In-situ-Charakterisierung der Materialeigenschaften von Metall-CFK-Hybridlaminaten

DISSERTATION

ZUR ERLANGUNG DES AKADEMISCHEN GRADES
DOKTOR DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN
(DR.-ING.)

EINGEREICHT AN DER
MATHEMATISCH-NATURWISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHEN FAKULTÄT
DER UNIVERSITÄT AUGSBURG

von

Florian Alexander Thum

Augsburg, Dezember 2021

ERSTGUTACHTER:	PROF. DR. RER. NAT. MARKUS SAUSE
ZWEITGUTACHTER:	PROF. DR.-ING. MICHAEL KUPKE
TAG DER MÜNDLICHEN PRÜFUNG:	11.03.2022

Danksagung

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Hybride Werkstoffe der Universität Augsburg.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Markus Sause für die umfangreiche Betreuung und Übernahme des ersten Gutachtens dieser Dissertation. Die gemeinsamen Diskussionen zu wissenschaftlichen Kernfragen und die Möglichkeit der Teilnahme an internationalen Konferenzen haben sehr zum Fortschritt und Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Bei Herrn Prof. Dr. Michael Kupke möchte ich mich herzlich für die Übernahme des zweiten Gutachtens bedanken.

Bei allen Kolleginnen und Kollegen am Lehrstuhl für Hybride Werkstoffe/Mechanical Engineering und der Experimentalphysik II möchte ich mich für die freundliche und produktive Zusammenarbeit bedanken. Besonderer Dank gilt dabei meinem Kollegen Marco Korkisch für die gute Zusammenarbeit und die Hilfsbereitschaft in allen Projekt- und Laboranliegen. Zudem möchte ich mich bei Dr. Anna Trauth für die wertvolle Unterstützung und Beratung beim Erstellen dieser Dissertation bedanken.

Während meiner Studienzeit und in den darauffolgenden Jahren als wissenschaftlicher Mitarbeiter konnte ich mich immer auf die volle Unterstützung und den Rückhalt meiner Familie verlassen – dafür bin ich sehr dankbar. Zuletzt danke ich meiner Frau Zita Zitterbart für ihre Ermutigung und Unterstützung.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung iii
Abkürzungsverzeichnis vi
Nomenklatur vii
1 Einleitung 1
1.1 Faserverbund-Metall-Laminate 1
1.2 Problemstellung und Motivation 3
2 Stand der Forschung und Grundlagen 5
2.1 Thermoformen 5
2.2 Blechumformung 7
2.2.1 Materialeinfluss auf das Grenzformänderungsverhalten 10
2.2.2 Temperatureinfluss auf das Grenzformänderungsverhalten 11
2.3 Grundlagen der strukturmechanischen Auslegung von Hybridlaminaten 12
2.3.1 Thermisch induzierte Eigenspannungen 12
2.3.2 Thermoplastische Faserverbundwerkstoffe 14
2.3.3 Oberflächenvorbehandlungen 16
3 Material und Methoden 21
3.1 Verwendete Materialien 21
3.2 Prüfkörperherstellung 22
3.3 Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit 24
3.4 Bruchmechanik 26
3.4.1 Bestimmung der Modus I-Energiefreisetzungsrate 26
3.4.2 Bestimmung der Modus II-Energiefreisetzungsrate 29
3.5 Adaption des Tiefungsversuchs nach Nakajima 32
3.6 Potentiodynamische Polarisationsmessungen 38
3.7 Computertomografie 42
3.7.1 Aufbau des Röntgen-Computertomografiesystems 42
3.7.2 CT-Rekonstruktion 45

3.7.3 Artefakte in der Computertomografie ... 46
3.7.4 Segmentierungsverfahren ... 48
3.7.5 Defekt- und Porenanalyse ... 50
3.8 Entwicklung einer in-situ-Thermostage ... 52
3.9 Digitale Volumenkorrelation ... 54
4 Experimentelle Ergebnisse und Diskussion ... 61
4.1 Screening der Oberflächenvorbehandlungen mittels Kurzbalkenbiegeversuch ... 61
4.2 Potentiodynamische Korrosionsmessungen ... 69
4.3 Einfluss von Langzeit-Auslagerung in Hot/Wet-Umgebung auf die scheinbare interlaminare Scherfestigkeit ... 72
4.4 Bruchmechanische Untersuchungen ... 74
4.4.1 Ergebnisse und Diskussion der Modus I-Energiefreisetzungsrate ... 74
4.4.2 Ergebnisse und Diskussion der Modus II-Energiefreisetzungsrate ... 79
4.5 Erweiterung der Auswertetechnik von Tiefungsversuchen nach Nakajima ... 82
4.5.1 Vorversuchsreihe Aluminium bei Raumtemperatur ... 82
4.5.2 Vorversuchsreihe Aluminium bei erhöhten Temperaturen ... 85
4.5.3 Versuchsreihe Hybridlaminate ... 91
4.5.4 Erweiterung der Auswertetechnik ... 96
4.6 In-situ-Computertomografie unter Temperatureinfluss ... 98
4.7 Ergebnisse und Diskussion der digitalen Volumenkorrelation ... 108
5 Zusammenfassung und Ausblick ... 110
Literatur ... 114

Abkürzungsverzeichnis

AE	Acoustic Emission
AFK	Aramidfaserverstärkter Kunststoff
ARALL	Aramid Aluminium Laminate
CARALL	Carbon Reinforced Aluminium Laminate
CC	Compliance Calibration
CFK	Kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff
CT	Computertomografie
CVD	Chemical Vapour Deposition
DCB	Double Cantilever Beam
DIC	Digital Image Correlation
DLC	Diamond Like Coating
DVC	Digital Volume Correlation
ENF	End-Notched Flexure
FEA	Finite Element Analyse
FKV	Faser-Kunststoff-Verbunde
FML	Faserverbund-Metall-Laminate
GE	Gegenelektrode
GFK	Glasfaserverstärkter Kunststoff
GLARE	Glass Reinforced Aluminium Laminate
HW	Hot-Wet
ILSS	Interlaminar Shear Strength
MBT	Modifizierte Balkentheorie-Methode
MCC	Modifizierte Compliance Calibration-Methode
NK	Normklima
PA-6	Polymer Polyamid-6
PEEK	Polyetheretherketon
PEI	Polyetherimid
PES	Polyethersulfon
RE	Referenzelektrode
REM	Rasterelektronenmikroskop
ROI	Region-of-Interest
UD	Unidirektional
ZfP	Zerstörungsfreie Prüfverfahren

Nomenklatur

Formelzeichen	Einheit	Kurzbezeichnung
φ_1		Hauptumformgrad
φ_2		Nebenumformgrad
E	GPa	E-Modul
ρ	g/cm^3	Dichte
λ_w	W/(m*K)	Wärmeleitfähigkeit
k	J/(kg*K)	spezifische Wärmekapazität
R_m	MPa	Zugfestigkeit
a	K^{-1}	thermischer Ausdehnungskoeffizient
l	mm	Länge
b	mm	Breite
h	mm	Höhe
R_s	mm	Radius Prüfstempel
R_a	mm	Radius Auflager
a_0	mm	Anfangsrisslänge
Δa	mm	Rissfortschritt
R_I	mm	Radius innen
R_A	mm	Radius außen
S_H	mm	Steghöhe
S_b	mm	Stegbreite
ΔL	mm	Längenänderung
L_0	mm	Ausgangslänge
T	°C	Temperatur
ΔT	°C	Temperaturänderung
τ	MPa	Schubspannung
F	N	Kraft
G_I	J/m^2	Modus I-Energiefreisetzungsrate
G_{II}	J/m²	Modus II-Energiefreisetzungsrate
G_{Ic}	J/m²	kritische Energiefreisetzungsrate (Modus I)
G_{IIc}	J/m²	kritische Energiefreisetzungsrate (Modus II)

