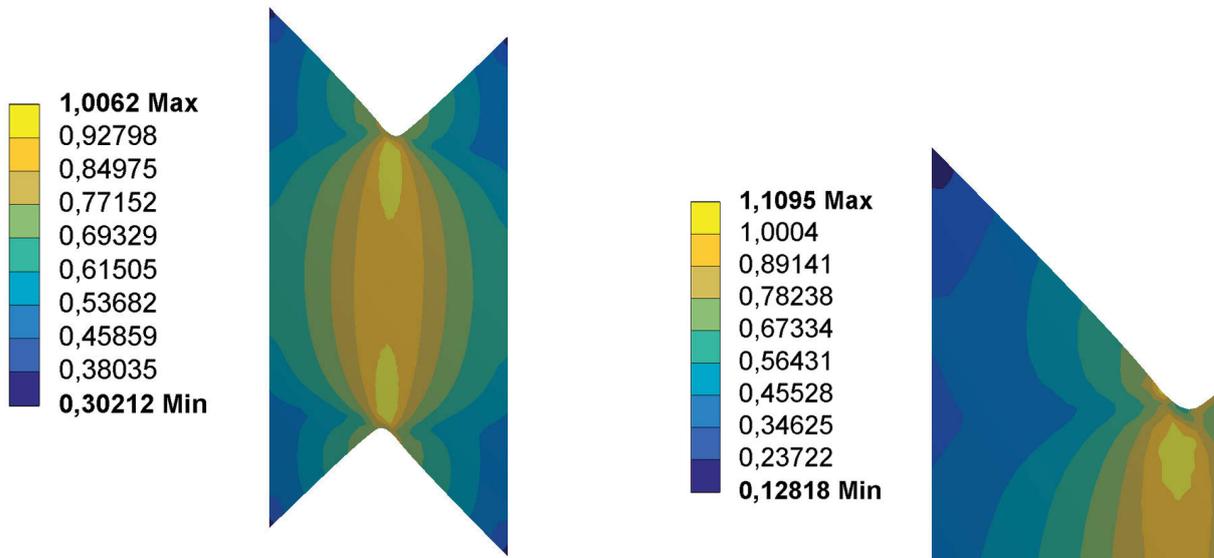
zählt. Eine gute Übersicht über die durchzuführenden Klassifikationsversuche zur Bestimmung von  $F_{12}$  sowie über vorhandene, alternative Berechnungsvorschriften liefert [SRJG85]. Im Spezialfall gleicher Zug- und Druck-Versagensgrenzen folgt  $F_1 = 1/\sigma_{x,z}^{\max} - 1/\sigma_{x,d}^{\max} = 0$  sowie analog  $F_2 = 0$ , und es resultiert das Versagenskriterium nach Tsai-Hill:

$$F_{11}\sigma_x^2 + 2F_{12}\sigma_x\sigma_y + F_{22}\sigma_y^2 + F_{66}\sigma_{xy}^2 = 1 . \quad (8.2.7)$$

Die Untersuchung des Versagensverhaltens bei Zellstoffproben wird mit Hilfe des Tsai-Hill-Kriteriums stattfinden, da die sehr wohl unterschiedlichen Zug- und Druck-Versagensgrenzen zwar durch die experimentellen Tests bekannt sind, jedoch die im FE-Modell eingesetzte Elastizität sowie Plastizität keine Zug-Druck-Anisotropie abbilden kann. Als Annäherung für den Kopplungsterm wird die Näherung nach Gleichung (8.2.6) benutzt.

Für den weiteren Verlauf des Kapitels bezeichne  $MS$  das Versagenskriterium der maximalen Spannung und  $TH$  das Tsai-Hill'sche Kriterium. Bei den uniaxialen Zugversuchen in der Anformebene liefern beide Kriterien die gleichen Ergebnisse, was bei näherer Betrachtung von Gleichung (8.2.7) einleuchtet, da im relevanten Messbereich, also bei ausreichend Abstand zu den Einspannungen, die Einflüsse der Schubterme und biaxialen Kopplungsterme vernachlässigbar sind. In diesem Fall geht das  $TH$  in das  $MS$  über, und Materialversagen tritt exakt dann ein, wenn die lokale Normalspannung in Zugrichtung die vorher definierte Bruchspannung erreicht (s. Kapitel 7.1.1). Die integrale Dehnung in der FE-Simulation bei Probenversagen entspricht exakt der im Versuch ermittelten Dehnung bei Bruch.

Komplexer gestaltet sich die Situation bei dem mit dem modifizierten *Voce*-Ansatz modellierten Scherversuch. Sowohl beim  $MS$  als auch beim  $TH$  tritt im Modell bei der gleichen Dehnung und Scherspannung Materialversagen ein. Wie bei der Auswertung der Versuchsergebnisse wird die Scherspannung als Quotient der senkrecht auf den Kraftaufnehmer wirkenden Reaktionskräfte an der Probenklemme und der Querschnittsfläche der Probe zwischen den Kerben berechnet. Dies hat zur Folge, dass die Probe bereits bei einer Schubspannung von  $\sigma_{xy}^{\max, \text{sim}} = 2,57 \text{ MPa}$  reißt, was im ersten Moment im Widerspruch dazu steht, dass das Versagenskriterium mit einer maximal zulässigen Schubspannung von  $\sigma_{xy}^{\max, \text{versuch}} = 2,711 \text{ MPa}$  definiert wurde (s. Kapitel 7.1.3). Abbildung 8.7a zeigt den für die Scherspannungen stehenden Quotienten des  $MS$ . In einem ovalen Gebiet zwischen Mittelpunkt der Scherprobe und oberer bzw. unterer Probenkerbe werden Scherspannungen erreicht, die der in den Versuchen ermittelten, maximalen Scherspannungen entsprechen (die Form des Gebiets korrespondiert mit der lokalen Dehnungsmessung in Abbildung 6.13a). Die im Versuch ermittelte maximale zulässige Scherspannung wird dementsprechend wegen der inhomogenen Scherspannungsverteilung zu niedrig dimensioniert sein, woraus bei den elementbasierten Versagenskriterien ein verfrühter Versagensbeginn einsetzt.



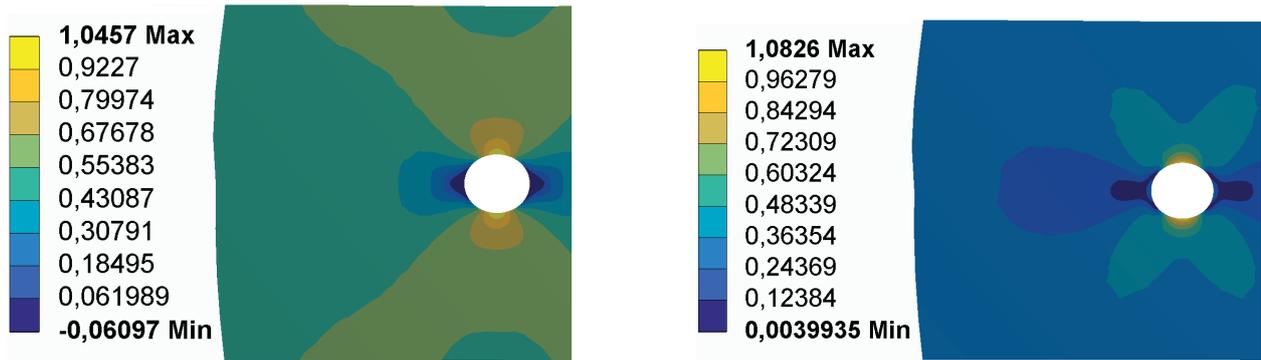
(a) Lokale Darstellung des *MS*. Zum Versagen im Modell führen die Scherspannungen  $\sigma_{xy}$  bei einer Scherdehnung von  $\epsilon_{xy} \approx 9,9\%$ .

(b) Lokale Darstellung des *TH* vergrößert auf den Bereich der Kerben. Auch hier tritt Versagen bei einer Dehnung von  $\epsilon_{xy} \approx 9,9\%$  auf.

**Abbildung 8.7:** Graphische Darstellung der Versagenskriterien beim ebenen Scherversuch.

Das *TH*-Kriterium liefert bezogen auf  $\sigma_{xy}^{\max, \text{sim}}$  die gleichen Ergebnisse wie das *MS*. Bei der Betrachtung der lokalen Verteilung des Kriteriums in Abbildung 8.7b fällt jedoch ein qualitativer Unterschied auf. Während beim *MS* ausschließlich die Scherspannungen zum Materialversagen führen, entsteht beim *TH* zudem am Rand der Probe in der Nähe der Kerben ebenfalls jeweils ein Gebiet (das nicht dargestellte Gebiet liegt spiegelsymmetrisch an der anderen Kerbe), bei dem die Summe aus Scherspannungen, Normalspannungen und gekoppelten Normalspannungen zur Schädigung führt. An diesen Stellen reißen die Proben auch in den Versuchen, wie anhand der Videodaten nachträglich für alle durchgeführten Versuche verifiziert werden kann.

Die Anwendung von *MS* und *TH* versagt bei den Proben mit Loch bei der quantitativen Vorhersage des Versagenseintritts, da die in der FE-Simulation berechneten Spannungen am Rand des Loches die experimentell ermittelten, zulässigen Maximalspannungen bei Weitem überschreiten. Beide Kriterien sagen jedoch rein qualitativ den Ort der initialen Rissausbreitung, die letztendlich zum Versagen führt, voraus (s. Abbildungen 8.8). In beiden Fällen geschieht dies wie bei allen durchgeführten Versuchen am Rand des Lochs in einer Umgebung um die Schnittpunkte der Nebenachsen mit dem im deformierten Zustand ellipsoiden Loch. Laut Simulation tritt Versagen bei einer integralen, logarithmischen Dehnung von  $\epsilon = 1,73\%$  auf, im Gegensatz zur experimentell ermittelten maximal zulässigen Dehnung von  $\epsilon^{\sigma_{\max, \text{versuch}}} = 6,62\%$ . Bei dieser Dehnung treten in der Simulation Spannungsspitzen



(a) Lokale Darstellung des *MS*. Die Probe versagt bei  $\epsilon = 1,73\%$ .

(b) Lokale Darstellung des *TH*. Hier tritt Versagen geringfügig später bei  $\epsilon = 1,85\%$  ein.

**Abbildung 8.8:** Graphische Darstellung der Versagenskriterien in der Nähe des Lochs bei einer gelochten Zugprobe.

am Loch von 11,347 MPa auf. Im realen Versuch wird das homogene Fasernetzwerk diese lokalen Lastspitzen zu einem Teil ausgleichen, so dass lokale Spannungsmaxima, wie sie in der Simulation beobachtet werden können, in dieser Höhe am Lochrand nicht auftreten werden und die Probenkörper dementsprechend eine größere integrale Dehnung ohne Versagen überstehen.

Zusammengefasst lässt sich sagen, dass beide Kriterien prinzipiell in der Lage sind, das Einsetzen von Versagen korrekt vorherzusagen. Dabei gelingt die Prädiktion im Fall der ebenen Zugversuche auf Grund der homogenen Spannungs- und Dehnungsverteilung im Probenkörper sowohl qualitativ als auch quantitativ sehr gut. Sofern die Möglichkeit besteht, den benötigten Maximalwert der Scherspannungen  $\sigma_{xy}^{\max, \text{versuch}}$  experimentell zu ermitteln, eignen sich beide Kriterien für die quantitative Bewertung des Versagens. Unabhängig davon zeigt das *TH* rein qualitativ bessere Ergebnisse bei der Lokalisation der Rissbildung am Rand der Probe. Gleiches gilt für die Eignung der Kriterien bei den Proben mit Loch. Solange der Effekt der Spannungsumverteilung nicht adäquat in die Modellierung einfließt, wird die Vorhersage von Versagen mit Hilfe tensorieller Kriterien wie Tsai-Wu bzw. Tsai-Hahn schwer zu realisieren sein.

### 8.3 Dehnratenabhängiges Kriechverhalten in der Ebene

Wie im Kapitel 7.4 experimentell ermittelt, weisen die untersuchten Zellstoffproben ein zeitabhängiges Relaxations- bzw. Kriechverhalten auf. Im Gegensatz zu dehnratenabhängiger Plastizität ist keine definierte Mindestlast notwendig, um diese zeitabhängigen Effekte zu induzieren. Zudem treten die Beobachtungen in Kontrast zu metallischen Werkstoffen schon in starker Form bei Raumtemperaturen auf, wobei ihre Ausprägung und Gestalt den Ergebnissen

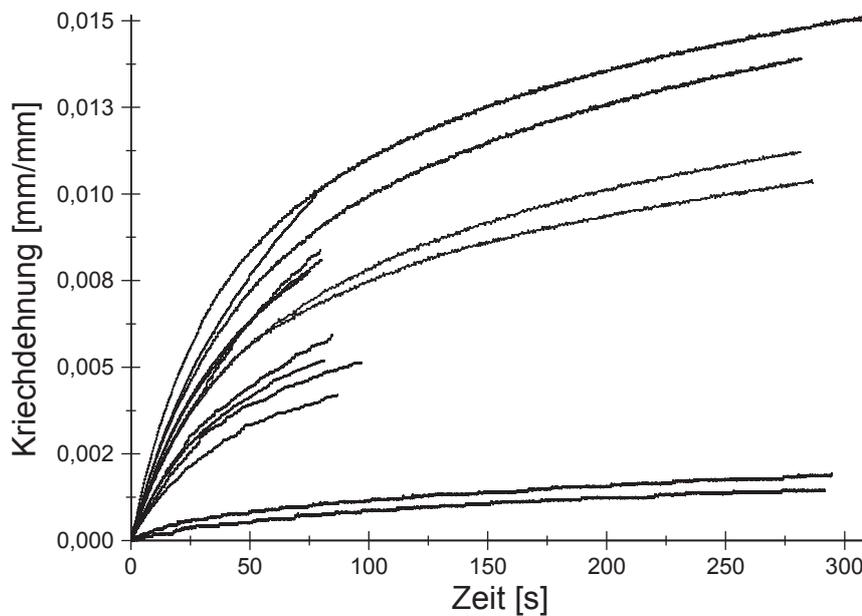
bei einem großen Teil von Polymeren entsprechen. Da die bei Zellstoffproben beobachteten Materialantworten überwiegend irreversibler Natur sind, erfolgt die FE-Modellierung unter Zuhilfenahme von Modellen dehnratenabhängiger Plastizität, wobei hier klar abgegrenzt werden muss zu viskoplastischen Ansätzen, die die zeitabhängige Evolution der Fließgrenze beschreiben.

Wie zuvor bereits erwähnt, sind die in diesem Kapitel sowie in dem Kapitel 7.4 generierten Ergebnisse losgelöst von den klassischen Klassifikationsversuchen zu betrachten, da die zu Grunde liegenden Versuche zeitlich vorher mit einem anderen Fasertyp, Flächengewicht und Pressdruck durchgeführt worden sind. Nichtsdestotrotz stellt das zeitabhängige Spannungsrelaxations- und Kriechverhalten einen wichtigen Teil des Gesamtkomplexes dar, der bei Vorhandensein von Messwerten wegen der zu erwartenden qualitativen Ähnlichkeit auch auf Zellstoffproben aus anderen Materialien übertragbar sein wird.

Die experimentelle Grundlage der folgenden Untersuchungen zum Kriechverhalten von Zellstoffproben bilden insgesamt 14 durchgeführte Kriechversuche bei Zellstoffproben aus Sekundärfasern mit einem Flächengewicht von  $400 \text{ g m}^{-2}$ . Dabei wurden initial Spannungen von 0,5 MPa bis 10 MPa angefahrenen und im Anschluss der Verlauf der Dehnung bei konstanter Spannung aufgenommen. Die vergleichsweise hohe Festigkeit der Proben resultiert aus einem vor dem Trocknungsprozess vorgenommenen Pressen. Alle Proben zeigen das vermutete Verhalten nach Erreichen der konstanten Zielspannung, d.h. die gemessene Dehnung nimmt im abfallenden Maße zu. Die Versuchsdauer variiert in einem Rahmen von 75 s bis 300 s. In diesem Zeitbereich tritt neben primärem Kriechen, welches durch eine abnehmende Dehnraten gekennzeichnet ist, auch sekundäres Kriechen auf, welches durch eine konstante Dehnraten gekennzeichnet ist [Gum78]. Ein Übergang in den tertiären Kriechbereich, bei dem die Dehnraten rapide ansteigt und an dessen Ende der Probenbruch steht, ist nicht zu beobachten. Die Auswahl der adäquaten Modelle zur Beschreibung des Materialverhaltens beschränkt sich deshalb auf primäres und sekundäres Kriechen.

In Abbildung 8.9 sind die Verläufe der Kriechdehnungen  $\epsilon_{cr}$  aufgetragen über der Zeit für die 14 durchgeführten Versuche. Zusätzlich zum Zeit- und Kriechdehnungskanal wird ein konstanter Kanal mit gleicher Elementzahl mit der angefahrenen Spannung  $\sigma$  angelegt, um im weiteren Verlauf mit Hilfe der Software *MATLAB* die nicht-linearen Anpassungen für die Bestimmung eines geeigneten Kriech-Modells durchzuführen. Zudem kann aus dem Zeit-Kriechdehnungs-Verlauf die Kriechdehnungsrate  $\dot{\epsilon}_{cr}$  bestimmt werden.

Aus der Menge der in *ANSYS*® implementierten impliziten Kriech-Modelle werden nun zunächst die ausgewählt, die mindestens primäres Kriechen und wenn möglich auch sekundäres Kriechen abbilden können. Es handelt sich dabei um die in Tabelle 8.2 benannten Modelle. Wie aus der Tabelle ersichtlich, wird auf eine Modellierung einer möglicherweise



**Abbildung 8.9:** Experimentell ermittelte Kriechkurven bei Sekundärfaserstoffen.

vorhandenen Temperaturabhängigkeit verzichtet, so dass es sich bei allen Anpassungsansätzen um zweidimensionale, nicht-lineare Problemstellungen handelt. Es ist nicht direkt ersichtlich, wie in diesen Fällen die für das *Trust-Region*-Verfahren benötigten Startwerte des iterativen Approximierungsprozesses generiert werden können. Aus diesem Grund werden für jedes Modell 100 Anpassungen mit zufällig generierten Startwerten durchgeführt und nach dem Prozess diejenigen Startwerte ausgewählt, die die Anpassung mit der höchsten Anpassungsgüte in Form des  $R^2$ -Wertes liefern. Die auf diese Weise gewonnenen Anpassungsgüten sind ebenfalls in der Tabelle 8.2 aufgeführt. Bei Modell 2 konnte auch nach mehreren hundert Versuchen keine Anpassung mit einer positiven Anpassungsgüte gefunden werden. Die  $R^2$ -Werte der Modelle 1, 5 und 7 sind mit einer Größe von maximal  $\sim 0,4$  zu gering, um das Materialverhalten korrekt abzubilden.

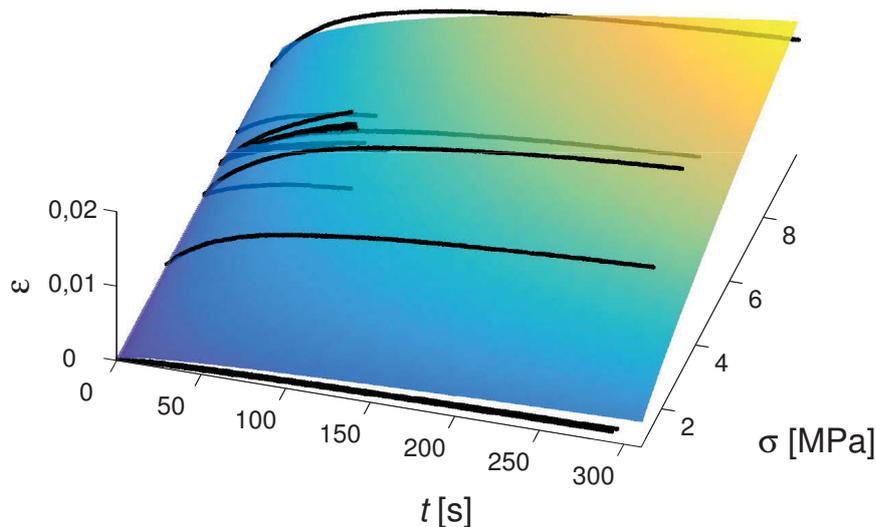
Im Anschluß erfolgt eine Sichtprüfung der restlichen Modellanpassungen. Das Modell mit der höchsten Anpassungsgüte, also das *Generalized Time Hardening*-Modell, reagiert anfällig auf die unterschiedlichen Versuchslängen, was in einer Ausbeulung der Anpassungsfläche dort resultiert, wo keine Versuchsdaten mehr vorhanden sind. Dieses Verhalten zeigen die beiden *Time-Hardening*-Modell 6 und 8 nicht, so dass diese für die weitere Simulation in ANSYS® ausgewählt werden. In Tabelle 8.3 sind die ermittelten Parameter der Anpassung beider Modelle zusammengefasst, Abbildung 8.10 zeigt die zweidimensionale Anpassung von Modell 6 im  $(t, \sigma, \epsilon)$ -Koordinatensystem. Es zeigt sich, dass die für die sekundäre Kriechphase verantwortliche Erweiterung von Modell 6 in Modell 8 verschwindet, was zur Folge hat, dass beide Modelle im Prinzip die gleiche Anpassung liefern.

**Tabelle 8.2:** Verwendete Modelle bei der Modellierung des Kriechdehnungs-Verhaltens bei Sekundärfaserproben.

Nr.	Bezeichnung	Modellvorschrift	Kriech-Typ	$R^2$
1	<i>Strain Hardening</i>	$\dot{\epsilon}_{cr} = f(\sigma, \epsilon_{cr})$	prim.	0,401 9
2	<i>Time Hardening</i>	$\dot{\epsilon}_{cr} = f(\sigma, t)$	prim.	0
3	<i>Generalized Exponential</i>	$\dot{\epsilon}_{cr} = f(\sigma, t)$	prim.	0,849 2
4	<i>Generalized Graham</i>	$\dot{\epsilon}_{cr} = f(\sigma, t)$	prim.	0,874 1
5	<i>Generalized Blackburn</i>	$\dot{\epsilon}_{cr} = f(\sigma, t)$	prim.	0,190 4
6	<i>Modified Time Hardening</i>	$\epsilon_{cr} = f(\sigma, t)$	prim.	0,887 1
7	<i>Modified Strain Hardening</i>	$\dot{\epsilon}_{cr} = f(\sigma, \epsilon_{cr})$	prim.	0,401 9
8	<i>Time Hardening</i>	$\epsilon_{cr} = f(\sigma, t)$	prim. / sek.	0,887 1
9	<i>Generalized Time Hardening</i>	$\epsilon_{cr} = f(\sigma, t)$	prim.	0,928 2

**Tabelle 8.3:** Ermittelte Parameter der *Time-Hardening*-Modelle. Es gilt  $\epsilon_{cr}^{\text{Modell6}} = c_1 \cdot \sigma^{c_2} \cdot t^{c_3+1}/(c_3 + 1)$  sowie  $\epsilon_{cr}^{\text{Modell8}} = \epsilon_{cr}^{\text{Modell6}} + c_5 \cdot \sigma^{c_6} \cdot t$ . In Klammer sind die Konfidenzintervalle für  $\alpha = 5\%$  angegeben, sofern diese sinnvoll berechenbar sind.

Parameter	Wert Modell 6	Wert Modell 8
$c_1$	0,000 118 3 (0,000 117 9; 0,000 118 7)	0,000 116 9 (0,000 115 8; 0,000 118 1)
$c_2$	0,652 6 (0,651 3; 0,653 8)	0,651 7 (0,647 6; 0,655 9)
$c_3$	-0,517 (-0,517 8; -0,516 1)	-0,512 5 (-0,515 5; -0,509 5)
$c_4$	0	0
$c_5$	-	$1,172 \cdot 10^{-8}$
$c_6$	-	0,642 6

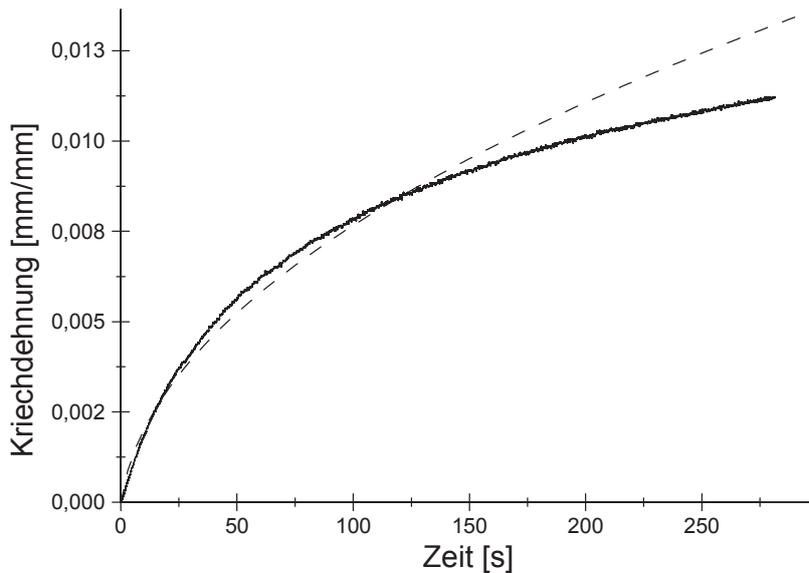


**Abbildung 8.10:** Ermittelte Anpassung des *Modified Time Hardening*-Modells zur Bestimmung der Kriechdehnungen dargestellt als Ebene.

Zuletzt wird die per *MATLAB* ermittelte Anpassung in *ANSYS*® implementiert. Basierend auf der Tatsache, dass es sich bei untersuchten Modellen um reine Flächenanpassungen an die realen Versuchswerte handelt, ist zu erwarten, dass die in der Simulation ermittelten Werte exakt den bereits in Abbildung 8.10 für die Menge aller Versuche zu sehenden entsprechen. Dies wird dennoch exemplarisch anhand einiger durchgeführter Versuche verifiziert.

Dazu wird ein zweidimensionaler Probekörper in Form der in den Versuchen benutzten Proben (Breite  $b = 29$  mm, Länge  $l_0 = 50$  mm) unter Annahme eines ebenen Spannungszustand zunächst innerhalb einer Sekunde in einem uniaxialen Zugversuch derart verformt, dass die aus der Reaktionskraft an der fixierten Lagerung berechnete Spannung derjenigen entspricht, die im jeweiligen Kriechversuch angefahren wurde. Die Zeit, die für das Erreichen der definierten Last benötigt wird, ist frei wählbar, da eine Berechnung der Kriechdehnungen in dieser Zeit explizit deaktiviert wird. Im Anschluss wird in Analogie zu den Kriechversuchen die Spannung konstant gehalten. In Abbildung 8.11 ist der zeitliche Verlauf der Kriechdehnung für eine angefahrne Spannung von 6,97 MPa zu sehen. Wie erwartet, bildet das benutzte Modell die primäre Kriechphase korrekt ab. Zu Beginn der sekundären Kriechphase ist die konstante Kriechdehnungsrate des Modells tendenziell zu hoch. Dieser Umstand kann auch bei den anderen potentiellen Spannungen beobachtet werden.

Abschließend lässt sich also sagen, dass aus der Menge der in *ANSYS*® implementierten Materialmodelle zur Beschreibung des Kriechverhaltens insbesondere die Modelle *Time Hardening* bzw. *Modified Time Hardening* dazu in der Lage sind, die primäre Kriechphase der untersuchten Zellstoffproben korrekt abzubilden. Eine Validierung des Modells bei Spannungen außerhalb der zur Anpassung benutzten hat nicht statt gefunden. Aus diesem Grund ist eine Anwendung bei initial angefahrenen Spannungen größer als dem hier betrachteten Maximalwert von 10 MPa nicht zu empfehlen.



**Abbildung 8.11:** Kriechdehnung-Zeit-Verlauf bei einer angefahrenen Spannung von 6,97 MPa für die Dauer von 300 s. Gestrichelt dargestellt sind die in der FE-Simulation berechneten Werte.

## 8.4 Schädigungsverhalten unter Zug- und Scherbelastung in z-Richtung

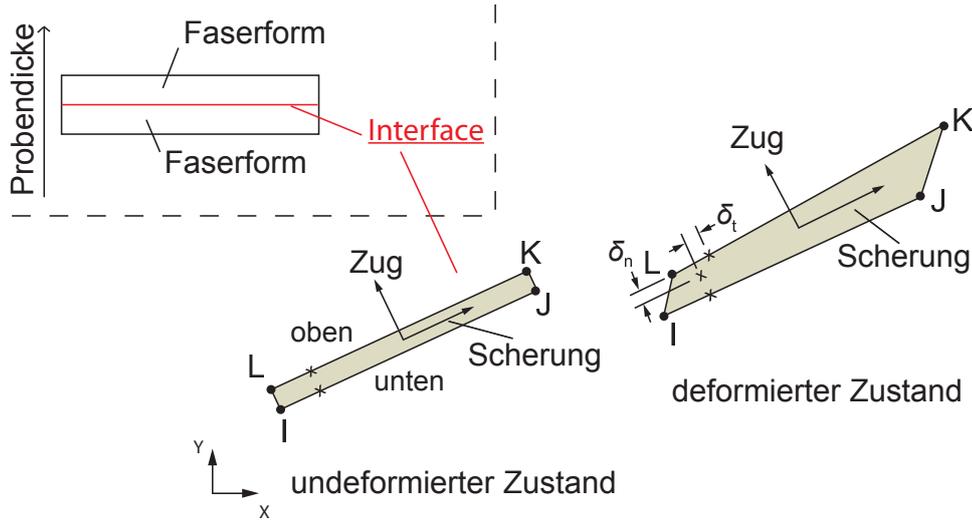
Die bisher durchgeführten FE-Modellierungen beziehen sich ausschließlich auf das Materialverhalten in der Anformebene. Die beiden nun folgenden Kapitel widmen sich dem Werkstoffverhalten in der dazu orthogonalen Richtung. Auf Basis der in den Kapiteln 7.2 und 7.2.4 durchgeführten experimentellen Untersuchungen erfolgt in diesem Kapitel die FE-Modellierung des Delaminationsverhaltens bei Zugversuchen in z-Richtung. Beobachtungen bei der Durchführung dieser Versuche deuten darauf hin, dass bei uniaxialer Zugbelastung in z-Richtung das Material hauptsächlich entlang einer oder mehrerer Lagen der Proben, die orthogonal zur Zugrichtung verlaufen, delaminiert. Dazu passend weisen die Spannungs-Dehnungs-Verläufe der Versuche einen im Vergleich zu den in der Anformebene durchgeführten Versuchen sehr geringen plastischen Anteil auf. Dies unterstützend seien die Untersuchungen in [Nyg09, Dun00] genannt, in denen ebenfalls Zugversuche orthogonal zur Papierebene bei mehrlagig aufgebauter Pappe durchgeführt wurden. Laut der Autoren tritt Delamination als Hauptschädigungsmerkmal ein, sobald die maximale Spannung erreicht wird.