E_P	V	Potential
E_{Corr}	V	Korrosionspotenzial
E_{pit}	V	Lochfraßpotenzial
U	V	Spannung
I	A	Strom
c	mol/l	Stoffmengenkonzentration
w		Eintrittswahrscheinlichkeit
σ^2		Varianz
σ		Standardabweichung
μ		Mittelwert
μ_G	1/cm	Absorptionskoeffizient gesamt
μ_p	1/cm	Absorptionskoeffizient Photoeffekt
μ_c	1/cm	Absorptionskoeffizient Streuung
μ_E	1/cm	Absorptionskoeffizient Elektronenpaarbildung
M	kg*m²	Trägheitsmoment
r_{lokal}		normalisierter Kreuzkorrelationskoeffizient
r_{global}		Korrelationsresiduum
u_x	Voxel	Verschiebung in x-Richtung
u_y	Voxel	Verschiebung in y-Richtung
u_z	Voxel	Verschiebung in z-Richtung
ε_{xx}		Dehnung in x-Richtung
ε_{yy}		Dehnung in y-Richtung
ε_{zz}		Dehnung in z-Richtung

1 Einleitung

Im folgenden Kapitel werden Problem- und Fragestellungen der Dissertation in die Thematik der Faserverbund-Metall-Laminate (FML) eingeordnet. Industrielle Anwendungen aktueller Forschungsthemen werden vorgestellt. Darauf bauen die nachfolgenden Abschnitte zu experimentellen Untersuchungen und die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Methodiken zur weiteren Bewertung von FML hinsichtlich ihrer mechanischen Kennwerte sowie des Umformvermögens auf.

1.1 Faserverbund-Metall-Laminate

Das hohe Leichtbaupotential kohlenstofffaserverstärkter Kunststoffe (CFK) führt dazu, dass diese in der Luft- und Raumfahrtindustrie zunehmend den Platz klassischer metallischer Werkstoffe einnehmen. Auch in anderen industriellen Feldern mit Leichtbauanforderungen kommt es vermehrt zum Einsatz dieser Materialklasse. Neben der Gewichtseinsparung bietet das richtungsabhängige Werkstoffverhalten die Möglichkeit, Bauteile durch die Faserausrichtung beanspruchungsgerecht zu designen. Insbesondere bei der Nutzung unidirektionaler Faserverbundwerkstoffe müssen richtungsabhängige Eigenschaften wie thermische Ausdehnungskoeffizienten sowie elektrische und strukturmechanische Kennwerte besonders beachtet werden, da diese zusätzliche Herausforderungen für das Design darstellen können. Eine erweiterte Anwendung der kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffe stellen Faserverbund-Metall-Laminate dar. Kombiniert man Faser-Kunststoff-Verbunde (FKV) mit Metallen, so können die Vorteile beider Materialien zusammengeführt werden. Industriell genutzt wird bisher vor allem der Werkstoff GLARE (Glass Reinforced Aluminium Laminate) [1]. Bei diesem Werkstoff werden dünne Aluminiumbleche mit glasfaserverstärktem Kunststoff kombiniert. Vorteile bietet dieser Werkstoff, der hauptsächlich als Substitut für reine Aluminiumlegierungen genutzt wird, durch eine verbesserte Schadenstoleranz nach Schlagbelastungen, hohe Ermüdungseigenschaften und guten Widerstand gegen Korrosion und Durchbrand [2]. Weitere Arbeiten im Bereich der FML kombinieren Aluminiumbleche mit aramidfaserverstärktem Kunststoff (AFK). Dieser Werkstoff mit dem Namen ARALL (Aramid Aluminium Laminate) wurde in Kleinserien für Luftfahrtanwendungen genutzt, allerdings führten die sehr hohen Produktionskosten zu einer nur geringen Verbreitung [3]. Als Folge der ersten erfolgreichen FML-Anwendungen wurde in weiteren Arbeiten die Nutzung von CFK anstelle von GFK (glasfaserverstärkter Kunststoff) bzw.

AFK angestrebt [4]. Die hohe spezifische Festigkeit und Steifigkeit von CFK kann in Kombination mit Aluminium zu einem noch leichteren FML mit den bereits genannten Vorteilen führen. Werkstoffe dieser Materialkombination werden in der Literatur als CARALL (Carbon Reinforced Aluminium Laminate) bezeichnet [5]. Herausforderungen bei dieser Materialpaarung sind zum einen die galvanische Korrosion des Aluminiums durch die unterschiedlichen elektrochemischen Potentiale von Kohlenstofffasern und Aluminium. Darüber hinaus muss der Wärmeausdehnungskoeffizient bei der Bauteilgeometrie sowie den Einsatztemperaturen berücksichtigt werden, da es durch die unterschiedlichen Koeffizienten zu thermisch induzierten Eigenspannungen kommen kann [5]. Die Blechdicke des verwendeten Aluminiums liegt typischerweise zwischen 0,2 bis 0,5 mm. Die FKV-Lagen können anwendungsspezifisch angepasst werden, liegen aber in einem ähnlichen Bereich [6]. Der Aufbau eines FML wird in Abbildung 1 schematisch dargestellt.

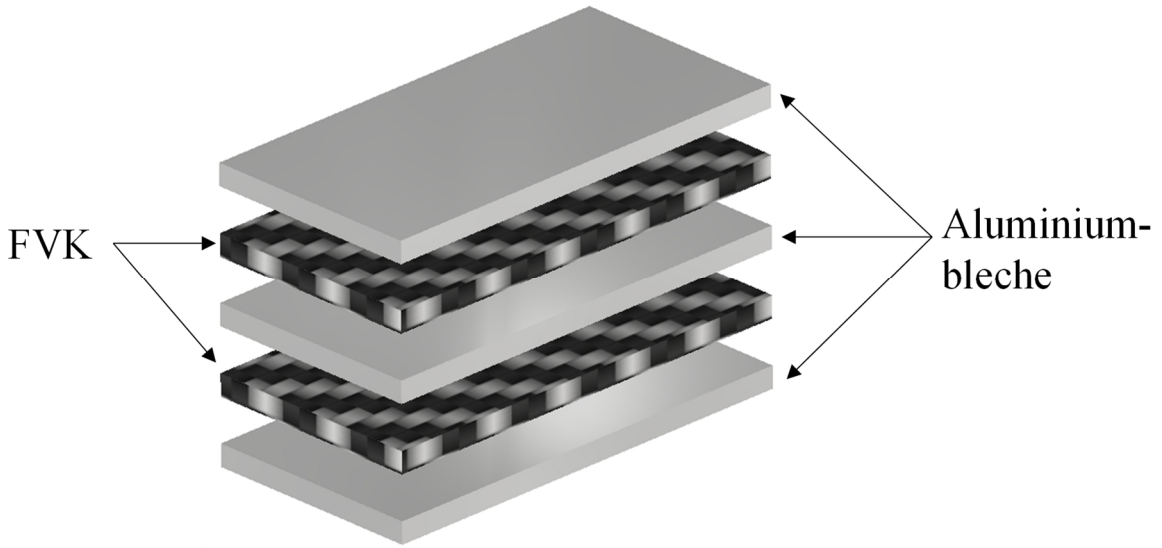

Abbildung 1: Schematischer Aufbau eines FML mit Aluminiumblech.

In den beschriebenen Faserverbund-Metall-Laminaten wird hauptsächlich mit Duroplasten als Matrixwerkstoff gearbeitet. Einen neuen Ansatz bietet hier nun die Verwendung von thermoplastischen Matrixsystemen. Vorteile gegenüber Duroplasten bieten Thermoplasten hinsichtlich ihrer Schweißbarkeit [7], denn sie können gezielt aufgeschmolzen und damit durch thermisches Verpressen gefügt werden. Ebenso ist das Aufschmelzen elektromagnetisch mittels Induktionsschweißen möglich [8, 9]. Durch das Wegfallen von Fertigungsprozessen wie dem Drapieren von Einzellagen und dem Aushärten im Autoklaven bei duromeren Hybridverbunden bieten thermoplastbasierte FKV fertigungstechnische Vorteile. Das Material kann als Halbzeug zu Platten verpresst und in einem weiteren Prozessschritt mittels Thermoformen in die gewünschte Form gebracht werden [10, 11].

1.2 Problemstellung und Motivation

Für großseriennahe Fertigungsprozessketten bieten thermoplastische Polymere ein hohes Potential hinsichtlich effizienter Verarbeitungsverfahren. Als thermoplastisches Matrixmaterial wird in dieser Arbeit das Polymer Polyamid-6 (PA-6) verwendet. Forschungsschwerpunkte waren in der Luftfahrt bisher hauptsächlich Hochleistungsthermoplaste, da hier Temperatur- und Lösemittelbeständigkeit eine wichtige Rolle spielen. Bekannte Vertreter sind dabei Polyetheretherketon (PEEK), Polyethersulfon (PES) und Polyetherimid (PEI) [12]. Umformtemperaturen und Materialkosten sind bei diesen Hochleistungsthermoplasten jedoch um ein Vielfaches höher im Vergleich zu PA-6. Bei der Umformung thermoplastischer Halbzeuge mit PA-6-Matrix können Temperaturen im Bereich von 250 °C verwendet werden, die niedrigere Prozesstemperatur führt zu einem wirtschaftlichen Vorteil. Der Herstellungsprozess sowie die Vorteile der Verarbeitung von duromeren im Vergleich zu thermoplastischen Hybridverbunden beim Umformen eines Bauteils aus FML-Halbzeug ist in Abbildung 2 schematisch dargestellt.

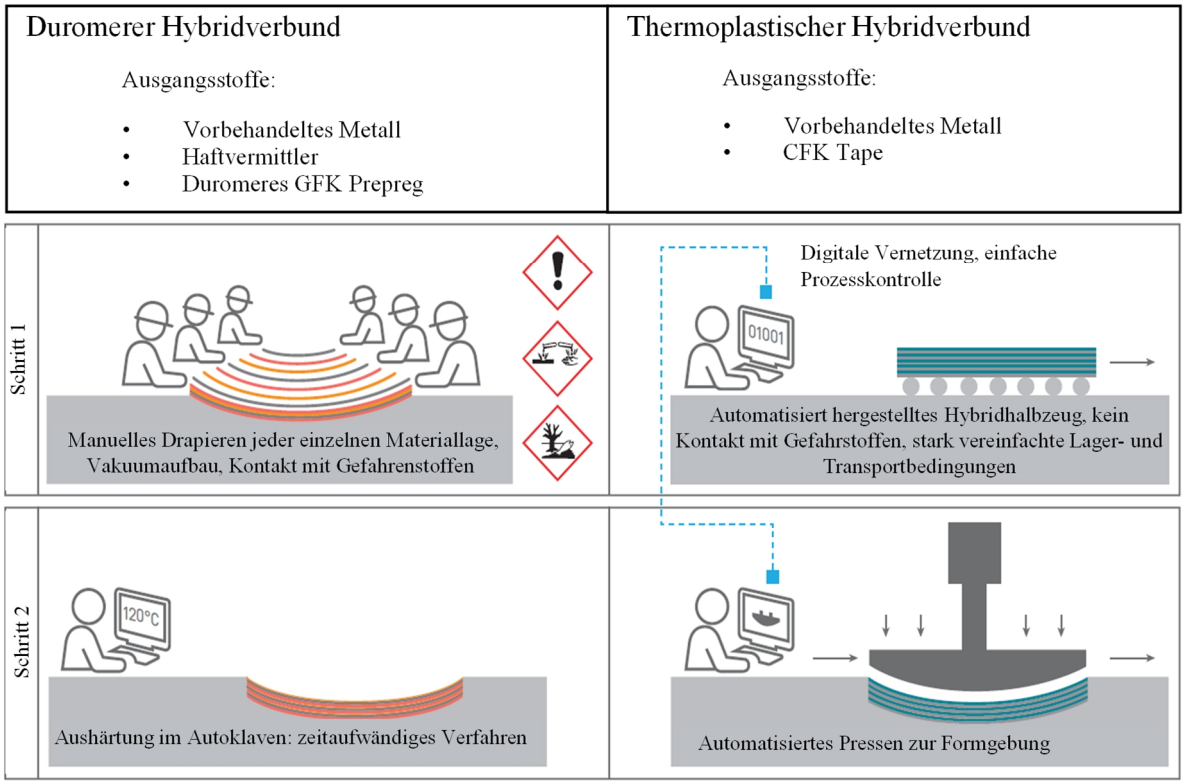

Abbildung 2: Vergleich der Herstellungsprozesse von FML mit duromerer und thermoplastischer Matrix [13].

Zwar wird die Verarbeitbarkeit von thermoplastbasierten FML-Halbzeugen zu fertigen Bauteilen im Vergleich zur Herstellung duromerer FML-Bauteile vereinfacht, jedoch liegt die Temperatur beim Umformen der Thermoplast-FML im Bereich von 250 °C und somit deutlich über der Aushärtungstemperatur von Duroplasten im Autoklaven. Dies kann nach dem Abkühlen im

Umformwerkzeug zu internen Spannungen des umgeformten Halbzeugs führen [5]. Der Fokus dieser Arbeit liegt nun auf der umfassenden Charakterisierung des Umformvorgangs. Dabei wird die Bestimmung erzielbarer Umformgrade und die Vorhersage der Prozessierbarkeit in Abhängigkeit des FML betrachtet. Grundlage hierfür ist zunächst die Untersuchung der Grenzflächen des FML bei mechanischer Belastung und das Verhalten der Materialkomponenten bei verschiedenen Auslagerungszuständen des Materials. Verschiedene Oberflächenbehandlungen werden verglichen. Diese stärken zum einen die Haftung der Materialkomponenten und schützen zudem vor galvanischer Korrosion zwischen C-Faser und Aluminium. Zudem wird mittels potentiodynamischer Korrosionsmessung der Einfluss der verschiedenen Oberflächenmodifikationen von Aluminium genauer betrachtet.

Darüber hinaus wird mit Hilfe von Computertomografie (CT)-Messungen ein neuer Untersuchungsansatz zur Bewertung der Schadensursachen in FML bei Tiefungsversuchen dargestellt werden. Da in einem Multimaterial-Aufbau komplexe Schadensmechanismen auftreten können, ist die Kenntnis der Auswirkungen dieser auf die Formänderung von entscheidender Bedeutung. Des Weiteren kommt bei der Ermittlung der Formänderungskurve von FML als weiterer Aspekt die Anisotropie der Faserverbundwerkstoffe hinzu. Die Untersuchung dieser Materialklasse kann durch die starke Richtungsabhängigkeit sowie dem großen Einfluss der Konfigurationen der Laminatschichten nicht im klassischen Sinne mit etablierten Auswertemethoden zur Bestimmung der Grenzformänderungskurve erfolgen, sodass eine Untersuchung mithilfe von CT-Messungen hier wertvolle Erkenntnisse liefern kann. Zur Bewertung der Versuchsreihen müssen weitere Qualitätsmerkmale untersucht werden, um eine Einschätzung des Umformverhaltens der Materialklasse der FML zu erhalten. Die im Rahmen dieser Arbeit entstandenen Ergebnisse sollen hierfür neue Impulse und Ansätze liefern. Abbildung 3 zeigt die im Projekt CC4Hybrid hergestellten FML-Halbzeuge.