Ebenso in [Nyg09] wird der Versuch unternommen, das experimentell ermittelte Delaminationsverhalten zu modellieren. Im Gegensatz zu den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Zellstoffproben weist Mehrlagenkarton eine kompositähnliche Struktur aus in der Regel drei oder mehr Lagen auf, die im Zuge des Herstellungsprozesses miteinander verpresst werden.

Daraus resultiert die Modellvorstellung, dass unter Zugbelastung senkrecht zu den einzelnen Lagen ein Ablösen dieser an den Verbindungsstellen stattfindet, da die Steifigkeit der Schichten höher ist als die der Verbindungen. Als Ansatz wird für die Modellierung eine Kombination aus einem Kontinuum-Modell, welches die elastisch-plastischen Eigenschaften der einzelnen Lagen abbildet, und einem Interface-Modell gewählt, welches auf dem in [Xia02] für ein fünflagigen Karton entwickelten Materialmodell basiert.

Obwohl bei den hier untersuchten Zellstoffproben keine ausgewiesenen Schichten existieren, sondern vielmehr eine kontinuierliche Ablagerung zufällig in der Ebene ausgerichteter Fasern stattfindet (s. Kapitel 6.2.1), wird der bei Karton verwendete Ansatz übertragen. Dazu wird vereinfachend angenommen, dass eine zur Zugrichtung orthogonale Ebene existiert, in der die Summe aller interlaminaren Bindungskräfte minimal ist (vergleichbar mit dem schwächsten Glied einer Kette). Diese Situation ist in Abbildung 8.12 in der linken, oberen Ecke schematisch dargestellt. Die Verbindungsebene mit minimaler Bindungskraft ist als Interface in rot dargestellt. Sie verbindet zwei gleich dicke Hälften der untersuchten Zellstoffproben, die in der FE-Modellierung im kontinuumsmechanischen Sinn als elastisch-plastische Werkstoffe betrachtet werden. Die Funktion des Interfaces wird durch die Skizzen im undeformierten und deformierten Zustand beschrieben. Bei einem Interface-Element handelt es sich um ein Element der Finite-Elemente-Modellierung, ähnlich wie die zuvor vorgestellten Flächen- oder Schalenelemente, welche eine Dicke größer gleich 0 besitzen und über ein Traktion-Verschiebungs-Zusammenhang definiert sind. Die Definition über Verschiebungen ist notwendig, da explizit eine Dicke des Interface-Elements von 0 erlaubt ist. Wirkt auf das in Abbildung 8.12 definierte undeformierte Element eine Zug- oder Scherkraft bzw. eine Kombination beider, vergrößert sich der Abstand der oberen und unteren Seite des Interface-Elements. Erreicht die relative Verschiebung den Wert maximaler Traktionskraft, beginnt eine stetige Abnahme der Steifigkeit des Elements bis zur Steifigkeit 0, bei der keinerlei Haftung der beiden Probenhälften mehr vorhanden ist. Die gängigen Interface-Ansätze sind in der Lage, unterschiedliche Delaminationsverhalten unter Normalbelastung (*Mode-I*) und Scherbelastung (*Mode-II*) bzw. eine Kopplung beider (*Mixed-Mode*) zu beschreiben. Dazu erfolgt in der Regel eine separate Angabe der maximal vorhandenen Spannungen bei der jeweiligen Belastungsart, bevor die Steifigkeitsabnahme beginnt, sowie der Verschiebungen, bei welchen eine vollständige Delamination erfolgt ist (Steifigkeit 0).

Unter der Annahme, dass bei reiner, uniaxialer Zugbelastung in z-Richtung die in Kapitel 7.2.3 vorgestellten Spannungs-Dehnungs-Zusammenhänge hauptsächlich das Delaminationsverhalten der untersuchten Proben zeigen, wird zunächst aus der Menge vorhandener, sogenannter Kohäsivzonenmodelle (engl. *cohesive zone model* bzw. *CZM*) ein Modell ausgewählt, welches die experimentellen Beobachtungen bei Faserformproben möglichst gut widerspiegelt. Eine ausführliche Übersicht diverser Modelle ist z.B. in [DCdM01] zu finden. Charakteristisch für



**Abbildung 8.12:** FE-Modell der Faserformprobe (oben links) sowie schematische Darstellung eines Interface-Elements entnommen aus [ANS13].

alle durchgeführten Zugversuche sind die Beobachtungen, dass zunächst nach Erreichen der maximalen Spannung und Einsetzen der Delamination keine abrupte (im mathematischen Sinne nicht differenzierbare) Abnahme der Spannung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm stattfindet. Vielmehr erfolgt die Spannungsabnahme progressiv, also mit zunehmender Intensität, bis zum in Abbildung 7.15b sichtbaren Wendepunkt. Dieses Verhalten ähnelt in starker Form dem exponentiellen Needleman-Ansatz [XN94], der aus diesem Grund zur Modellierung verwendet und im Folgenden kurz vorgestellt wird (die Bezeichnungen der Variablen und Gleichungen sind [ANS13] entnommen). Die Zerlegung der Verschiebung in die Normal- und Scher-Komponente erfolgt analog zu Abbildung 8.12.

Es sei demnach die aktuelle Verschiebung in Normalrichtung mit  $\delta_n$  und ihr Pendant in Scherrichtung mit  $\delta_t$  bezeichnet. Weiterhin sei  $\sigma^{\max}$  die maximale Normalspannung,  $\bar{\delta}_n$  die Verschiebung in Normalrichtung, bei der  $\sigma^{\max}$  erreicht wird und  $\bar{\delta}_t$  derjenige Verschiebungswert, für den gilt, dass die maximale Scherspannung am Interface bei  $\tilde{\delta}_t = 1/\sqrt{2} \cdot \bar{\delta}_t$  erreicht wird. Über die Definition eines Oberflächenpotentials  $\Lambda$  mit

$$\Lambda(\delta) = e \cdot \sigma^{\max} \cdot \bar{\delta}_n \cdot \left[ 1 - (1 + \Delta_n) \cdot e^{-\Delta_n} e^{-\Delta_t^2} \right] \quad (8.4.1)$$

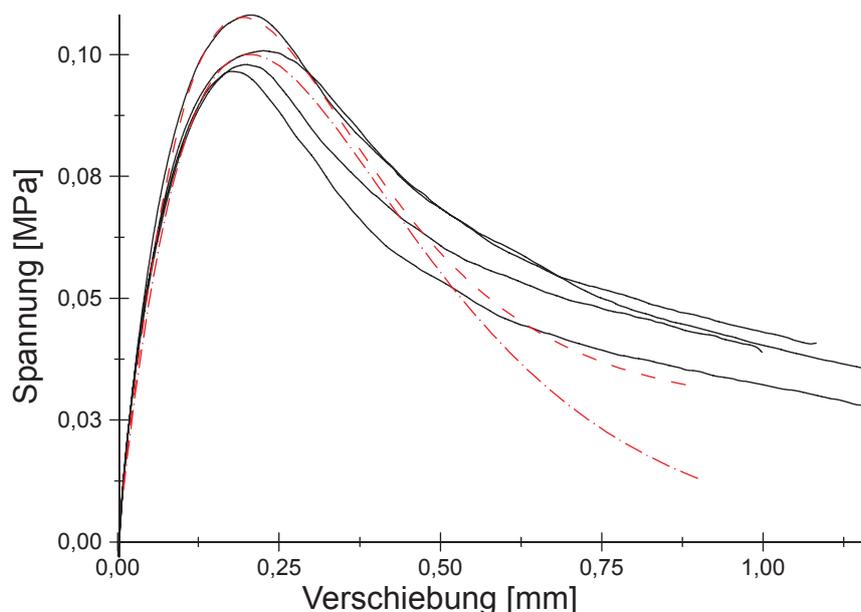
mit  $\Delta_n = \delta_n/\bar{\delta}_n$  und  $\Delta_t = \delta_t/\bar{\delta}_t$  lassen sich Normal- und Schertraktion des Interfaces als  $T_n = \partial\Lambda(\delta)/\partial\delta_n$  sowie  $T_t = \partial\Lambda(\delta)/\partial\delta_t$  definieren. Das Needleman-Modell benötigt dementsprechend die drei experimentell zu ermittelnden Eingaben  $\sigma^{\max}$ ,  $\bar{\delta}_n$  und  $\bar{\delta}_t$ , die in den Kapiteln 7.2.3 und 7.2.4 als  $\sigma^{\max}$  bzw. jeweils  $\delta_0$  zu finden sind (das bei den Scherversuchen ermittelte  $\delta_0$  entspricht genau genommen  $\tilde{\delta}_t$ ). Hier fließt implizit die Annahme ein, dass

die vom Wegsensor gemessene Verschiebung der Verschiebung der beiden Interface-Seiten zueinander entspricht, was in der späteren FE-Modellierung dadurch berücksichtigt wird, dass sowohl Elastizitäts- als auch Schubmodul der beiden Probenhälften höher angenommen werden, als in den Kapiteln 7.2.3 und 7.2.4 ermittelt.

Die FE-Modellierung erfolgt wie in den vorherigen Kapiteln mit Hilfe der Software *ANSYS*® unter der vereinfachten Annahme eines ebenen Dehnungszustands. Beide Faserformhälften werden mit Flächenelementen (*PLANE183*) vernetzt, als Interface-Elemente werden *INTER203* gewählt. Des Weiteren besitzen die obere und untere Hälfte der Probe lediglich ein isotrop elastisches Materialgesetz mit einer verglichen mit den experimentell ermittelten Werten ca. 5 bis 10-mal höheren Steifigkeit. Die untere Seite der unteren Faserform-Probenhälfte wird auf der ganzen Seitenlänge fixiert. Dann wird die obere Seite der oberen Probenhälfte mit einer konstanten Geschwindigkeit in Zugrichtung (orthogonal zur langen Probenseite) bewegt. Es stellt sich der in Abbildung 8.13 mit der Strichpunktlinie dargestellte Verlauf ein. Das Modell stimmt bereits gut mit den experimentell ermittelten Werte sowohl vor der Höchstlast bei ca. 0,1 MPa als auch danach bis zum zuvor beschriebenen Wendepunkt überein. Hier ist besonders zu erwähnen, dass der in den Versuchen beobachtete, nicht-lineare Verlauf vor Erreichen der Maximalspannung allein aus dem Delaminationsansatz resultiert, da die Probenhälften selbst als elastische Materialien definiert worden sind. Im Modell verläuft die Delamination danach aber schneller, also auf kürzerer Distanz als bei den real durchgeführten Versuchen. Kapitel 7.2.3 liefert dazu bereits Erklärungsversuche, die auch im Sinne des angewandten Modells nach Needleman erklärbar sind.

Auf das Interface in der FE-Simulation wirken bei den definierten Randbedingungen ausschließlich Normal-Traktionskräfte. Schreitet die Delamination weiter voran, treten bedingt durch Ablösen einzelner Faserstränge Schertraktionen am Interface auf. Dies wird im nächsten Schritt in der FE-Modellierung modelltechnisch dadurch erreicht, dass nicht die ganze untere Probenfläche fixiert wird, sondern nur ein Teil mit einer Größe von 50 % der ursprünglichen Größe. Außerdem wird der Parameter  $\bar{\delta}_t$ , der die Trenndistanz beider Interfaceseiten mit der höchsten Schertraktion beschreibt, so angepasst, dass  $\tilde{\delta}_t = 0,523$  MPa, also der in Kapitel 7.2.3 motivierten, kritischen Verschiebung, entspricht. Es resultiert der in Abbildung 8.13 als Strichlinie dargestellte Verlauf. Zu erkennen ist, dass durch die Modifizierung der Randbedingungen das in den Versuchen beobachtete Abknicken auch im Modell erreicht wird.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das angewandte exponentielle Kohäsivzonenmodell nach [XN94] in der Lage ist, das Delaminationsverhalten bei uniaxialer Zugbelastung in z-Richtung in jedem Fall bis zum Einsetzen von Schertraktionen am Interface zu beschreiben. Die vorgestellte Erklärung für das verhältnismäßig starke Abknicken im Wendepunkt deckt



**Abbildung 8.13:** FE-Modellierung des Delaminationsverhaltens bei uniaxialer Zugbelastung in z-Richtung (schwarze Volllinien). Die Modellwerte sind als gestrichelte Linien dargestellt.

sich mit den während der Versuche getätigten visuellen Beobachtungen. Jedoch sei nochmal darauf hingewiesen, dass das vorgestellte Modell zweier mit einem Interface verbundener Probenflächen eine starke Vereinfachung des komplexen Fasernetzwerkes darstellt. Es ist deswegen durchaus möglich, dass andere, weitergehende Mechanismen zu den beobachteten Phänomenen führen, auf deren weitere Untersuchung jedoch im Rahmen dieser Arbeit verzichtet wird.

Die Situation bei interlaminarer Scherbelastung gestaltet sich schwieriger. Im Vergleich zu den zuvor beschriebenen Zugversuchen weisen die Scherversuche einen deutlich vorhandenen, vermutlich plastischen Bereich vor Erreichen der Maximalspannung auf (s. Abbildung 7.17). Mit der einhergehenden Reduktion der Steifigkeit des Faserform-Materials vergrößert sich der Fehler, der sich aus der integralen Wegmessung als Verschiebung der oberen Klemme ergibt, sofern die vereinfachte Modellvorstellung des einfach vorhandenen Interfaces Anwendung findet. Es ist also nicht klar, ob die abgelesene Verschiebung, die das Einsetzen der Delamination markieren soll, der real am Interface vorhandenen Verschiebung entspricht. Würde außerdem der Needleman-Ansatz gewählt, resultierte zudem, zusätzlich zur zu modellierenden Plastizität, eine weitere nicht-lineare Komponente durch das Interface. Letztendlich ist bei Scherbelastung eine höhere Scherkraft notwendig, um Delamination zu induzieren (s. Kapitel 7.2.4), was in dieser Form nicht durch das Needleman-Modell abbildbar ist. Auf eine FE-Modellierung wird aus diesem Grund verzichtet.

Abschließend sei noch erwähnt, dass eine Betrachtung der Kopplungsversuche (s. Kapitel 7.3.2) ergibt, dass das Delaminationsverhalten unter gemischter Zug- und Scherbelastung sehr stark dem Verhalten bei alleiniger Zugbelastung entspricht. Es ist kein ausgewiesener plastischer Bereich wie bei den reinen Scherversuchen zu beobachten. Jedoch liegt die maximale Spannung bereits dann vor, wenn die vom Wegsensor gemessene Gesamtverschiebung (resultierend aus den Normal- bzw. Scher-Verschiebungskomponenten) den Wert erreicht, der bei reiner Zugbelastung zum Einsetzen von Delamination führt ( $\bar{\delta}_n \approx 0,2 \text{ mm}$ ). Dieser Umstand kann in einer *mixed-moded*-Modellierung berücksichtigt werden.

## 8.5 Hyperelastische Modellierung unter Druckbelastung in z-Richtung

Das Kapitel 8 schließt ab mit der Betrachtung des Werkstoffverhaltens bei Druckbelastung in z-Richtung. Hierbei wird wie in den Kapiteln zur Eindringtiefenbestimmung (s. 7.2.2 und 7.2.1) die Modellvorstellung, die in [SFs01b] auf Basis der Erkenntnisse bei Papier in [SG91] formuliert ist, angewandt. Der initiale Bereich in Abbildung 7.13b stellt den Bereich dar, in dem die Hügel an der Oberfläche der Probe komprimiert werden. Das Materialverhalten geht fließend über in den elastischen Bereich. Aus diesem Grund wird ein hyperelastischer Materialansatz gewählt, der zwar nicht in der Lage ist, die plastische Deformation der Probenkörper abzubilden, jedoch das Werkstoffverhalten in dem untersuchten Bereich gut approximiert.