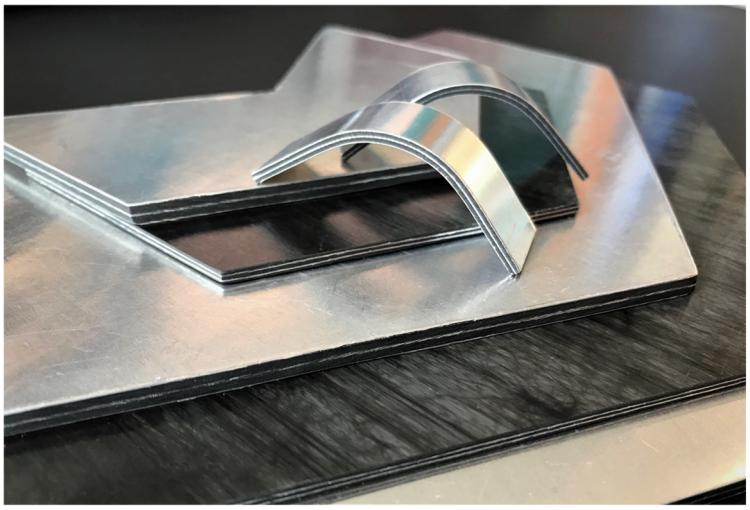

Abbildung 3: Im Rahmen des Projekts CC4Hybrid hergestellte FML-Halbzeuge [13].

2 Stand der Forschung und Grundlagen

Im folgenden Kapitel werden zunächst die Grundlagen des Thermoformens sowie der Blechumformung vorgestellt. Dabei wird auf den Einfluss von Temperatur auf die Bestimmung des Umformvermögens von Blechen und FML eingegangen. Anschließend erfolgt ein Überblick zu den Grundlagen der strukturmechanischen Auslegung von Hybridlaminaten. Die verwendeten Materialien werden beschrieben und verschiedene Oberflächenvorbehandlungen zur Steigerung der Adhäsion zwischen Metall und kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff werden vorgestellt.

2.1 Thermoformen

Der Prozess des Thermoformens beschreibt den Vorgang, bei dem ein flaches Laminat zu einer 3D-Geometrie umgeformt wird. Thermoformen ist hoch automatisierbar und durch kurze Zykluszeiten für die Massenproduktion geeignet. Die Temperatur zum Umformen der vorkonsolidierten Halbzeuge ist dem Schmelzpunkt des Thermoplasts entsprechend zu wählen. Das Erhitzen kann durch einen klassischen Konvektionsofen erfolgen, ebenfalls üblich ist der Einsatz von Infrarotstrahlung [14]. Im nächsten Schritt wird das erweichte Laminat in das Umformwerkzeug eingelegt. Dieser Vorgang ist kritisch, da es je nach Dauer zu einer unterschiedlichen Abkühlung des Halbzeugs kommen kann. Bei größeren Geometrien und Laminaten ist es üblich, einen Spannrahmen zu nutzen, um Falten und Verwerfungen zu reduzieren [15]. Das Umformwerkzeug besteht aus zwei aufeinander abgestimmten Metallformen, welche je nach Laminataufbau angepasst werden müssen, um der Dicke des Bauteils zu entsprechen. Nach dem Einlegen des Laminats werden die Werkzeugformen geschlossen und das Material wird umgeformt. Die Temperatur des Werkzeugs wird in Abhängigkeit des verwendeten Polymers so eingestellt, dass ein rasches Abkühlen gewährleistet ist und die gegebenenfalls gewünschte Kristallinität erreicht wird. Neben der Temperatur ist die Wahl des richtigen Drucks entscheidend, um eine vollständige Konsolidierung der Lagen zu gewährleisten. Zur Entnahme ist es wichtig, das eine Temperatur unterhalb der Glasübergangstemperatur erreicht wird [15, 16]. Der Prozess des Thermoformens wird in Abbildung 4 schematisch dargestellt.

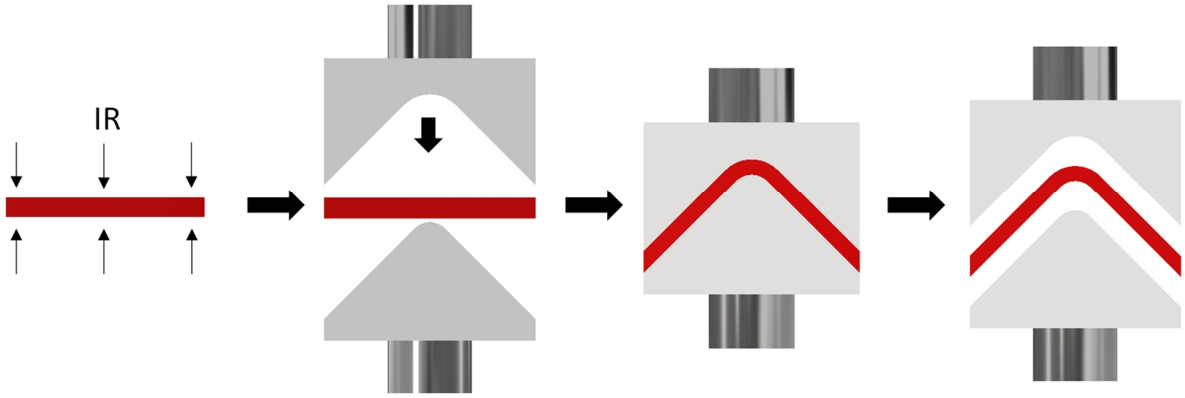

Abbildung 4: Prozess des Thermoformens. Links Vorheizen mittels Infrarotstrahlung, Einlegen in die Werkzeugform, Umformen mit entsprechender Temperatur und Druck, Bauteilentnahme nach Erreichen der Zieltemperatur.

Beim Umformprozess gibt es neben Druck und Temperatur weitere Parameter, die Einfluss auf die Bauteilqualität haben. Die Geschwindigkeit, mit der sich die Werkzeuge schließen, beeinflusst die Abkühlzeit. Schließen die Werkzeuge zu langsam, kann es zu vorzeitigem teilweisem Erstarren des Polymers kommen. Die Viskosität der Matrix ist abhängig vom verwendeten Polymer, wodurch Umformkraft und Umformgeschwindigkeit beeinflusst werden. Eine geringe Viskosität verbessert die Formbarkeit, bei zu hohem bzw. zu langem Erhitzen kann es jedoch zu einer Schädigung des Matrixmaterials kommen.

Zusammenfassend haben folgende Faktoren einen Einfluss auf das Umformergebnis und sind damit bei der Bewertung des Umformprozesses zu berücksichtigen:

- Aufbau des Halbzeugs, Abfolge der Lagen
- Zielgeometrie
- Werkzeugtemperatur
- Aufheiztemperatur des Bauteils
- Dauer des Bauteiltransfers
- Aufheizdauer
- Umformgeschwindigkeit
- Umformkraft

Das umgeformte Bauteil kann verschiedene Formungseffekte aufweisen, welche die Qualität hinsichtlich mechanischer, aber auch optischer Eigenschaften verringern. Bei komplexeren Bauteilgeometrien kann es zu Faltenwurf und bei unidirektionalen (UD)-Laminaten insbeson-

dere zu Verschiebungen der Fasern kommen, wodurch die Bauteilqualität hinsichtlich mechanischer Kennwerte deutlich verschlechtert wird. Die Stärke dieser Faserverschiebung reicht von kleineren Welligkeiten bis hin zu Auslenkungen großer Bündel außerhalb der Ebene, was zur Faltenbildung beitragen kann. Durch Quergleiten der Fasern kann es auch zu Lücken innerhalb des Laminats kommen.

Wie auch bei der Blechumformung (Kapitel 2.2) ist die umfangreiche Materialcharakterisierung ein wichtiger Baustein für die Modellierung der Umformprozesse. Die starke Abhängigkeit von Temperatur und Geschwindigkeit beim Umformen ist eine große Herausforderung für Simulationen. Für einen effektiven Prozessablauf bei erhöhten Temperaturen müssen diese Abhängigkeiten mit einer umfassenden Bestimmung des Materialverformungsverhaltens bei den entsprechenden Parametern erfasst werden.

2.2 Blechumformung

Die beiden Hauptfelder der Umformtechnik sind heute die Blechumformung und die Massivumformung. Zu den am häufigsten verwendeten Materialien gehören Stahlwerkstoffe und Aluminiumlegierungen. Beim Umformprozess ist ein hoher Umformgrad bei gleichzeitig hohen Festigkeiten angestrebt. Die Kriterien zur Bewertung und Klassifizierung von umgeformten Blechbauteilen sind dabei sehr unterschiedlich, da die Geometrien komplexer und die Anwendungsfelder immer weitreichender werden. Potenzielle Defekte sind neben dem Versagen durch Brüche lokale Einschnürungen, Faltenbildungen aber auch Oberflächenfehler. Die Entstehung dieser Defekte ist durch ein weitreichendes Spektrum an Ursachen bedingt. Neben Fehlstellen im Werkstoff können Schädigungen im Umformwerkzeug sowie Umformparameter Einfluss auf das entstehende Bauteil haben. Da im Fall eines Risses der Stoffzusammenhalt verloren geht, ist dieser offensichtlichste Versagensfall das wichtigste Kriterium zur Bewertung bei der Blechumformung.

Die Methoden zur Werkstoffcharakterisierung sind vielfältig, und die Beschreibungsmöglichkeiten für Werkstoffe wachsen mit den Anforderungen an Material und Bauteil. Klassische mechanische Kennwerte wie die Streckgrenze, Zugfestigkeit, Bruchdehnung und Anisotropie-Kenngrößen können mit Hilfe des Zugversuchs ermittelt werden. Diese Kennwerte helfen dabei, im Zuge von Neuentwicklungen eine Basis für Simulationen mit Finite-Elemente-Methoden zu liefern. Werkstoffverhalten kann so durch mathematische Ansätze modelliert und vorhergesagt werden. Der Wunsch nach genaueren Vorhersagen und der Einsatz komplexerer Simulationen treiben die Anforderungen an Werkstoffcharakterisierungen weiter an. Für die Si-

mulation der Blechumformung werden zwei Eingangsgrößen benötigt. Zum einen die Fließortkurve, welche den Übergang von elastischem zu plastischem Verhalten eines Materials in Abhängigkeit des Spannungszustandes beschreibt und die Fließkurve, welche sich auf die Werkstoffverfestigung bei fortlaufender plastischer Verformung bezieht. In der Anwendung wird für die Information der Fließortkurven bei isotropen Werkstoffen in der Regel mit dem Ansatz von von-Mises gearbeitet, welcher auf der Gestaltänderungs-Energie-Hypothese beruht. Dabei wird angenommen, dass das plastische Fließen dann einsetzt, wenn die elastische Verformungsenergie pro Volumen einen materialabhängigen Schwellwert erreicht [17]. Um einen Umformprozess genauer zu beschreiben, muss die Fließortkurve im Zusammenhang mit dem Verfestigungsgesetz skaliert werden. Dies wird durch die Verfestigungsinformation der Fließkurve bestimmt [18]. In der finiten Element Analyse (FEA) kann nun ermittelt werden, bei welchen Spannungen der Werkstoff plastifiziert. Die benötigten Umformkräfte können bei einer durch die Umformung erzeugten Spannung ermittelt werden. Mit Hilfe der Grenzformänderungskurve kann im nächsten Schritt eine Versagensanalyse durchgeführt werden. Diese beschreibt, welche Dehnungen in Abhängigkeit von der ersten und zweiten Hauptformänderung zum Versagen führen [19]. Die Versagensgrenze wird dabei nicht wie beim Zugversuch nur beim einachsigen Spannungszustand, sondern bei mindestens fünf unterschiedlichen Spannungszuständen betrachtet.

Zum Ermitteln der spezifischen Verformungsgrenze wird ein Prüfling mit einem stochastischem Muster im Tiefziehaufbau getestet. Der Versuch endet beim Reißen der Probe, anschließend wird die maximale Formänderung der getesteten Probe bestimmt, welche vor dem Versagen des Materials erreicht war. Die Grenzformänderungen werden für verschiedene Verhältnisse des Hauptumformgrades φ_1 und des Nebenumformgrades φ_2 bestimmt. Trägt man die Formänderungen gegeneinander auf, so erhält man die Grenzformänderungskurve, wie in Abbildung 5 dargestellt [19].

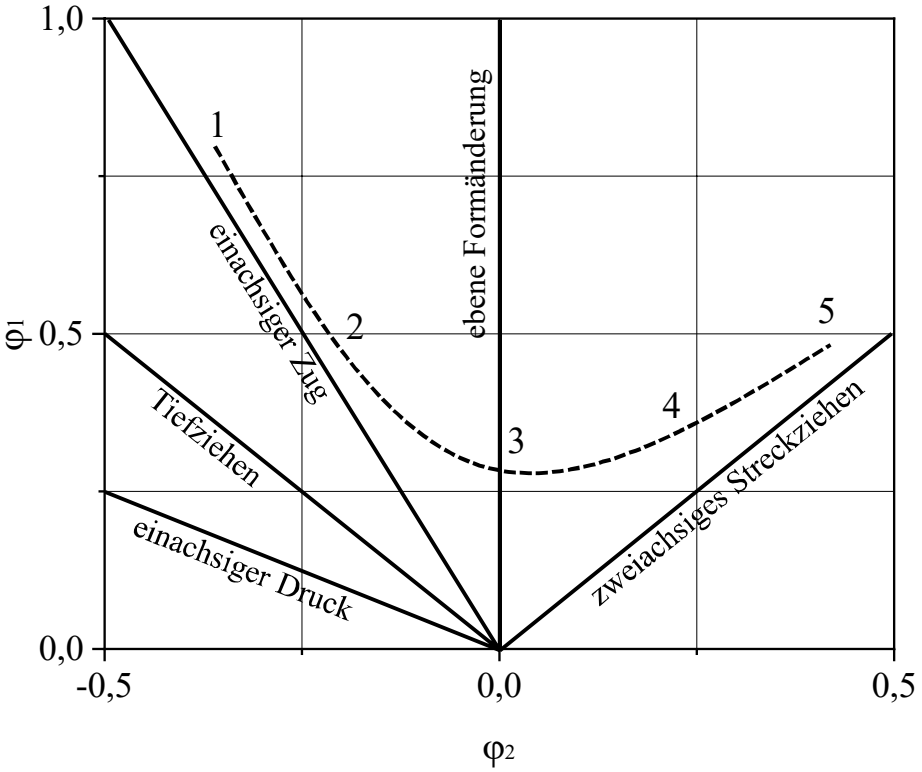

Abbildung 5: Darstellung der Grenzformänderungskurve (in Anlehnung an [19]).

Die Achsen in Abbildung 5 beschreiben den Nebenumformgrad φ_2 (X) und den Hauptumformgrad φ_1 (Y). Die Punkte 1 bis 5 beschreiben die unterschiedlichen Spannungszustände, die sich bei den entsprechenden Probengeometrien ergeben. Die Versuche werden hierfür mit einer sich ändernden Probenbreite des Prüflings durchgeführt. Damit lässt sich ein vollständiges Grenzformänderungsschaubild vom einachsigen Zug über die ebene Dehnung (Punkt 1) bis zum biaxialen Streckziehen (Punkt 5) ermitteln.

Erste Grundlagen zur Ermittlung der Grenzformänderungskurve wurden von Nakajima [20] und Marciniak [21] angestoßen. Unterscheidungsmerkmal der beiden Versuchsmethoden ist dabei die Stempelform, welche den Probenkörper umformt. Die Proben werden bei beiden Methoden im Randbereich geklemmt, um Nachfließen zu verhindern. Anschließend wird mit dem Stempel in die Blechprobe gedrückt, bis es zum Versagen der Probe kommt. Im Falle der Prüfung nach Marciniak ist der Stempel zylindrisch mit einem Durchmesser von 100 mm, der Stempelboden ist eben mit einem definierten Radius im Randbereich. Bei der Prüfung nach Nakajima ist die Stempelform halbkugelförmig mit einem Durchmesser von 100 mm.