Die Finite-Elemente-Software *ANSYS*® bietet eine Vielzahl von hyperelastischen Modellen an, die von inkompressibler, isotroper Hyperelastizität bis zu einem vollständig frei definierbaren anisotropen Ansatz reichen. Da die Spannungs-Dehnungs-Zusammenhänge in der Anformebene bereits durch elastisch-plastische Modelle in den Kapiteln 8.2 bzw. 8.3 erfasst sind, soll sich die im Folgenden stattfindende Modellierung allein auf das Verhalten in z-Richtung beschränken. Es wird daher ein isotropes Modell gewählt. Zudem wird in Einklang mit den Versuchsbeobachtungen und Angaben in der Literatur bei Papier und Pappe angenommen, dass für die Poissonzahlen  $\nu_{xz} = \nu_{zx} = \nu_{yz} = \nu_{zy} \approx 0$  gilt. Bei Kompression (und auch bei Zug) in z-Richtung findet demnach eine Volumenänderung statt, die idealer Weise in Form eines kompressiblen Materialmodells Beachtung erlangt. *ANSYS*® beherrscht im Wesentlichen zwei kompressible Modelle, die beide ursprünglich für Kunststoff-Schäume entwickelt worden sind: Zum einen das sog. *Blatz-Ko*-Modell, welches von Blatz und Ko in [BK62] für Polyurethan-Schäume aufgestellt wurde, und auf der anderen Seite das *Ogden Hyperfoam*-Modell, was in gewisser Weise die Verallgemeinerung des ersten Modells darstellt [Ogd72].

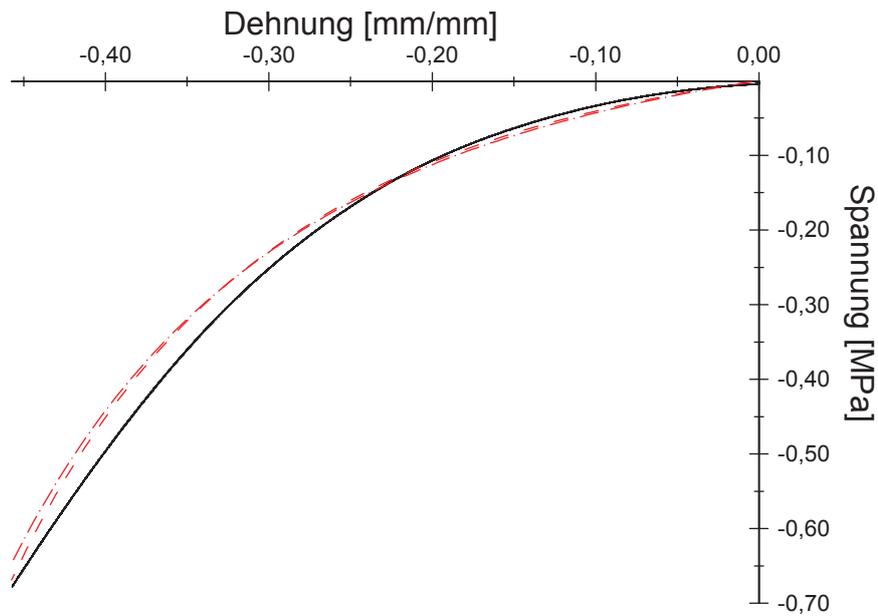
Im ersten Versuch erfolgt die Modellierung mit Hilfe des *Blatz-Ko*-Modells, da es mit nur einem Parameter zu kalibrieren ist. Über die Definition der Dehnungsenergie als ein von den Invarianten des Dehnungstensors abhängigen Funktionals

$$W(I_1, I_2, I_3) = \frac{\bar{\mu}}{2} \cdot \left( \frac{I_2}{I_3} + 2I_3^{1/2} - 5 \right) \quad (8.5.1)$$

lässt sich im Falle großer Deformationen der Cauchysche-Spannungstensor ableiten [ANS13]. Die Bestimmung des Parameters  $\bar{\mu}$  geschieht über die in *ANSYS*® integrierte Kurvenanpassungs-Funktion basierend auf dem gemittelten Graphen aller durchgeführten uniaxialen Druckversuche. Im Fall der untersuchten Zellstoffproben folgt  $\bar{\mu} = 0,1284$  MPa. Es wird wie bei den Zugversuchen in z-Richtung ein ebener Dehnungszustand angenommen, und die Vernetzung erfolgt mit Flächenelementen. Diagramm 8.14 zeigt das Ergebnis dieser Simulation dargestellt als Strichpunktlinie. Die Anpassungsgüte des Modells an die experimentellen Daten beträgt  $R^2 = 0,98$ . Attraktivität erlangt das *Blatz-Ko*-Modell vor allem durch die Einfachheit der Parametrierung mit nur einem Parameter. Da es jedoch ursprünglich für Polyurethan-Schäume entwickelt wurde, wird in diesem Modell eine dort vorherrschende Poissonzahl von  $\nu = 0,25$  angenommen, was zu nicht unerheblichen Querdehnungen führt. Um diesem Umstand entgegen zu wirken wird ausgenutzt, dass das *Blatz-Ko*-Modell ein Spezialfall des *Ogden Hyperfoam*-Modells ist, welches explizit die Vorgabe einer Poissonzahl ermöglicht. Die Definition der Dehnungsenergie folgt hier auf Basis der Hauptstreckverhältnisse (engl. *principal stretch ratios*)  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$  und  $\lambda_3$  (genauer gesagt der aus dem volumenerhaltenden Teil des Deformationsgradienten  $\mathcal{F}_{ij}$  gebildeten Hauptstreckverhältnisse, s. [ANS13]) als

$$W(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3) = \sum_{i=1}^N \frac{\mu_i}{\alpha_i} (J^{\alpha_i/3} (\lambda_1^{\alpha_i} + \lambda_2^{\alpha_i} + \lambda_3^{\alpha_i}) - 3) + \sum_{i=1}^N \frac{\mu_i}{\alpha_i \beta_i} (J^{-\alpha_i \beta_i} - 1) \quad (8.5.2)$$

mit  $\mathcal{J} = \det(\mathcal{F}_{ij})$ . Das *Blatz-Ko*-Modell in Gleichung (8.5.1) resultiert nun aus (8.5.2) für  $N = 1$ ,  $\alpha_1 = -2$ ,  $\beta_1 = 0,5$  und  $\mu_1 = -\bar{\mu}$ . Über den Parameter  $\beta_1$  kann über die Beziehung  $\beta_1 = \nu/(1 - 2\nu)$  die Poissonzahl gesteuert werden [Mil06]. Da dieser jedoch in Gleichung (8.5.2) im Nenner steht, kann er nicht beliebig nahe an 0 gewählt werden, weswegen mit der Trial-and-Error-Methode ein minimal möglicher Wert  $\beta_1 = 0,1$  und damit  $\nu \approx 0,083$  ermittelt wird. Im letzten Schritt wird über eine Parameteranalyse in *ANSYS*® der Parameter  $\mu_1$  derart bestimmt, dass die FE-Modellierung bei einer Dehnung von  $\epsilon = -0,46$  einen Wert für die Spannung von  $\sigma = -0,689$  MPa ergibt (dieses Wertepaar wurde aus dem gemittelten Versuchsgraphen abgelesen). Insgesamt ergibt sich mit den Parametern  $\alpha_1 = -2$ ,  $\beta_1 = 0,1$  und  $\mu_1 = -0,145$  MPa die als Strichlinie dargestellte Anpassung in Abbildung 8.14 ( $R^2 = 0,986$ ).



**Abbildung 8.14:** Ergebnis der hyperelastischen Modellierung der uniaxialen Druckversuche in z-Richtung. Als Volllinie dargestellt ist der gemittelte Graph aller durchgeführten Druckversuche.

Als Fazit lässt sich sagen, dass die FE-Modellierung der uniaxialen Druckversuche mit den verwendeten Hyperelastizitätsgesetzen prinzipiell möglich ist und im Rahmen der experimentell angefahrenen Spannungsgrenzen gute Ergebnisse liefert. Die Modelle erlauben jedoch nur die sinnvolle Simulation reiner Druckbelastung in z-Richtung, da sich derart modellierte Werkstoffe auf Grund der Isotropie-Annahme in allen Raumrichtungen gleich verhalten, was bei Produkten aus Zellstoff nach dem Faserformverfahren nicht gegeben ist. Inwieweit sich diese Überlegungen also in den Kontext eines ganzheitlichen Materialmodells einbetten lassen, ist zu elaborieren.

## Kapitel 9

### Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit widmet sich erstmals der vollständigen Klassifikation des Materialverhaltens von nach dem Faserformverfahren hergestellten Papierfaserprodukten in allen drei Raumrichtungen. Dazu ist im ersten Schritt das Hauptaugenmerk darauf gelegt worden, die aus dem Fertigungsprozess resultierenden Heterogenitäten zu erfassen und im Anschluss zu minimieren, um die in den experimentellen Untersuchungen zur Materialmodellierung auftretenden Streuungseffekte zu reduzieren. Weiterhin sind aus der Geometrie der verwendeten Fasern Folgerungen für das Verhalten der Fasersuspension während des Anformvorgangs abgeleitet worden. Hier sind sowohl die experimentell belegten korrekten Vorhersagen der Faserorientierungsverteilung sowie der Porosität der frisch angeformten Faservliese zu nennen. Zudem sind die in diesem Zusammenhang benutzten Theorien zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften einer Fasersuspension für die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Fasern in Form von Viskositätsmessungen experimentell verifiziert worden. Die in Kapitel 6.2.2 vorgestellten Untersuchungen der Probenoberflächen liefern, neben der Bestimmung der mittleren Probendicke aus dem einfacher zu messenden Gewicht, Kenntnisse über die Struktur der Probenoberflächen. Durch das dargelegte Verfahren ist außerdem die Notwendigkeit der fehleranfälligen Probenvermessung an mehreren Punkten eliminiert worden. Ergänzt werden die vor den eigentlichen Klassifikationsversuchen realisierten Untersuchungen durch die Ergebnisse der Feuchtigkeitsuntersuchungen. Es ist der Nachweis über die Anwendbarkeit der Fick'schen Gleichung erbracht worden, wodurch die Vorhersage des Feuchtigkeit-Sättigungsverhaltens auf Basis eines einzelnen Parameters ermöglicht worden ist. Die Tatsache, dass der eindimensionale Spezialfall das Diffusionsverhaltens bereits ausreichend gut beschreibt, hat gezeigt, dass das Eindringen der Feuchtigkeit in die untersuchten Probenkörper im Wesentlichen in Dickenrichtung stattfindet.

Bei der Durchführung der Versuche in z-Richtung spielt die Fixierung der Probenkörper in der Testapparatur die entscheidene Rolle, da auf Grund der zuvor bereits erwähnten Hügelstruktur die in Normen und Arbeiten zu gepressten Papierwerkstoffen mit deutlich geringeren Flächengewichten empfohlene Befestigung mit Klebeband in nicht ausreichender

Haftung resultiert. Das für Papier und Pappe entwickelte Verfahren zur Bestimmung der Eindringtiefe ist dahingehend erweitert worden, dass eine nicht-destruktive Bestimmung der Eindringtiefe direkt vor dem Versuch möglich ist, so dass auf Basis der effektiven Probendicke ermittelte Prüfungsgeschwindigkeiten die Verwendung initial konstanter Dehnraten erlauben. Das weiterentwickelte Konzept der *Arcan*-Klemmen, das eine Erweiterung der in [SFs01b] vorgestellten *Arcan*-Klemmen darstellt, ermöglicht zusätzlich das schonende Wechseln der Versuchsaufbauten durch den Einsatz von entmagnetisierbaren Elektromagneten.

Die vorgestellten Computeralgorithmen sind in der Lage, alle im Rahmen dieser Arbeit ermittelten mechanischen Kennwerte automatisiert auszulesen, unabhängig von Anzahl und Richtung der Lastwechsel. Zudem ermöglicht die vorgestellte Methode, Hystereseversuche in ihre aufsteigenden bzw. abfallenden Anteile zu zerlegen, um anhand dieser Informationen über das Verfestigungsverhalten zu extrahieren. Die angekoppelte Kennwert-Auswertung ordnet die Versuchsergebnisse vollautomatisiert in ihren statistischen Kontext ein. Basierend auf den so gewonnenen Informationen über die Verteilungen der Zielgrößen erfolgt dann die Ableitung statistisch abgesicherter Aussagen.

Als Grundlage für die darauffolgende Modellierung der Materialeigenschaften dienen die experimentellen Untersuchungen in Kapitel 7. Auf Basis der Annahme einer initial vorhandenen transversalen Isotropie sind Zug-, Druck- und Scherversuche in der Anformebene sowie in der dazu orthogonalen Richtung durchgeführt worden. Bei allen ebenen Versuchstypen folgt im Spannungsdehnungsdiagramm auf den kurzen elastischen Bereich ein charakteristischer plastischer Anteil, wobei der lineare Beginn bei den Versuchen unter Scherbelastung ausgeprägter ist als bei Zug- bzw. Druckbelastung. Außerdem ist bei den Druckversuchen mit kurzer Einspannlänge ein Einsetzen von Delamination basierend auf den unterschiedlichen Dichteverteilungen des Fasernetzwerkes identifiziert worden. Wegen der vorhandenen Verdichtung der Faserformproben an der Siebseite entstehen bei Druckversuchen in der Anformebene selbst bei kleinen Einspannlängen Relativbewegungen der interlaminaeren Probenschichten, die wiederum in einer Delamination dieser resultieren. Um neben dem Verfestigungsverhalten auch das Degradationsverhalten der Moduln bewerten zu können, sind die klassischen Versuche in jeder Anordnung durch Hystereseversuche erweitert worden. Weiterhin sind ebene Zugversuche an im Vorfeld unter Zugbelastung beanspruchten Proben realisiert worden, die eine Bewertung der lastinduzierten Anisotropie ermöglichen. Das viskoelastische Materialverhalten von Zellstoffproben aus Sekundärfaserstoffen wurde in Kriech- und Spannungsrelaxationsversuchen unter Zugbelastung mit dem Ergebnis untersucht, dass die beobachteten Kriech- und Spannungsrelaxationseffekte sich im Kontrast zu Papier nicht mit einem rein linear viskoelastischen Modell beschreiben lassen (s. Kapitel 7.4).

Im Anschluss an die Versuche sind die dort ermittelten Ergebnisse in einer FE-Modellierung umgesetzt worden. Die Modellierung der Plastizität mit Hilfe einer assoziierten Fließbedingung nach Hill sowie nicht-linearer, isotroper Verfestigung vom Sättigungstyp ist in der Lage, das Spannungs-Dehnungs-Verhalten unter Zug- und Scherbelastung in der Ebene qualitativ abzubilden. Wie in Kapitel 8.2 beschrieben, sagt die orthotrope Plastizität vom Hill-Typ das Einsetzen des Fließens bei Scherbelastung korrekt voraus, es ist jedoch eine im Vergleich zur Zugbelastung geringere Sättigungssteigung notwendig, um das experimentell ermittelte Materialverhalten korrekt zu approximieren. Der Einfluss der Plastizität auf die Elastizitätsmoduln bei Zugbelastung ist außerdem in der Anformebene in Kapitel 7.1.1 nachgewiesen worden. Zusätzlich zur Modellierung der elastisch-plastischen Materialantwort ist eine Bewertung der Anwendbarkeit der beiden Versagenskriterien  $MS$  (Kriterium der maximalen Spannung) und  $TH$  (Tsai-Hill-Kriterium) erfolgt. Dabei hat sich herausgestellt, dass das  $TH$  qualitativ bessere Ergebnisse liefert als das  $MS$ , beide Kriterien jedoch bei der korrekten Vorhersage des Versagensfalls bei der durch stark inhomogene Spannungs- und Dehnungszustände charakterisierten Probe mit Loch scheitern.