Um die Dehnung zu bestimmen, wurden in der Vergangenheit Ätzmuster aufgebracht und nach dem Versuch manuell vermessen [22]. Auch die Untersuchung der Rauheit im Versagensbereich wurde zur Auswertung genutzt [23]. Mit Hilfe der optischen Messtechnik kann die Auswertung inzwischen wesentlich besser reproduzierbar gemacht werden, da die

Dehnung an der Probenoberfläche nun kontinuierlich überwacht werden kann. Hierfür werden die Proben mit einem stochastischen Muster mit hohem Kontrast versehen, welches mit einer Bilderfolge während des Versuchs mitgemessen wird. Für die Auswertungen werden Verschiebungen des Musters zum Referenzbild zu Beginn der Messungen ermittelt und die Dehnungen können berechnet werden. In Kapitel 3.5 wird die Konstruktion und Entwicklung der Prüfvorrichtung zur Bestimmung der Grenzformänderungskurve nach Nakajima näher beschrieben.

2.2.1 Materialeinfluss auf das Grenzformänderungsverhalten

Neben der Materialauswahl spielen folgende Prozessparameter für das Umformen eine wichtige Rolle [24]: die Tiefziehgeschwindigkeit, das tribologische Schmierstoffsystem, die Stempelgeometrie (Nakajima/Marciniak), Dehnungszustand, Dehnungsrate und Temperatur. Wichtige Auswerteparameter bilden die Bildaufnahmefrequenz des optischen Messsystems, die Feinheit des stochastischen Musters sowie die Evaluationsmethode (Kapitel 3.5). Zu den materialbedingten Einflussfaktoren gehören die Materialdicke, die Oberflächengüte sowie bei mehrschichtigen Materialsystemen die Konfiguration des Materials.

In einer Veröffentlichung von Hiroi und Nishimura [25] wird auf den Einfluss von Oberflächendefekten auf das Verhalten der Grenzformänderungskurve eingegangen. Die Materialien Aluminium 1070-O und 1070-H26 wurden in 0° und 90° zur Walzrichtung mit mehreren Prüfmethoden untersucht. Dabei wurden künstliche Oberflächendefekte eingebracht, um den Einfluss auf das jeweilige Prüfverfahren zu ermitteln. Bei der Ermittlung der Grenzformänderungskurve stellte sich heraus, dass die Werte bei künstlich eingebrachten Defekten mit Tiefen bis zu 2 % der Dicke bei weichgeglühten Aluminiumproben (1070-O) und 0,5 % bei den harten Aluminiumproben einen vernachlässigbar kleinen Einfluss auf die Ergebnisse haben. In einer Veröffentlichung von Smith [26] werden die Aluminiumlegierungen 2010-T4 und 6111-T4 mit unterschiedlichen Blechdicken geprüft, um den Einfluss auf die Grenzformänderungskurve zu untersuchen. In seinen Auswertungen zeigt Smith, dass bei Untersuchungen an Aluminium die Dicke der Proben deutlich geringeren Einfluss auf die Formänderungen hat als bei Stahl. Die ausgewählten Probendicken lagen dabei zwischen 0,5 mm und 2 mm. In der Arbeit von Tasan et al. [27] wird ein in-situ Miniatur-Aufbau für Marciniak-Versuche im Rasterelektronenmikroskop (REM) vorgestellt, welcher Schädigungsmechanismen auf mikroskopischer Ebene mit dem makroskopischen Versagen zusammenführt. Dabei wird unter anderem die Aluminiumlegierung 6061 untersucht. Mit Hilfe der REM-Aufnahmen konnten die Einschlüsse in der Aluminiumlegierung als Ursache für die Initialschädigungen zugeordnet werden.

2.2.2 Temperatureinfluss auf das Grenzformänderungsverhalten

Um FML mit PA-6 Matrix umformen oder tiefziehen zu können, müssen Temperaturen oberhalb der Schmelztemperatur des Matrixmaterials (220 °C) erreicht werden. Auf die Untersuchung der Grenzformänderungskurve spielt die Prozesstemperatur auch für Metalle wegen der veränderten Warmumformeigenschaften eine wichtige Rolle.

Durch Temperaturerhöhung kann das Umformvermögen von Metallen erhöht werden, Grund hierfür ist die beschleunigte Kristallerholung infolge größerer Atombeweglichkeit. Die Mechanismen dafür sind zum einen die Ausheilung eindimensionaler Fehler, was die Annihilation zweier entgegengesetzter Stufen- oder Schraubenversetzungen bedeutet. Zum anderen kommt es zu einer Umordnung nulldimensionaler Fehler, womit das Einordnen von Leerstellen und Zwischengitteratomen in Gitterhalbebenen von Versetzungen beschrieben wird. Der Vorgang, dass Stufenversetzungen ihre Lage ändern können, wird als Klettern bezeichnet. Durch das Klettern der Stufenversetzungen und das Quergleiten von Schraubenversetzungen können energetisch günstigere Anordnungen erreicht werden. Diese thermischen Erholungsprozesse führen zu einer Materialerholung und schließlich zu einer Erweiterung des Formänderungsvermögens [28]. Der Temperatureinfluss auf das Grenzformänderungsverhalten bei Metallen wurde bereits in verschiedenen Arbeiten untersucht [18, 29, 30].

In Arbeiten von Hsu [31] werden Magnesiumlegierungen mittels Nakajima- und Marciniak-Versuchen bei 300 °C geprüft. Es stellte sich heraus, dass insbesondere für Versuche bei erhöhten Temperaturen auf die Verwendung geeigneter Schmiersysteme geachtet werden muss, da gängige Mittel nicht genügend temperaturstabil sind. In den Arbeiten von Hsu werden deshalb graphit- und bornitridbasierte Schmiersysteme genutzt. Dennoch konnte aufgrund von außermittigem Versagen der Proben keine vollständig gültige Auswertung erfolgen.

Zusätzlich zu einem geeigneten Schmierstoffsystem bei erhöhten Temperaturen ist auf die gleichmäßige Erhitzung des Aufbaus zu achten, was in der Arbeit von Dahan et al. [32] deutlich wird. Hier werden die Proben außerhalb des Aufbaus erhitzt. In der Prüfvorrichtung kommt es bei Kontakt mit dem Stempel zu einer schnellen Abkühlung der Probe. Das optische Messsystem bestätigt eine außermittige Dehnungsverteilung. In den Arbeiten von Bariani et al. [33] und Turetta [34] wird der Stempel des Aufbaus zusätzlich mit Heizpatronen erhitzt. Durch den Einsatz mehrerer Thermoelemente [33] und die Messung mittels Thermokamera wird die Temperaturverteilung überprüft. Beide Messungen zeigen nach wie vor einen Temperaturgradienten von der kühleren Probenmitte mit Stempelkontakt zu den Rändern hin. Dieser konnte jedoch verringert werden und gültige Proben mit mittigem Versagen konnten

erzeugt werden. Eine Zusammenfassung zum Einfluss der Versuchsbedingungen findet sich in den Arbeiten von Kuppert [18] und Merklein [35].

Die vorgestellten Arbeiten bieten die Grundlage für die experimentellen Methoden und Ansätze für den im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Versuchsaufbau. Die Prüfung von FML-Werkstoffen soll neben der Auswertung der Formänderungen mit weiteren Methoden wie der Computertomografiemessung erweitert werden um ein umfassendes Bild der Schadenserzeugung zu liefern.

2.3 Grundlagen der strukturmechanischen Auslegung von Hybridlaminaten

Im Vergleich zu den etablierten Faserverbund-Metall-Laminaten mit GFK- und AFK-Basis bietet die Verwendung von CFK bessere mechanische Eigenschaften hinsichtlich Festigkeit und Steifigkeit. Aufgrund unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten kann es jedoch zu thermisch induzierten Eigenspannungen kommen, welche die mechanischen Eigenschaften von Bauteilen erheblich beeinflussen. Zudem besteht durch die unterschiedlichen elektrochemischen Potentiale von Kohlenstofffasern und Aluminium die Möglichkeit der galvanischer Korrosion. Dem kann durch das zusätzliche Einbringen von Zwischenschichten vorgebeugt werden. Um eine langlebige Haftung der Materialpartner und auch den Schutz vor galvanischer Korrosion zu gewährleisten, ist eine geeignete Oberflächenvorbehandlung der Fügepartner zu wählen. Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Oberflächenvorbehandlungen und ihre Eigenschaften werden in den folgenden Abschnitten vorgestellt.

2.3.1 Thermisch induzierte Eigenspannungen

Bei der Umformung von PA-6-basierten FML werden Temperaturen um 250 °C erreicht. Dabei können die Materialkomponenten mit unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten zu einer Relativverschiebung der Grenzflächen führen. Neben den hohen Temperaturen beim Herstellungsprozess der FML kann es auch in der späteren Anwendung zu Temperaturschwankungen kommen, die einen negativen Einfluss auf das Bauteilverhalten, insbesondere auf die Grenzfläche zwischen Aluminium und Laminat haben.

Folgende Faktoren haben Einfluss auf die Haftung der Materialpartner, insbesondere bei unterschiedlichen Materialkomponenten [9]:

- E-Modul der Fügeteilwerkstoffe
- Wärmeausdehnung der Fügeteile
- Temperaturdifferenz der Fügeteile
- Querschnitt der Fügeteile
- Klebschichtdicke
- Fläche der Klebung

Das thermische Dehnungsverhalten von Faserverbundwerkstoffen bildet im Gegensatz zu metallischen Werkstoffen einen Sonderfall, da hier die Ausdehnungskoeffizienten stark richtungsabhängig sind. Dies ist auf die Faserorientierung zurückzuführen sowie den unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix. Je nach Lagenaufbau kann es zu unterschiedlichen komplexen Ausdehnungszuständen kommen. Dementsprechend ist das thermische Dehnungsverhalten von FML genau zu analysieren, da durch die auftretenden Kräfte Relativverschiebungen entstehen, welche zu Verformung und schließlich zu Schädigung des Materials führen können.

Diese Entstehung von Relativverschiebungen, die durch Wärme und unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten bedingt wird, bezeichnet man in der wertstofflichen Mischbauweisen wird auch als Delta-Alpha-Problematik. Der thermische Ausdehnungskoeffizient a kann wie folgt beschrieben werden:

$$a = \frac{\Delta L}{L_0 \cdot \Delta T}\,[K^{-1}] \qquad (1)$$

Dabei beschreibt ΔL die Längenänderung eines Werkstoffes in Bezug zur Ausgangslänge L_0 bei einer Temperaturänderung ΔT. Eine Übersicht der Wärmeausdehnungskoeffizienten und Wärmeleitfähigkeit ausgewählter Materialien findet sich in Tabelle 1.

Tabelle 1: Wärmeausdehnungskoeffizient und Wärmeleitfähigkeit ausgewählter Materialien [9].

Werkstoff	Wärmeausdehnungs-koeffizient a [10^{-6} K^{-1}]	Wärmeleitfähigkeit λ [$\frac{W}{m\,K}$]
Aluminium	23,5	232
AlMg3	23,7	130…170
Eisen	11,7	75
Stahl (hochlegiert)	13…19	16
Epoxidharz	60	0,036
Polyamid	90…100	0,30
C-Faser (HT)	-1,0–0,5	17

Aluminium zeigt im Gegensatz zu CFK ein isotropes Dehnungsverhalten, zudem ist die Wärmeleitfähigkeit um ein Vielfaches höher. Beim Erhitzen eines FML kann es folglich zu zeitlich abhängigen Dehnungen kommen, die bedingt durch das unterschiedlich schnelle Erhitzen der Materialpartner entstehen. Es kann also unterschieden werden zwischen Relativverschiebungen aufgrund verschiedener Wärmeausdehnungskoeffizienten sowie aufgrund von Verschiebungen durch unterschiedliche Temperaturen innerhalb des FML. Dabei sind die Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeit besonders relevant. Eine ebenfalls wichtige Rolle bei der thermischen Dehnung des Gesamtverbundes spielt die Glasübergangstemperatur des Matrixmaterials, da sich hier in der Regel Änderungen beim Schubmodul ereignen [9].

2.3.2 Thermoplastische Faserverbundwerkstoffe

Thermoplastische Polymere haben gegenüber duroplastischen Polymeren den Vorteil, dass sie auf molekularer Ebene keine zusätzliche Vernetzung zwischen den Polymerketten zeigen. Dadurch lassen sich diese unvernetzten Strukturen beliebig oft aufschmelzen bzw. erneut Umformen. Hinzu kommen Materialeigenschaften wie ein erhöhter Delaminationswiderstand und erhöhte Schlag- und Bruchzähigkeit. Durch das Aufschmelzen lässt sich das Material zudem schweißen und lokal verstärken und kann auch deutlich einfacher recycelt werden [36].
Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Polymer Polyamid-6 gehört zur Gruppe der aliphatischen Polyamide. Die Grundbausteine bestehen aus fünf Methylengruppen, welche über Amidgruppen miteinander verbunden sind (Abbildung 6). Die Amidgruppen können mit benachbarten Molekülen Wasserstoffbrückenbindungen eingehen, wodurch die mechanischen und thermischen Eigenschaften erhöht werden.

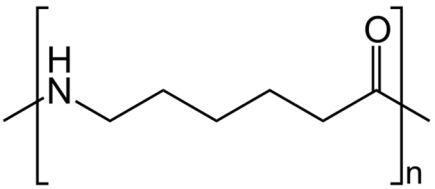

Abbildung 6: Struktureller Aufbau von Polyamid 6 [37].

Ein Nachteil der hohen Anzahl polarer Amidgruppen ist, dass Wassermoleküle über Wasserstoffbrücken eingelagert werden können. Somit besteht die Möglichkeit, dass Wassermoleküle aus der Raumluft in das Material diffundieren und dort die mechanischen und physikalischen Eigenschaften verändern. Die Wasseraufnahmefähigkeit von PA-6 kann bis zu 10 % des Gewichts betragen [38]. Der Feuchtegehalt reduziert Steifigkeit und Festigkeit des Polymers und die Glasübergangstemperatur sinkt mit zunehmender Feuchte. Eigenschaften wie Bruchdehnung und -zähigkeit nehmen hingegen zu [39]. Im Gegensatz zu Hochleistungspolymeren wie PEEK, PES und PEI ist PA-6 kostengünstiger herzustellen und besitzt damit ein großes ökonomisches Potential [38]. Eine Übersicht gängiger Thermoplaste für Faserverbundanwendungen ist in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2: Mechanische Kennwerte industriell genutzter Thermoplaste [38, 40].