Die in Kapitel 7.4 beschriebenen Versuche zur Viskoelastizität sind im Anschluss im Rahmen einer Modellierung des Kriechverhaltens in *ANSYS*® simuliert worden. Auf Basis der durchgeführten Versuche konnten zwei Modelle aus der Menge der in *ANSYS*® vorhandenen ausgewählt werden, die geeignet sind, sowohl die erste als auch zweite Kriechphase adäquat abzubilden. Bei reiner Zugbelastung in z-Richtung konnte gezeigt werden, dass die Annahme, dass die sichtbare Nichtlinearität des Spannungs-Dehnungs-Verlaufs rein aus der Schädigung des Interfaces zwischen zwei Faserebenen erklärbar ist, zu einer guten Modellgüte der FE-Simulation führt. Schwieriger gestaltete sich die Modellierung des Delaminationsverhaltens bei interlaminarer Scherbelastung und gekoppelten Belastungszuständen.

Letztendlich ist eine Modellierung des Materialverhaltens unter Druckbelastung in z-Richtung durchgeführt worden. Dabei sind nach Bewertung von Konvergenzverhalten und Anpassungsgüte zwei hyperelastische Modelle ausgewählt worden, die ursprünglich für die Modellierung von Polyurethan-Schäumen entwickelt wurden. Beide Modelle (*Blatz-Ko*- bzw. *Ogden Hyperfoam*-Modell) eignen sich zur Beschreibung der Materialantwort, wobei sich das *Ogden Hyperfoam*-Modell als Erweiterung des *Blatz-Ko*-Modells durch die Möglichkeit der impliziten Wahl der Querkontraktion als das für den betrachteten Anwendungsfall bessere herausgestellt hat.



# Kapitel 10

## Ausblick

Die Kenntnis der Physik der Pulpe ebnet den Weg für die Durchführung von CFD-Simulationen des Anformvorgangs auch bei komplexeren Geometrien oder bei Einsatz von Unterdruck. Gelingt es, die Untersuchungen zur Porosität durch den Einsatz optischer Messtechnik dahingehend zu erweitern, dass die zeitaktuelle Dicke des angeformten Vlieses bekannt ist, könnten daraus, aufbauend auf den im Rahmen der Untersuchungen in Kapitel 6.2.1 entwickelten Ansätzen, weitere Kenntnisse über die Porositätsverteilung ermittelt werden. Diese könnten wiederum in die FE-Modellierung des Materialverhaltens im Sinne der Einführung einer kompositähnlichen Struktur einfließen, indem Schichten unterschiedlicher Festigkeiten und Dichten aufeinander gestapelt werden. Ein solcher Ansatz wäre z.B. in der Lage, das Ausbeulverhalten von Faserformproben bei parallel auf die Anformebene wirkenden Lasten korrekt vorherzusagen.

Das in Kapitel 6.2.2 mit Hilfe eines 3D-Scanners experimentell ermittelte Wissen kann in einem weiteren Schritt dazu dienen, die Hügelcharakteristik der Proben mit in die FE-Modellierung einfließen zu lassen und so die aus den unterschiedlichen lokalen Dicken resultierenden Inhomogenitäten der Spannungsverteilung abzubilden. Gekoppelt mit Kenntnissen über die Verteilung der Porosität in z-Richtung kann das Höhenprofil benutzt werden, um ein physikalisch motiviertes Modell der Dämpfungseigenschaften bei Druckbelastung auf die Anformebene zu entwickeln.

Die Untersuchungen zur Feuchtigkeitsaufnahme von Faserformproben können als Ausgangspunkt für die feuchtigkeitsabhängige Modellierung des Werkstoffverhaltens dienen, da mit dem beschriebenen optimalen Diffusionskoeffizienten die Vorhersage der Bauteilfeuchte in Abhängigkeit von Zeit und Zielklima möglich ist. Auf die Konsequenzen, die das Vorhandensein von Feuchtigkeit im Material auf das mechanische Verhalten besitzt, wird im weiteren Verlauf dieses Kapitels eingegangen.

Die entwickelte *Arcan*-Klemme könnte in einem nächsten Schritt derart optimiert werden, dass sie auch zur Realisation schnellerer Prüfgeschwindigkeiten benutzt werden kann, indem das

Gewicht der Klemmen deutlich reduziert wird. Denkbar wäre der Einsatz eines 3D-gedruckten Bauteils, welches lediglich metallische Aufnahmen für die Elektromagneten besitzt. Durch die Implementierung von anpassbaren Konstanten in die Algorithmen zur Bestimmung der mechanischen Kenngrößen ist ebenfalls eine Erweiterung der Erkennung über die Bandbreite der untersuchten Versuchstypen hinaus auch auf unterschiedliche Prüfgeschwindigkeiten möglich.

Die experimentellen Untersuchungen haben ergeben, dass aus Zellstoff nach dem Faserformverfahren hergestellte Proben eine Vielzahl von Besonderheiten aufweisen, die bei einer vollständigen Materialmodellierung inklusive aller auftretenden Effekte berücksichtigt werden müssen. Als vier wichtige Charakteristika des komplexen Materialverhaltens lassen sich zusätzlich zu den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten makroskopischen Modellierungsansätzen die folgenden Eigenschaften nennen:

- Induzierte Anisotropie,
- Zug-Druck-Anisotropie,
- dehnratenabhängige Effekte
- und hygrothermale Effekte.

Die durch Vorversuche verifizierte Annahme der initial vorhandenen transversalen Isotropie besitzt wegen der Fasernetzwerkstruktur nur begrenzte Gültigkeit. Es ist zu erwarten, dass plastische Verformungen bei Belastungen in der Anformebene, die z.B. durch eine Änderung der Faserorientierungsverteilung in den Proben entstehen, ebenfalls Einfluss auf die als isotrop angenommene Elastizität besitzen. Deswegen erscheint es sinnvoll, die anfänglich vorhandene, transversal isotrope Elastizität direkt als Spezialfall einer allgemeinen Orthotropie zu modellieren, bei der die Evolution der Richtungsabhängigkeit mit den plastischen Dehnungen gekoppelt ist. In jedem Fall erscheint eine Formulierung auf Basis großer Deformationen als notwendig und sinnvoll. Der zur Modellierung des Delaminationsverhaltens unter Zugbelastung in z-Richtung gewählte exponentielle Ansatz ist nicht in der Lage, das Werkstoffverhalten bei Scherbelastung abzubilden, was mitunter jedoch daran liegen kann, dass der Versuchsaufbau für reine Mode-II-Scherbelastung nicht interfacespezifische Kennwerte für ein Kohäsivzonenmodell liefert. In Relation zur Steifigkeit des Interfaces vor Eintritt der graduell fortschreitenden Schädigung ist die Steifigkeit des Faserformmaterials nicht hoch genug, so dass im Gegensatz zum Zugversuch die gemessenen Verschiebungen am Wegsensor nicht den realen Verschiebungen am Interface entsprechen. Dementsprechend ist vor Einsetzen der Delamination die Modellierung des elastisch-plastischen Materialverhaltens in den Probenhälften notwendig, wozu die im Kapitel 7.2.4 ermittelten Kennwerte und Untersuchungen zum Verfestigungsverhalten benutzt werden können. Insgesamt lassen die

bisher gewonnenen Erkenntnisse über das Werkstoffverhalten die Vermutung zu, dass das von Nygards in [Nyg09] auf Basis von [XBP02] für die Modellierung des elastisch-plastischen *out-of-plane* Materialverhaltens von Pappe angewandte Kontinuum-Interface-Modell auch auf die untersuchten Zellstoffproben übertragbar ist. Die Verknüpfung von zwei separaten Modellen für die Modellierung der Werkstoffeigenschaften in der Anformebene und aus der Ebene heraus erscheint auch im Bezug auf Faserformmaterialien sinnvoll. Die im Modell definierten Kopplungen der Scher- und Normaltraktionen an den Interfaces würden z.B. ermöglichen, eine durch Kompression in z-Richtung induzierte erhöhte Schertraktion abzubilden.

Im Hinblick auf den realen Einsatzzweck eines Formkörpers aus Zellstoff wird zu überlegen sein, ob die Berücksichtigung der Zug-Druck-Anisotropie benötigt wird. So werden Dämpfungselemente aus Faserformmaterialien, wie sie z.B. im Verpackungswesen von Elektronikkomponenten anzutreffen sind, in der Regel eher Druckbelastung in z-Richtung ausgesetzt sein. Das unterschiedliche Materialverhalten in Zug- und Druckrichtung führt außerdem zu Problemen bei der Betrachtung von Zug-Druck-Belastungszyklen (s. Kapitel 8.2). Die Ermittlung einer eindeutigen Fließgrenze nach vorheriger Druckbelastung ist nicht direkt einsichtig, so dass die Entscheidung, ob zusätzlich zur isotropen Verfestigung auch kinematische Verfestigung betrachtet werden muss, auf Basis der bisher durchgeführten Versuche nicht eindeutig zu treffen ist. Durch eine Erweiterung der Plastizität, die in der Lage ist, das unterschiedliche Zug- und Druckverhalten zu modellieren, könnte zudem die Eignung des Versagenskriteriums nach *Tsai-Wu* überprüft werden.

Bis jetzt außen vor gelassen sind die Einflüsse von Materialfeuchtigkeit und Umgebungstemperatur auf die Materialantworten bei unterschiedlichen Belastungsarten. Versuche am Fachgebiet Maschinenelemente haben dabei gezeigt, dass der weitaus größere Einfluss auf die Materialeigenschaften aus der Feuchtigkeit der Proben resultiert. Zudem ist die exakte Bestimmung der thermischen Dehnungen gerade auch wegen der zwangsläufig vorhandenen Kopplung mit den hygri-schen Dehnungen schwierig (vgl. [Mit16]). Die Einbringung der Feuchtigkeitsabhängigkeit in bestehende Modelle kann dabei entweder auf makroskopischer Ebene durch Ermittlung der mechanischen Kennwerte bei unterschiedlichen Bauteilfeuchten oder auf mikroskopischer Basis durch die Betrachtung der zu Grunde liegenden Diffusionsprozesse selbst geschehen. Hier kann auf die Ergebnisse in Kapitel 6.2.3 aufgebaut werden. Eine Erhöhung des Feuchtegehalts in den Proben wird mit einer allgemeinen Abnahme der Festigkeit einhergehen, da durch die Anwesenheit von Wasser die Wasserstoffbrückenbindungen der Fasern untereinander aufbrechen und zudem durch das Vorhandensein von Wasser in den Fasern selber die Flexibilität dieser derart erhöht wird, dass das mechanische Entknäulen einfacher voranschreiten kann. Des Weiteren kann die Dehnratenabhängigkeit des Materials über die bisher durchgeführten Kriech- und Spannungsrelaxationsversuche hinaus untersucht und im Anschluss modellierungstechnisch umgesetzt werden. Die bisher gewonnenen Erkennt-

nisse legen im viskoelastischen Teilbereich die Anwendung eines nicht-linear viskoelastischen Modells wie dem thermodynamisch motivierten Modell von Shapery (s. [Sor09, MRKA10] für Papier) nahe. Weiterhin sollte gerade im Hinblick auf das Ziel der FE-Modellierung von Crash-Versuchen eine dehnratenabhängige Betrachtung der Plastizität erfolgen. Auch hier ist zunächst in Versuchen der Einfluss der Dehnrates auf die plastischen Kenngrößen des Materials zu ermitteln. Im Anschluss daran kann die Auswahl eines geeigneten Modells (z.B. Perzyna / Cowper-Symonds [EHaSBW12]) erfolgen.

Abschließend sei noch einmal resümiert, dass alle durchgeführten Untersuchungen, mit Ausnahme der Versuche zur Viskoelastizität, mit genau einer definierten Probenart durchgeführt worden sind. In Anbetracht der Komplexität des Materialverhaltens und der trotz der Bemühung um Homogenisierung der erstellten Proben dennoch vorhandenen Werkstoffheterogenität erscheint die Fixierung auf einen Probentyp gerechtfertigt und sinnvoll. In einem zweiten Schritt, also nach ganzheitlicher Kenntnis über die zu Grunde liegenden Materialzusammenhänge, kann mit der Variation der Inhaltsstoffe und des Fertigungsprozesses begonnen werden. Es ist dabei davon auszugehen, dass eine Modifikation der verwendeten Faserart keine qualitative Änderung der zu Grunde liegenden Bindungsmechanismen bewirkt, so dass die bis dato getroffene Auswahl an Werkstoffmodellen mit abgewandelten Parametern auch in diesem Fall Anwendung finden kann. Durchaus anders kann sich in Abhängigkeit von Fasertypus und Herstellungsverfahren die initiale Werkstoffrheologie gestalten. Wie in Kapitel 6.2.1 skizziert, können Fasern mit höheren Aspekt-Verhältnissen beispielsweise zu anderen Orientierungsverteilungen in der Anformebene führen. Zudem können geometriebedingt in Abhängigkeit vom verwendeten Anformverfahren ebenfalls Änderungen an der initialen Faserausrichtung resultieren. Gelingt es, die induzierte Anisotropie bei den hier untersuchten Formkörpern in Abhängigkeit von der plastischen Verzerrung zu modellieren, kann der dann zwangsläufig mindestens orthotrope Ansatz ebenfalls zur Modellierung einer etwaig von Beginn an vorhandenen Anisotropie verwendet werden.

## Formel- und Abkürzungsverzeichnis

Bezeichnung	Beschreibung
$\alpha$	Signifikanzniveau
$\alpha_i$	Parameter des <i>Ogden Hyperfoam</i> -Modells
$A$	Fläche
$A_0$	Initiale Querschnittsfläche einer Probengeometrie
$A_{\text{Anformkasten}}$	Grundfläche des Anformgehäuses
$A_{\text{Sieb}}$	Fläche des von der Fasersuspension durchström- baren Siebes
$\mathcal{A}_i$	Abstand von $\mathcal{R}_i$ zu $\mathcal{M}_i$ (Eindringtiefenbestimmung)
$\mathcal{A}_{\text{Stat}}$	Auf Basis statistischer Methoden ermittelte Ausreißer
$\mathcal{A}_{\text{Versuch}}$	Im Rahmen von Beobachtungen während des Versuchs ermittelte Ausreißer
$\beta_i$	Parameter des <i>Ogden Hyperfoam</i> -Modells
$c$	Stoffdichte einer Suspension (Kapitel 6.2.1)
$c$	Lokale Feuchtigkeitskonzentration (Kapitel 6.2.3)
$c_0$	Initiale Feuchtigkeitskonzentration
$c_i$	Allgemeine Koeffizienten für Geraden bzw. Anpassungen
$c_v$	Variationskoeffizient
$c_\infty$	Feuchtigkeitskonzentration bei Sättigung
$\tilde{c}$	Ausbreitungsgeschwindigkeit einer Welle
$\bar{c}$	Durchschnittlicher Feuchtigkeitsgehalt einer Probe
$\bar{c}_{\text{Modell}}$	Berechneter theoretischer Feuchtigkeitsgehalt einer Probe
$C_g$	Kehrwert von $\omega_g$

Bezeichnung	Beschreibung
$C_n$	Kehrwert von $\omega_n$
$\mathcal{C}$	Dämpfungsmatrix
$\tilde{C}_g$	Produkt aus $C_g$ und $A_0$
$\tilde{C}_n$	Produkt aus $C_n$ und $A_0$
$\delta_0$	Verschiebung bei Beginn der Delamination
$\delta_c$	Verschiebung bei qualitativer Änderung des Delaminationsverhaltens
$\delta_n$	Verschiebung in Normalrichtung
$\delta_t$	Verschiebung in tangentialer Richtung
$\bar{\delta}_n$	Verschiebung in Normalrichtung, bei der die maximale Normalspannung erreicht wird (Delamination)
$\tilde{\delta}_t$	Verschiebung in tangentialer Richtung, bei der die maximale Scherspannung erreicht wird (Delamination)
$\bar{\delta}_t$	$\bar{\delta}_t = \sqrt{2} \cdot \tilde{\delta}_t$ (Delamination)
$d_{\text{eff}}$	Effektive Probendicke
$d_{\text{eff}}^{100}$	Effektive Probendicke bezogen auf $d_s$ in Prozent
$d_{\text{ein}}^{100}$	Eindringtiefe des Klebstoffs bezogen auf $d_s$ in Prozent
$d_{\text{klemme}}$	Abstand der ARCAN-Prüfklemmen im montierten Zustand
$d_{\text{Sieb}}$	Drahtdurchmesser des Filtriersiebs der Anformstation
$d_s$	Strukturelle Dicke bzw. mittlere Probendicke
$\bar{d}$	Mittlere Probendicke einer einzelnen Probe
$\bar{d}_F$	Mittlerer Faserdurchmesser
$\Delta F$	Maximale Streuung des Kraftsensors
$\Delta S$	Maximale Streuung des Wegsensors
$DIC$	Digitale Bildkorrelation (engl. <i>digital image correlation</i> )
$\epsilon^F$	Fließdehnung
$\epsilon^{\text{linear}}$	Linearer Anteil der Dehnung
$\epsilon^{\sigma_{\text{max}}}$	Dehnung bei maximaler Spannung $\sigma^{\text{max}}$
$\epsilon_0$	Im Relaxationsversuch initial angefahrte Dehnung

Bezeichnung	Beschreibung
$\epsilon_{cr}$	Kriechdehnung
$\epsilon_{xy}$	Scherdehnung in der Anformebene
$\dot{\epsilon}$	Dehnrate
$\dot{\epsilon}_{cr}$	Kriechdehnrate
$\eta$	Dynamische Viskosität
$\eta_L$	Dynamische Viskosität von Luft
$\eta_W$	Dynamische Viskosität von Wasser
$e_i$	Menge der Residuen von $Y_i$ und $\hat{Y}_i$
$E$	Elastizitätsmodul
$E(X)$	Erwartungswert der Zufallsvariablen $X$
$EAV$	Energieaufnahmevermögen
$E^{Re}$	Spannungsrelaxationsmodul
$E_{ABS}$	E-Modul des gedruckten ABS-Materials
$E_g$	E-Modul der geklebten Probe
$E_n$	E-Modul der ungeklebten Probe
$E_{Scan}$	Ebenengleichung zur Bestimmung des optischen Fehlers im 3D-Scan-Verfahren
$f(x)$	Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion einer Zufallsvariablen
$f_i$	Menge der wahren Fehler
$F^a$	Wirkende Kräfte
$F^r$	Reaktionskräfte
$F_{ij}$	Koeffizienten des Ellipsoids, welches bei Tsai-Hill die Versagensfläche beschreibt
$F_i$	$F_i = F_{ii}$ , s. $F_{ij}$
$F_{lim}$	Grenzkraft in Analogie zu $\sigma_{lim}$
$F_{max}$	Maximal zulässige Kraft, die auf die Kraftmessdose wirken kann
$\mathcal{F}_{ij}$	Deformationsgradient
$g$	Flächengewicht
$\gamma_{xy}$	Ingenieurscherdehnung, s. Scherdehnung $\epsilon_{xy}$
$\dot{\gamma}$	Scherrate (Viskositätsmessung)
$g_1$	Gerade, die das initiale Delaminationsverhalten beschreibt

Bezeichnung	Beschreibung
$g_2$	Analog zu $g_1$ diejenige Gerade, die das Delaminationsverhalten ab dem Wendepunkt beschreibt.
$G$	Schubmodul
$\Gamma(\epsilon)$	Abbildung, die einen Spannungs-Dehnungs-Zusammenhang beschreibt
$h(t)$	Höhe der Wassersäule im Anformkasten in Abhängigkeit von der Zeit
$h_{\text{ges}}$	Algorithmisch bestimmte Gesamthöhe bei der optischen Bestimmung der Eindringtiefe des Klebstoffs
$t_j$	Indizes der Nullstellen von $s_0(t)$ (Zerlegung der Hysterese-Versuche)
$IBS$	Stärke der internen Faserbindungen
$I_\alpha$	Konfidenzintervall zum Signifikanzniveau $\alpha$
$I_b$	Breite für die Spitzenwerterkennung (Zerlegung der Hysterese-Versuche)
$I_i$	Invarianten des Dehnungstensors ( $i \in 1, 2, 3$ )
$J$	Teilchenstromdichte
$J^{\text{Cr}}$	Kriechnachgiebigkeit
$\mathcal{J}$	Determinante von $\mathcal{F}_{ij}$
$\kappa$	Wärmeleitfähigkeit (s. Kapitel 6.2.3)
$K$	Permeabilität / Durchlässigkeit
$K_{\text{avg}}$	Geometrisches Mittel der Permeabilitäten $K_i$
$K_H$	Diffusionskoeffizient
$K_H^{\text{opt}}$	Statistisch ermittelter optimaler Diffusionskoeffizient für die untersuchten Proben
$K_i$	Endliche Menge bestehend aus Permeabilitäten $K_i$
$\lambda_i$	Hauptstreckverhältnisse des deviatorischen Anteils des Deformationsgradienten $\mathcal{F}_{ij}$
$l_0$	Einspannlänge
$l_F$	Faserlänge
$L$	Länge, über die ein Druckabfall bei der Durchströmung einer porösen Struktur erfolgt

Bezeichnung	Beschreibung
$\Lambda$	Oberflächenpotential im Needleman-Interface-Modell
$\mathcal{L}$	Steifigkeitsmatrix
$m$	Masse
$\Delta_n$	Quotient aus den Verschiebungen $\delta_n$ und $\bar{\delta}_n$ (Delamination)
$\Delta_t$	Quotient aus den Verschiebungen $\delta_t$ und $\bar{\delta}_t$ (Delamination)
$\Phi^{-1}$	Umkehrfunktion der Verteilungsfunktion der Standardnormalverteilung
$\Sigma$	Standardabweichung
$\text{sp}(A)$	Spur einer Matrix / eines Tensors $A$
$\mu$	Mittelwert
$\mu(X)$	Mittelwert der Zufallsvariablen $X$
$\mu_i$	Parameter des <i>Ogden Hyperfoam</i> -Modells
$\bar{\mu}$	Koeffizient im <i>Blatz-Ko</i> -Modell
$m_F$	Trockenmasse an Fasern für einen Anformvorgang
$m_W$	Masse an Wasser für einen Anformvorgang
$\dot{m}$	Massenstrom
$MS$	Versagenskriterium der maximalen Spannung
$\mathcal{M}$	Massenmatrix
$\mathcal{M}_i$	Menge der Mittelwerte von $\mathcal{R}_i$ (Eindringtiefenbestimmung)
$\nabla c$	Konzentrationsgradient
$\nu_{ij}$	Poissonzahl, $i, j \in x, y, z$
$\bar{\nu}_{xy}$	gemittelte Poissonzahl aller uniaxialen Zugversuche in der Anformebene
$\mathcal{N}$	Anhäufungszahl einer Fasersuspension
$\mathcal{N}(\mu; \Sigma^2)$	Dichtefunktion der Normalverteilung mit Mittelwert $\mu$ und Standardabweichung $\Sigma$
$\mathcal{N}^{\text{gel}}$	Kolloid-Anhäufungszahl
$\omega_g$	Nachgiebigkeit einer geklebten Probe
$\omega_i^{\text{max}}$	Folge der lokalen Maxima (Zerlegung der Hysterese-Versuche)

Bezeichnung	Beschreibung
$\omega_i^{\min}$	Folge der lokalen Minima (Zerlegung der Hysterese-Versuche)
$\omega_n$	Nachgiebigkeit einer ungeklebten Probe
$\omega_{\text{Rest}}$	Summe der Nachgiebigkeiten von Klebstoff, Klemmen und von Klebstoff durchtränktem Teil der Probe
$p$	Druck
$\phi$	Volumenanteil einer Suspension
$\varphi$	Relative Luftfeuchtigkeit
$\tilde{\phi}$	Porosität des Fasernetzwerkes
$p_i$	Abzählbare Menge von Wahrscheinlichkeiten
$P(\epsilon)$	Approximationspolynom zur Modulbestimmung
$P_i$	Menge der Proben einer Versuchsreihe
$P_{\text{Scan}}$	Per 3D-Scanner digitalisierte Punktwolke
$q_{\text{cod}}$	Quartilsdispersionskoeffizient
$Q(t)$	Funktion, die im viskoelastischen Versuch die Zeitabhängigkeit des Prozesses beschreibt
$\rho_F$	Dichte einer Faser
$\rho_L$	Dichte von Luft
$\rho_W$	Dichte von Wasser
$r_F$	Aspektverhältnis der Faser
$RBA$	Anteil der Faseroberflächen, die in Bindung zu anderen Fasern stehen
$Re$	Reynoldszahl
$Re_{\text{dSieb}}$	Reynoldszahl des Siebes
$Re_{\text{dF}}^-$	Reynoldszahl der Faser
$RMSE$	Wurzel aus der mittleren quadratischen Abweichung
$R^2$	Bestimmtheitsmaß
$R_{\text{adj}}^2$	Angepasstes Bestimmtheitsmaß
$R_0$	Parameter im Voce-Modell, der den linearen Teil beschreibt
$R_\infty$	Parameter im Voce-Modell, der den exponentiellen Teil beschreibt

Bezeichnung	Beschreibung
$R_b$	Parameter im Voce-Modell, der den Übergang zwischen exponentiellem Anteil und Sättigungsgerade beschreibt
$R_{ij}$	Quotient aus Fließspannung bei Belastung in $ij$ -Richtung und Referenzfließspannung $\tilde{\sigma}^F$ ( $i, j \in x, y, z$ )
$R_s$	Spezifische Gaskonstante der Luft
$R_z$	gemittelte Rautiefe
$\mathcal{R}_i$	Menge der mittleren, quadratischen Fehler (Eindringtiefenbestimmung)
$s$	Aufgenommener Weg des Wegsensors
$\sigma^F$	Fließspannung
$\sigma_0^F$	initiale Fließgrenze bei einem Hysterese-Versuch
$\sigma^{\max}$	Maximale Spannung
$\sigma_{i,j}^{\max}$	Bruchspannung bei $j$ -Belastung in $i$ -Richtung mit $j \in$ Zug, Druck und $i \in x, y, z$
$\sigma_0$	Im Kriechversuch initial angefahrne Spannung
$\sigma_{\text{eff}}$	Effektive Spannung im Sinne einer Fließregel
$\sigma_{\text{lim}}$	Grenzspannung zur Ermittlung der Eindringtiefe
$\tilde{\sigma}^F$	Referenzfließspannung bei Hill'scher Fließbedingung
$s_0(t)$	Differenz aus Wegsignal $s$ und Potenzanpassung $\xi(t)$ (Zerlegung der Hysterese-Versuche)
$SBS$	Spezifische Verbundfestigkeit
$SCS$	Kohäsionsfestigkeit unter interlaminarer Scherbelastung
$TH$	Tsai-Hill-Versagenskriterium
$TSI$	Zugsteifigkeitsindex
$T_j$	Endliche Anzahl von Teilintervallen zur Definition des Histogramms
$T_n$	Normaltraktion am Interface (Delamination)
$T_{rF}$	Periodendauer eines Jeffrey-Orbits
$T_t$	Schertraktion am Interface (Delamination)
$v_F$	Filtriergeschwindigkeit der Suspension
$v_{\text{pruef}}$	Initiale Prüfgeschwindigkeit eines Versuchs

Bezeichnung	Beschreibung
$v_S$	Setzgeschwindigkeit der Faser in der Suspension
$V$	Volumen
$V_{FS}$	Volumen der Fasersuspension für einen Anformvorgang
$V_F$	Volumen an Fasern für einen Anformvorgang
$V_W$	Volumen an Wasser für einen Anformvorgang
$\dot{V}$	Volumenstrom
$\xi(t)$	Potenzfunktion (Zerlegung der Hysterese-Versuche)
$X$	Reellwertige, statistische Zufallsvariable
$y_b$	Höhe des Freifall-Gebiets nach [Bel08]
$Y$	Endliche Menge bestehend aus Beobachtungen $Y_i$
$Y_i$	Beobachtung / Messwert
$\bar{Y}$	Arithmetischer Mittelwert der Menge von Beobachtungen $Y$
$\hat{Y}_i$	Modellwerte von $Y$
$\zeta_1$	Konstanter Faktor (Eindringtiefenbestimmung)
$\zeta_2$	Skalierungsfaktor für das Intervall zur Modulbestimmung
$z_i$	Endliche Ordnungsstatistik
$ZDTE$	Aufnehmbare Energie pro Flächeneinheit bis zum Bruch unter Zugbelastung in z-Richtung
$ZDTS$	s. $\sigma^{\max}$ für Zugbelastung in z-Richtung

## Literaturverzeichnis

- [AHV78]     ARCAN, M., Z. HASHIN und A. VOLOSHIN: *A Method to Produce Uniform Plane-stress States with Applications to Fiber-reinforced Materials*. Experimental Mechanics, 18(4):141–146, April 1978.
- [Alf10]     ALFTHAN, JOHAN: *Experimental study of non-linear stress relaxation and creep of paper materials and the relation between the two types of experiments*. Nordic Pulp and Paper Research Journal, 25(3):351–357, 2010.
- [AMG<sup>+</sup>07]   ADAMS, DANIEL O., JOSEPH M. MORIARTY, GALLEGOS, ADAM M. und DONALD F. ADAMS: *The V-Notched Rail Shear Test*. Journal of Composite Materials, 41:281–297, Januar 2007.
- [And07]     ANDERSON, MARY P: *Introducing groundwater physics*. Physics today, 60(5):42–47, 2007.
- [ANS13]     ANSYS: *ANSYS Mechanical APDL Theory Reference*. ANSYS, Inc., 275 Technology Drive, Release 15.0 Auflage, 11 2013.
- [Baa06]     BAAR, ALEXANDER: *Modellierung der Werkstoffeigenschaften von Papierfaserprodukten als Grundlage für deren konstruktive Gestaltung*. Doktorarbeit, Technische Universität Dortmund, Fachgebiet Maschinenelemente, Dortmund, 2006.
- [Bas11]     BASAN, RICARDO: *Untersuchung der intralaminaren Schubeigenschaften von Faserverbundwerkstoffen mit Epoxidharzmatrix unter Berücksichtigung nichtlinearer Effekte*. Doktorarbeit, Technischen Universität Berlin, Berlin, 2011.
- [BBH81]     BAUM, G. A., D. C. BRENNAN und C. C. HABEGER: *Orthotropic elastic constants of paper*. Tappi Journal, 64(8):97–101, 1981.
- [Bel08]     BELLANI, GABRIELE: *Velocity measurements in a fiber suspension flow: formation of a fiber network*. Doktorarbeit, Royal Institute of Technology, KTH, Stockholm, Sweden, 2008.

- [BK62] BLATZ, PAUL J. und WILLIAM L. KO: *Application of Finite Elastic Theory to the Deformation of Rubbery Materials*. Transactions of The Society of Rheology, 6(1):223–252, 1962.
- [Ble13] BLECHSCHMIDT, J.: *Papierverarbeitungstechnik*. Carl Hanser Verlag GmbH & Company KG, 2013.
- [Bur16] BURKINSHAW, STEPHEN M.: *The Role of Water in Aqueous Dyeing*, Seiten 81–152. John Wiley & Sons, Ltd, 2016.
- [BVM03] BOEHLER, WOLFGANG, M BORDAS VICENT und ANDREAS MARBS: *Investigating laser scanner accuracy*. The International Archives of Photogrammetry, Remote Sensing and Spatial Information Sciences, 34(Part 5):696–701, 2003.
- [Chi06] CHICONE, C.: *Ordinary Differential Equations with Applications*. Texts in Applied Mathematics. Springer New York, 2006.
- [CKZS00] CLAGUE, DS, BD KANDHAI, R ZHANG und PETER MA SLOOT: *Hydraulic permeability of (un) bounded fibrous media using the lattice Boltzmann method*. Physical Review E, 61(1):616, 2000.
- [Coh88] COHEN, JACOB: *Statistical power analysis for the behavioral sciences*. Hillsdale, N.J. : L. Erlbaum Associates, 1988.
- [COS03] CASTRO, JAIME und MARTIN OSTOJA-STARZEWSKI: *Elasto-plasticity of paper*. International Journal of Plasticity, 19:2083–2098, February 2003.
- [Cra62] CRAVEN, B.D.: *Stress relaxation and work hardening in paper*. In: *Appita*, Band 16, Seiten 57–69, 1962.
- [DCdM01] DAVILA, CARLOS G., PEDRO P. CAMANHO und MARCELO F. DE MOURA: *Mixed-Mode Decohesion Elements for Analyses of Progressive Delamination*. In: *Proceedings of the 42nd AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference*, Seiten 16–19, 2001.
- [DCF80] DERUVO, A., L. CARLSSON und C. FELLERS: *The biaxial strength of paper*. Tappi, 63(5):133–136, 1980.
- [DK96] DROZDOV, A. D. und A. L. KALAMKAROV: *A constitutive model for nonlinear viscoelastic behavior of polymers*. Polymer Engineering & Science, 36(14):1907–1919, 1996.
- [DKHB11] DERAKHSHANDEH, B., R.J. KEREKES, S.G. HATZIKIRIAKOS und C.P.J. BENNINGTON: *Rheology of pulp fibre suspensions: A critical review*. Chemical Engineering Science, 66(15):3460 – 3470, 2011.

- [Dro97] DROZDOV, ALEKSEY D.: *A constitutive model for nonlinear viscoelastic media*. International Journal of Solids and Structures, 34(21):2685 – 2707, 1997.
- [Dro98] DROZDOV: *Mechanics of Viscoelastic Solids*. Pure and Applied Mathematics: A Wiley-Interscience Series of Texts, Monographs and Tracts. Wiley, 1998.
- [Dun00] DUNN, H.M.: *Micromechanics of paperboard deformation*. Diplomarbeit, Massachusetts Institute of Technology, 2000.
- [EAM10] ERHARD, KLAUS, TIEMO ARNDT und FRANK MILETZKY: *Einsparung von Prozesseigenschaften und Steuerung von Papiereigenschaften durch gezielte chemische Fasermodifizierung*. European Journal of Wood and Wood Products, 68(3):271–280, 2010.
- [EHaSBW12] ENGQVIST, JONAS, PER HÅRD AF SEGERSTAD, BIRGER BRING und MATHIAS WALLIN: *A visco-elastic model for high-density cellulose insulation materials*, 2012.
- [Ehr84] EHRNROOTH, ELSA M. L.: *Change in Pulp Fibre Density With Acid-Chlorite Delignification*. Journal of Wood Chemistry and Technology, 4(1):91–109, 1984.
- [Ehr92] EHRHARDT, DIETMAR: *Verstärkertechnik*. Vieweg+Teubner Verlag, 1992.
- [EM94] EAGLETON, DANNY G. und JORGE A. MARCONDES: *Cushioning properties of moulded pulp*. Packaging Technology and Science, 7(2):65–72, 1994.
- [Erb04] ERBREICH, MARKUS: *Die Aufbereitung und Wiederverwendung von Altholz zur Herstellung von Mitteldichten Faserplatten (MDF)*. Doktorarbeit, Universität Hamburg, 2004.
- [FBOJ07] FESTUCCI-BUSELLI, REGINALDO A., WAGNER C. OTONI und CHANDRASHEKHAR P. JOSHI: *Structure, organization, and functions of cellulose synthase complexes in higher plants*. Brazilian Journal of Plant Physiology, 19:1–13, 2007.
- [FGL87] FAN, LIANG-TSENG, MAHENDRAMORESHWAR GHARPURAY und YONG-HYUN LEE: *Nature of Cellulosic Material*. In: *Cellulose Hydrolysis*, Band 3 der Reihe *Biotechnology Monographs*, Seiten 5–20. Springer Berlin Heidelberg, 1987.
- [FKPT12] FAHRMEIR, L., R. KÜNSTLER, I. PIGEOT und G. TUTZ: *Statistik: Der Weg zur Datenanalyse*. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, 2012.
- [Fra04] FRANCIS, A.: *Business Mathematics and Statistics*. Thomson Learning, 2004.

- [FW83] FENDEL, D. und G. WEGENER: *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*. Walter de Gruyter, 1983.
- [GBHK03] GURAV, S. P., A. BEREZNITSKI, A. HEIDWEILLER und P. V. KANDACHAR: *Mechanical properties of paper-pulp packaging*. Composites Science and Technology, 63(9):1325–1334, 2003.
- [GGS95] GÖRKE, U.-J., H. GÜNTHER und A. SCHÖPFEL: *Auswahl von Materialgesetzen und Parameteridentifikation für nichtlinear-elastische Werkstoffe*. Materialwissenschaften und Werkstofftechnik, 26:459–467, 1995.
- [Göt90] GÖTTSCHING, LOTHAR: *Papier in unserer Welt*. Econ-Verlag, Düsseldorf, 1990.
- [GRMB10] GUIDI, GABRIELE, MICHELE RUSSO, GRAZIA MAGRASSI und MONICA BORDIGNI: *Performance evaluation of triangulation based range sensors*. Sensors, 10(8):7192–7215, 2010.
- [Gru11] GRUBER, E.: *Grundlagen der Zellstofftechnologie*. Vorlesungsskriptum zum Lehrgang "Papiertechnik", 03 2011.
- [Gum78] GUMMERT, P.: *Materialgesetze des Kriechens und der Relaxation*. VDI-Verlag, 1978.
- [GX10] GENG, DONG WEI und WEN CAI XU: *Study on Method of Simulating Dynamic Cushioning Performance of Molded Pulp Packaging Pad*. Advanced Materials Research, 174:510–512, 2010.
- [HBC<sup>+</sup>15] HANEY, S.A., D. BOWMAN, A. CHAKRAVARTY, C. SHAMU und A. DAVIES: *An Introduction To High Content Screening: Imaging Technology, Assay Development, and Data Analysis in Biology and Drug Discovery*. Wiley, 2015.
- [HG99] HERZHAFT, B. und E. GUAZELLI: *Experimental study of the sedimentation of dilute and semi-dilute suspensions of fibres*. Journal of Fluid Mechanics, 384:133–158, 4 1999.
- [HHS06] HOFSTETTER, KARIN, BARBARA HINTERSTOISSER und LENNART SALMÉN: *Moisture uptake in native cellulose – the roles of different hydrogen bonds: a dynamic FT-IR study using Deuterium exchange*. Cellulose, 13(2):131–145, 2006.
- [HI68] HAMILTON, W.C. und J.A. IBERS: *Hydrogen bonding in solids: methods of molecular structure determination*. Frontiers in chemistry. W. A. Benjamin, 1968.

- [HI06] HÄGGLUND, R. und P. ISAKSSON: *Analysis of localized failure in low-basis-weight paper*. International Journal of Solids and Structures, 43(18-19):5581 – 5592, 2006.
- [Hil48] HILL, R.: *A Theory of the Yielding and Plastic Flow of Anisotropic Metals*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 193(1033):pp. 281–297, 1948.
- [HL97] HUNG, S.C. und K.M. LIECHTI: *An evaluation of the arcan specimen for determining the shear moduli of fiber-reinforced composites*. Experimental Mechanics, 37(4):460–468, 1997.
- [HMB79] HABEGER, C.C., R.W. MANN und G.A. BAUM: *Ultrasonic plate waves in paper*. Ultrasonics, 17(2):57 – 62, 1979.
- [HNiMO92] HIETA, KAORU, HIROKI NANKO, SHUN ICHIRO MUKOYOSHI und JUNJI OHSAWA: *Method for quantitative evaluation of fiber bonding*. JAPAN TAPPI JOURNAL, 46(11):1429–1437, 1992.
- [Hof00] HOFFMANN, JOHN: *Compression and cushioning characteristics of moulded pulp packaging*. Packaging Technology and Science, 13(5):211–220, 2000.
- [Hol02] HOLDICH, R.: *Fundamentals of Particle Technology*. Midland Information Technology and Publishing, 2002.
- [Hol05] HOLM, RICHARD: *Fluid mechanics of fibre suspensions related to papermaking*. KTH, Stockholm, 2005.
- [HR14] HARILAL, R. und M. RAMJI: *Adaption of Open Source 2D DIC Software Ncorr for Solid Mechanics Applications*. In: *9th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics, New Delhi, India*, 2014.
- [HT80] HAHN, HONG T und STEPHEN W TSAI: *Introduction to composite materials*, Band 1. CRC Press, 1980.
- [Hu02] HU, T.Q.: *Chemical Modification, Properties and Usage of Lignin*. Springer Science & Business Media, 2002.
- [IGK06] ISAKSSON, P., P.A. GRADIN und A. KULACHENKO: *The onset and progression of damage in isotropic paper sheets*. International Journal of Solids and Structures, 43(3-4):713 – 726, 2006.

- [IHG04] ISAKSSON, P., R. HÄGGLUND und P. GRADIN: *Continuum damage mechanics applied to paper*. International Journal of Solids and Structures, 41(16-17):4731 – 4755, 2004.
- [IKS<sup>+</sup>06] I'ANSON, SJ, A KARADEMIR, WW SAMPSON et al.: *Specific contact area and the tensile strength of paper*. Appita journal, 59(4):297, 2006.
- [Ima08a] IMAOKA, S.: *Hill's Potential*, 8 2008.
- [Ima08b] IMAOKA, SHELDON: *Chaboche Nonlinear Kinematic Hardening Model*, 05 2008.
- [Ios67] IOSIPESCU, N.: *New Accurate Procedure for Single Shear Testing of Metals*. Journal of Materials, 2:537–566, 1967.
- [JBBSN14] JAYAPRAKASH, A., G. BALAJI, S. BALA SUBRAMANIAN und N. NAVEEN: *Studies on electromagnetic engine*. International Journal of Development Research, 4:519–524, 2014.
- [Jef22] JEFFERY, G. B.: *The Motion of Ellipsoidal Particles Immersed in a Viscous Fluid*. Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 102(715):161–179, 1922.
- [JU84] JOHNSON, M. W. und T. J. URBANIK: *A Nonlinear Theory for Elastic Plates With Application to Characterizing Paper Properties*. J. Appl. Mech., 51(1):146–152, 1984.
- [JW10] JI, HONG WEI und HUAI WEN WANG: *Short Span Compressive Stress-Strain Relation and Model of Molded Pulp Material*. Key Engineering Materials, 450:202–205, 2010.
- [K<sup>+</sup>11] KARLSSON, HAKAN et al.: *Online standardized measurements of pulp and stock quality*. In: *65th Appita Annual Conference and Exhibition, Rotorua New Zealand 10-13 April 2011: Conference Technical Papers*, Seite 251. Appita Inc., 2011.
- [Kai00] KAISER, A.: *Systematische Untersuchungen zum Faserformverfahren und Erarbeitung von Ansätzen zur konstruktiven Optimierung*. Diplomarbeit, Universität Dortmund, 2000.
- [Kat04] KATWAL, S.: *The State of the Art of Range Imaging as of 2004*, Spring 2004.
- [KB93] KARAFILLIS, A.P. und M.C. BOYCE: *A general anisotropic yield criterion using bounds and a transformation weighting tensor*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 41(12):1859 – 1886, 1993.

- [Kel15] KELLY, PIARAS: *Solid Mechanics*, 04 2015.
- [KK95] KOUBAA, AHMED und ZOLTAN KORAN: *Measure of the internal bond strength of paper/board*. Tappi Journal, 78(3):103–112, 1995.
- [KKH<sup>+</sup>98] KOPONEN, A, D KANDHAI, E HELLEN, M ALAVA, A HOEKSTRA, M KATAJA, K NISKANEN, P SLOOT und J TIMONEN: *Permeability of three-dimensional random fiber webs*. Physical Review Letters, 80(4):716, 1998.
- [Köl04] KÖLLN, K.: *Morphologie und mechanische Eigenschaften von Zellulosefasern: Untersuchungen mit Röntgen- und Neutronenstreuung*. Doktorarbeit, Universität Kiel, 2004.
- [Krä93] KRÄSSIG, H.A.: *Polymer Monographs. Bd. 11: Cellulose: Structure, Accessibility and Reactivity*. Yverdon : Gordon and Breach Science Publishers, 1993.
- [Lak98] LAKES, R.S.: *Viscoelastic Solids*. Mechanical and Aerospace Engineering Series. Taylor & Francis, 1998.
- [Lei01] LEIPNER, HEIKE: *Salzhydratschmelzen als Lösemedien für Cellulose und Cellosesederivate*. Doktorarbeit, TU Bergakademie Freiberg, 2001.
- [LF07] LINDBLAD, GUNNAR und THOMAS FÜRST: *The Ultrasonic Measuring Technology on Paper and Board*. Lorentzen & Wettre, 2007.
- [Lin06] LINDGREN, KRISTIAN: *Modelling compression of fiber suspension in 1-D pressing*. Diplomarbeit, Lulea University of Technology, 2006.
- [LYZJ11] LI, QIZHEN, QIN YU, JIXI ZHANG und YANYAO JIANG: *Microstructure and deformation mechanism of Mg6Al1ZnA alloy experienced tension compression cyclic loading*. Scripta Materialia, 64(3):233 – 236, 2011.
- [MA01] MWAIKAMBO, L.Y. und M.P. ANSELL: *The determination of porosity and cellulose content of plant fibers by density methods*. Journal of Materials Science Letters, 20(23):2095–2096, 2001.
- [Mal88] MALLICK, PK: *Effects of hole stress concentration and its mitigation on the tensile strength of sheet moulding compound (SMC-R50) composites*. Composites, 19(4):283–287, 1988.
- [Man79] MANN, R.W.: *Elastic Wave Propagation in Paper*. Doktorarbeit, The Institute of Paper Chemistry, 1979.

- [MBGK93] MARTON, R., A. BROWN, S. GRANZOW und R. KOEPPICUS: *Recycling and fiber structure*. In: *Prog. Paper Recycl.* 2, Seiten 58–70, 1993.
- [MBH80] MANN, R.W., G. A. BAUM und C. C. HABEGER: *Determination of all Nine Orthotropic Elastic Constants for Machine-Made Paper*. TAPPI, 63(2):163–166, 1980.
- [Mel08] MELIN, NIKLAS: *The modified Iosipescu shear test for orthotropic materials [Elektronisk resurs]*. Doktorarbeit, Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden, Stockholm, 2008.
- [MGW63] MCKEE, RC, JW GANDER und JR WACHUTA: *Compression strength formula for corrugated boxes*. Paperboard Packaging, 48(8):149–159, 1963.
- [Mil06] MILLS, NJ: *Finite element models for the viscoelasticity of open-cell polyurethane foam*. Cellular polymers, 25(5):293–316, 2006.
- [Mis13] MISES, R. v.: *Mechanik der festen Körper im plastisch-deformablen Zustand*. Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-Physikalische Klasse, 1913:582–592, 1913.
- [Mit16] MITTENDORF, R.M.: *Entwicklung einer Richtlinie für die Auslegung von Direktschraubverbindungen in Vulkanfiber*. Doktorarbeit, TU Dortmund, 2016.
- [MÖ03] MÄKELÄ, PETRI und SÖREN ÖSTLUND: *Orthotropic elastic-plastic material model for paper materials*. International Journal of Solids and Structures, 40(21):5599–5620, Oktober 2003.
- [Moo40] MOONEY, M: *A theory of large elastic deformation*. Journal of applied physics, 11(9):582–592, 1940.
- [MRKA10] MUSTALAHTI, MIKA, JARI ROSTI, JUHA KOIVISTO und MIKKO J. ALAVA: *Relaxation of creep strain in paper*. Journal of Statistical Mechanics: Theory and Experiment, 2010:1–19, 2010.
- [MSW04] MA, X., A.K. SOH und B. WANG: *A design database for moulded pulp packaging structure*. Packaging Technology and Science, 17(4):193–204, 2004.
- [NKNW96] NETER, JOHN, MICHAEL H KUTNER, CHRISTOPHER J NACHTSHEIM und WILLIAM WASSERMAN: *Applied linear statistical models*, Band 4. Irwin Chicago, 1996.

- [NLS09] NABOVATI, AYDIN, EDWARD W. LLEWELLIN und ANTONIO C.M. SOUSA: *A general model for the permeability of fibrous porous media based on fluid flow simulations using the lattice Boltzmann method*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 40:860 – 869, 2009.
- [Nor62] NORRIS, C.B.: *Strength of orthotropic materials subjected to combined stresses*. Technischer Bericht 1816, United States Department of Agriculture, 1962.
- [Nyg08] NYGARDS, M.: *Experimental techniques for characterization of elastic-plastic material properties in paperboard*. In: *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, Band 1, Seiten 432–437, 2008.
- [Nyg09] NYGARDS, M.: *Modelling the out-of-plane behaviour of paperboard*. In: *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, Band 1, Seiten 72–76, 2009.
- [Ogd72] OGDEN, RW: *Large deformation isotropic elasticity-on the correlation of theory and experiment for incompressible rubberlike solids*. Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences, 326(1567):565–584, 1972.
- [OR05] OTTOSEN, NIELS SAABYE und MATTI RISTINMAA: *The mechanics of constitutive modeling*. Elsevier, 2005.
- [O’S97] O’SULLIVAN, A.: *Cellulose: the structure slowly unravels*. Cellulose, 4(3):173–207, 1997.
- [P+13] PENTTILÄ, PAAVO et al.: *Structural characterization of cellulosic materials using x-ray and neutron scattering*. Doktorarbeit, University of Helsinki, 2013.
- [Pag69] PAGE, D. H.: *A theory for the tensile strength of paper*. Tappi Journal, 52:674–681, 1969.
- [PE70] PUPPO, A. H. und H. A. EVENSEN: *Interlaminar Shear in Laminated Composites Under Generalized Plane Stress*. Journal of Composite Materials, 4:204–220, 1970.
- [Pet99] PETRIE, CHRISTOPHER J.S.: *The rheology of fibre suspensions*. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 87:369 – 402, 1999.
- [PG89] PAETOW, R. und L. GÖTTSCHING: *Papier als berechenbarer Werkstoff*. Das Papier, 43(7):323–332, 1989.
- [PJR84] PECHT, MICHAEL, MILLARD W. JR. JOHNSON und ROBERT E. ROWLANDS: *Constitutive equations for the creep of paper*. Tappi Journal, 67(5):106–108, 1984.

- [PZ97] PAN, NING und XIAOSHAN ZHANG: *Shear strength of fibrous sheets: An experimental investigation*. Textile research journal, 67(8):593–600, 1997.
- [Ran82] RANCE, H. F.: *Handbook of Paper Science*. Elsevier, 1982.
- [Ras13] RASI, MARKO: *Permeability properties of paper materials*. Doktorarbeit, University of Jyväskylä, 2013.
- [Rey08] REYIER, SOFIA: *Bonding ability distribution of fibers in mechanical pulp furnishes*. Doktorarbeit, Mid Sweden University, 2008.
- [Riv48] RIVLIN, R. S.: *Large Elastic Deformations of Isotropic Materials. IV. Further Developments of the General Theory*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 241(835):379–397, 1948.
- [RLTF99] REITERER, A., H. LICHTENEGGER, S. TSCHEGG und P. FRATZL: *Experimental evidence for a mechanical function of the cellulose microfibril angle in wood cell walls*. Philosophical Magazine, Part A, 79:2173–2184, 1999.
- [RO43] RAMBERG, WALTER und WILLIAM R OSGOOD: *Description of stress-strain curves by three parameters*. NAVA Technical Note, 902:1–29, 1943.
- [Roy82] ROYSTON, J. P.: *Algorithm AS 177: Expected Normal Order Statistics (Exact and Approximate)*. Journal of the Royal Statistical Society. Series C (Applied Statistics), 31(2):pp. 161–165, 1982.
- [RP63] ROGERS, T.G. und A..C. PIPKIN: *Asymmetric relaxation and compliance matrices in linear viscoelasticity*. Zeitschrift für angewandte Mathematik und Physik ZAMP, 14(4):334–343, 1963.
- [RR13] RINALDI, ROBERTO und JENNIVER NICOLE REECE: *Solution-based Deconstruction of (Ligno)-Cellulose*. In: Behrens, Malte and Abhaya Datye (eds.) *Catalysis for the Conversion of Biomass and Its Derivatives*. Max Planck Research Library for the History and Development of Knowledge, Proceedings 2. Berlin: Edition Open Access, Berlin, 2013.
- [Sch12] SCHÄFER, TIMM: *Untersuchungen des Feuchtegehalts von Faserformproben bei unterschiedlichen Klimabedingungen und dessen zeitlicher Verlauf*. Fachgebiet Maschinenelemente, 2012, 2012.
- [Sei02] SEIER, EDITH: *Comparison of tests for univariate normality*. Interstat, 1:1–17, 2002.

- [SFs01a] STENBERG, N., C. FELLERS und S. ÖSTLUND: *Measuring the Stress-Strain Properties of Paperboard in the Thickness Direction*. Tappi Journal, 27(6):213–221, Juni 2001.
- [SFs01b] STENBERG, N., C. FELLERS und S. ÖSTLUND: *Plasticity in the thickness direction of paperboard under combined shear and normal loading*. Journal of engineering materials and technology, 132(2):184–190, April 2001.
- [SG91] SCHAFFRATH, H.-J. und L. GÖTTSCHING: *The behaviour of paper under compression in z-direction*. In: *International paper physics conference*, Seiten 489–510, 1991.
- [Six08] SIXTA, H.: *Handbook of Pulp*. Wil, 2008.
- [SMKD95] SAMPSON, WW, J McALPIN, HW KROPHOLLER und CTJ DODSON: *Hydrodynamic smoothing in the sheet forming process*. Journal of pulp and paper science, 21(12):J422–J426, 1995.
- [Sor09] SORVARI, J.: *Modelling Method for Viscoelastic Constitutive Modelling of Paper*. Doktorarbeit, University of Kuopio, 2009.
- [SRJG85] SUHLING, J.C., R.E. ROWLANDS, M.W. JOHNSON und D.E. GUNDERSON: *Tensorial strength analysis of paperboard*. Experimental Mechanics, 25(1):75–84, 1985.
- [Ste02] STENBERG, N.: *On the Out-of-plane Mechanical Behaviour of Paper Materials*. Royal Inst. of Technology, 2002.
- [SW65] SHAPIRO, S. S. und M. B. WILK: *An analysis of variance test for normality (complete samples)*. Biometrika, 52(3-4):591–611, 1965.
- [TR07] TWEDE, D. und W RENEE: *The history of molded fiber packaging: a 205h century pulp story*. In: *International Assication of Packaging Research Institutes*, 2007.
- [Tre64] TRESKA, H.É.: *Mémoire sur l'écoulement des corps solides soumis à de fortes pressions*. Gauthier-Villars, 1864.
- [TW71] TSAI, STEPHEN W und EDWARD M WU: *A general theory of strength for anisotropic materials*. Journal of composite materials, 5(1):58–80, 1971.
- [UKR80] UESAKA, T., MURAKAMI K. und IMAMURA R.: *Two-Dimensional Linear Viscoelasticity of Paper*. Wood Science Technology, 14:131–142, November 1980.

- [Wei00] WEIGERT, JOHANN: *Untersuchungen zur chemischen Modifizierung von Zellstoff zur Verminderung der Verhornungsneigung sowie zu den sich daraus ergebenden papiertechnologischen Eigenschaften*. Doktorarbeit, TU Darmstadt, April 2000.
- [WGL11] WANG, H. T., Y. F. GUO und G. L. LUO: *Mechanical Properties of Molded Pulp Pallet*. Applied Mechanics and Materials, 121:216–220, 10 2011.
- [Wil02] WILLMS, ULRIKE: *Beanspruchungsgerechte Gestaltung von Faserformprodukten am Beispiel einer Unterarmorthese*. Doktorarbeit, Technische Universität Dortmund, Fachgebiet Maschinenelemente, Dortmund, 2002.
- [WL14] WANG, ZHI-WEI und XIAO-FEI LI: *Effect of strain rate on cushioning properties of molded pulp products*. Materials & Design, 57(0):598 – 607, 2014.
- [Wol04] WOLFF, E.G.: *Introduction to the Dimensional Stability of Composite Materials*. DEStech Publicaitons, Incorporated, 2004.
- [WP+61] WARREN, JE, HS PRICE et al.: *Flow in heterogeneous porous media*. Society of Petroleum Engineers Journal, 1(03):153–169, 1961.
- [XBP02] XIA, QINGXI S., MARY C. BOYCE und DAVID M. PARKS: *A constitutive model for the anisotropic elastic-plastic deformation of paper and paperboard*. International Journal of Solids and Structures, 39(15):4053–4071, July 2002.
- [Xia02] XIA, QINGXI: *Mechanics of inelastic deformation and delamination in paperboard*. Doktorarbeit, Massachusetts Institute of Technology, 2002.
- [XN94] XU, X.-P. und A. NEEDLEMAN: *Numerical simulations of fast crack growth in brittle solids*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 42(9):1397 – 1434, 1994.
- [XOMP09] XAVIER, JOSE, MARCELO OLIVEIRA, JOSE MORAIS und TIAGO PINTO: *Measurement of the shear properties of clear wood by the Arcan test*. Holzforschung, 63(2):217–225, 2009.

## Verwendete Normen

- [AST63] ASTM STANDARD D5379-12: *Standard Test Method for Shear Properties of Composite Materials by the V-Notched Beam Method.* 5 1963
- [AST11] ASTM STANDARD D5766-11: *Standard Test Method for Open-Hole Tensile Strength of Polymer Matrix Composite Laminates.* 2011
- [AST12] ASTM STANDARD D7078M-12: *Standard Test Method for Shear Properties of Composite Materials by V-Notched Rail Shear Method.* 2012
- [AST15] ASTM STANDARD D4255: *Standard Test Method for In-Plane Shear Properties of Polymer Matrix Composite Materials by the Rail Shear Method.* 2015
- [DIN90] DIN 1343: *Referenzzustand, Normzustand, Normvolumen.* Januar 1990
- [DIN91] DIN 55400-1: *Stauchprüfung - Prüfung mit konstanter Vorschubgeschwindigkeit.* November 1991
- [DIN93a] DIN EN 20187 ; NORMENAUSSCHUSS PAPIER UND PAPPE (NPA) (Hrsg.): *Papier, Pappe und Zellstoff - Normalklima für die Vorbehandlung und Prüfung und Verfahren zur Überwachung des Klimas und der Probenvorbehandlung.* November 1993
- [DIN93b] DIN EN ISO 22248: *Verpackung - Versandfertige Packstücke - Vertikale Stoßprüfung (freier Fall).* Februar 1993
- [DIN96] DIN EN ISO 4119: *Halbstoffe - Bestimmung der Stoffdichte.* Mai 1996
- [DIN01a] DIN EN ISO 12048: *Verpackung - Versandfertige Packstücke - Kompressions- und Stapelprüfung unter Verwendung einer Kompressionsprüfmaschine.* April 2001
- [DIN01b] DIN EN ISO 2233: *Verpackung - Versandfertige Packstücke und Ladeeinheiten - Klimatische Vorbehandlung für die Prüfung.* November 2001
- [DIN02a] DIN EN ISO 2234: *Verpackung - Versandfertige Packstücke und Ladeeinheiten - Stapelprüfung unter statischer Last.* Dezember 2002

- [DIN02b] DIN EN ISO 2247: *Verpackung - Versandfertige Packstücke und Ladeeinheiten - Schwingprüfung mit niedriger Festfrequenz*. Dezember 2002
- [DIN02c] DIN EN ISO 8318: *Versandfertige Packstücke und Ladeeinheiten*. Dezember 2002
- [DIN06] DIN 55405: *Verpackung - Terminologie - Begriffe*. November 2006
- [DIN08] DIN ISO 9895 ; INTERNATIONAL STANDARDISATION ORGANISATION (Hrsg.): *Paper and board — Compressive strength — Short-span test*. 2008
- [DIN09] DIN EN ISO 1924-3 ; NORMENAUSSCHUSS MATERIALPRÜFUNG (Hrsg.): *Papier und Pappe – Bestimmung von Eigenschaften bei Zugbeanspruchung – Teil 2: Verfahren mit konstanter Dehngeschwindigkeit (20 mm/min)*. Berlin, Mai 2009
- [DIN10] DIN ISO 15754 ; NORMENAUSSCHUSS PAPIER, PAPPE UND FASERSTOFF (NPA) IM DIN (Hrsg.): *Papier und Pappe Bestimmung der Bruchkraft in z-Richtung*. April 2010
- [DIN12] DIN EN ISO 534 ; NORMENAUSSCHUSS PAPIER, PAPPE UND FASERSTOFF (NPA) IM DIN (Hrsg.): *Papier und Pappe - Bestimmung der Dicke, der Dichte und des spezifischen Volumens*. Februar 2012
- [DIN13] DIN EN ISO 3037: *Wellpappe - Bestimmung des Kantenstauchwiderstandes*. Dezember 2013
- [DIN14a] DIN 53121: *Prüfung von Papier, Karton und Pappe - Bestimmung der Biegesteifigkeit nach den Balkenmethode*. August 2014
- [DIN14b] DIN EN 643:2014-11: *Papier, Karton und Pappe - Europäische Liste der Altpapier-Standardsorten*. November 2014
- [DIN14c] DIN EN ISO 2759: *Pappe - Bestimmung der Berstfestigkeit*. Oktober 2014
- [SCA98] SCAN-P 80:98: *Z-directional tensile strength*. 1998
- [SCA05] SCAN-CM 6:05: *Fibre fractionation*. 2005
- [T 406] T 494 OM-01: *Tensile properties of paper and paperboard*. Juni 2006
- [T 510] T 541 OM-10: *Internal bond strength of paperboard (z-direction tensile)*. Januar 2010