Werkstoff	Zugfestigkeit [MPa]	E-Modul [GPa]	Bruchdehnung [%]	Biegefestigkeit [MPa]	Biegemodul [GPa]
PA-6	50–95	0,8–2,0	200–300	109	3,2
PPS	65–83	3,9–4,3	2–20	96–166	3,4–4,1
PEI	95–105	3–3,1	6,4–60	128–145	3,0–3,3
PES	76–84	2,4	7–80	129	2,6
PEEK	90–105	3,1–4,5	4–50	110–170	3,7–3,9

Bei der Herstellung und Verarbeitung thermoplastischer CFK-Laminate sind im Fall von teilkristallinen Polymeren wie PA-6 hohe Temperaturen im Bereich um 250 °C notwendig. Die Verarbeitung der Thermoplaste erfordert Temperaturen im Fließbereich des jeweiligen Polymers. Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten unterscheiden sich nicht nur zwischen Kohlenstofffasern und Matrix (siehe Tabelle 1), sie sind bei C-Fasern zusätzlich unterschiedlich in Faserrichtung und senkrecht zur Faserrichtung. Quer zur Faser können Werte bis zu 0,5 x 10-6 K^{-1}, in Längsrichtung negative Werte bis -1,0 x10-6 K^{-1} erreicht werden. Bei thermoplastischen Polymeren wie PA-6 ist dieser Wert auch deutlich höher als bei Metallen und bewegt sich im Fall von PA-6 zwischen 90–100 x 10-6 K^{-1} [9]. Diese unterschiedlichen Werte führen zu radialen Druck- und Zugspannungen auf die Faser in Längenrichtung bei Aufheizen

bzw. Abkühlen der Matrix [41, 42]. In Mehrschichtverbunden mit variierenden Faserausrichtungen kommt es jeweils zur Kontraktion der Laminate quer zur Faserrichtung. Diese Schrumpfungen beeinflussen sich und können je nach Aufbau des Laminats zu Krümmungen führen. Betrachtet man den Herstellungsprozess von Bauteilen, so spielt die Abkühlrate sowie die gleichmäßige Verteilung der Kühlung eine wichtige Rolle. Aushärtungen setzen zunächst im Randbereich und den äußeren Schichten ein, während innere Bereiche noch im schmelzflüssigen Zustand sind. Die Kontraktion innerer Bereiche wird durch den gefestigten Außenbereich gehemmt und führt so zu nach innen stärker werdenden thermischen Eigenspannungen [42, 43]. Auswirkungen thermischer Eigenspannungen in thermoplastischen Faserverbundwerkstoffen zeigen sich in unterschiedlichen Aspekten. Neben Krümmungen von Laminaten kann es zu fehlerhaften Faserausrichtungen durch Stauchung der Fasern kommen. Dies kann zu Welligkeit sowie Zwischenfaserbrüchen und Delaminationen führen [42, 44]. Als Folge werden mechanische Kennwerte des Materials beeinflusst, was bei Design und Auslegung der Bauteilherstellung berücksichtigt werden muss. Eine Möglichkeit, diese Eigenspannungen zu charakterisieren, bieten thermische Ausdehnungsmessungen, welche den Wärmedehnungskoeffizienten mit den thermophysikalischen Eigenschaften der Laminate bei Temperaturänderungen verknüpfen [45].

2.3.3 Oberflächenvorbehandlungen

Fügt man, wie in den hier untersuchten Hybridlaminaten, verschiedene Werkstoffe miteinander, so ist es wichtig, das klebtechnische Verhalten dieser Materialien zu kennen. Die Grenzschicht zwischen den Materialien hat eine besondere Schadensrelevanz, dies macht ein optimales Vorbereiten der Materialpartner auf den Heißpress- oder Heißklebvorgang unabdingbar. Aluminium mit seiner besonderen Oberflächenstruktur aus Oxiden, Hydroxiden und Carbonaten ist dabei besonders auf Fügungen vorzubereiten. Aber auch die Oberflächenbehandlung von thermoplastischen Matrixsystemen kann eine bessere Haftung der Komponenten bedingen. Reinaluminium kann durch die Legierung mit beispielsweise Silizium (Si), Eisen (Fe), Kupfer (Cu) und Mangan (Mn) gezielt modifiziert werden [46]. So können Eigenschaften wie Festigkeit, Härte und Zähigkeit beeinflusst werden.

2.3.3.1 Beizpassivieren

Das Verhalten von Aluminium in der Klebtechnik ist bereits ausführlich dokumentiert [9, 46]. Die umfangreichen Anwendungen in der Luft- und Raumfahrtindustrie, aber auch im Fahrzeugbau haben Aluminium als Fügeteilwerkstoff in seiner Bedeutung wachsen lassen. Ebenso ist das Langzeitverhalten von Aluminium von großer Bedeutung und Gegenstand vieler Arbeiten,

da es als chemisch unedles Metall besonders betrachtet werden muss. Aluminium besitzt durch seine verschiedenen Oberflächenstrukturen einen amphoteren Charakter, wodurch es sowohl als Akzeptor als auch Donator für Protonen geeignet ist [9]:

$$Al^{3+} + 3\,OH^- \rightleftharpoons Al(OH)_3 \rightleftharpoons AlO_3^{3-} + 3H^+ \tag{1}$$

Die Oberfläche von Aluminium kann sich somit gegenüber stärkeren Basen als Säure und bei stärkeren Säuren als Base verhalten. Ziel verschiedener Oberflächenvorbehandlungen ist somit, die Aluminiumoxid- und -hydroxid-Strukturen zu stabilisieren. Der Ablauf einer Vorbereitung der Aluminiumbleche beginnt zunächst mit der Reinigung der Oberfläche mit Aceton und anschließendem Ultraschallbad. Hierbei wird die Oberfläche entfettet und von undefinierten Oxidschichten befreit:

$$Al_2O_3 + 2OH^- + 3H_2O \rightarrow 2[Al(OH)_4]^- \tag{2}$$

Das Beizen der Oberfläche folgt der Reaktionsgleichung:

$$Al_2O_3 + 6H^+ \rightarrow 2Al^{3+} + 3H_2O \tag{3}$$

Die entstehenden Oxidschichten tragen zur Verbesserung des Festigkeitsverhaltens in der Grenzschicht zum Polymer bei. Da die feinstrukturierte Oxid-Grenzfläche vom Polymer durchdrungen werden kann, wird die mechanische Verklammerung mit dem Kunststoffpartner verbessert. Durch die Oxidstruktur wird zusätzlich eine Vergrößerung der Oberfläche erreicht, was eine größere Haftfläche zwischen Metall und Polymer bedeutet. Ein weiterer Vorteil der feinverteilten Oberflächenstruktur der Oxide ist ihre Funktion als eine Art natürlicher Rissstopper, ähnlich einer feinverteilten Plastifizierungskomponente [9].

2.3.3.2 Mechanische Oberflächenvorbehandlung

Die mechanische Vorbehandlung von Aluminium bringt gegenüber den anderen hier vorgestellten Verfahren Vorteile in Bezug auf Wirtschaftlichkeit und Umweltverträglichkeit, da diese ohne teilweise schädliche chemische Komponenten auskommt. Die mechanische Bearbeitung des Werkstoffs führt zu einer Abtragung der Oberfläche und reinigt somit das bearbeitete Material, während es gleichzeitig zu einer Vergrößerung der Oberfläche kommt. Gängige Systeme arbeiten mit druckluftbetriebenen Strahlanlagen, welche mit unterschiedlichstem Strahlgut betrieben werden können. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Einfluss verschiedener Größen von

Korundpartikeln untersucht, darüber hinaus kann auch mit metallischen oder organischen Materialien gearbeitet werden. Häufig eingesetzt wird neben Korund auch Glas, Keramik oder Sand. Wichtige Einflussfaktoren auf die Oberflächenbehandlung sind hierbei Partikelgröße und -geometrie. Dabei gilt, dass bei feinerer Körnung die Rautiefe gering ist und die Abtragung hoch. Bei größerer Körnung beginnt sich dieses Verhältnis umzukehren. Nach dem Bestrahlen des Metalls ist es notwendig, eine weitere Reinigung durchzuführen. Grund hierfür ist zum einen, dass durch die von Kompressoren erzeugte Druckluft Ölrückstände enthält, welche auf der Metalloberfläche zurückbleiben. Des Weiteren kann auf der Oberfläche Strahlgut anhaften, welches im Reinigungsprozess entfernt werden muss. Die hohe Geschwindigkeit, mit der das Strahlgut auf die Oberfläche trifft, führt insbesondere bei dünnen Blechen (< 2 mm) zu Spannungen, welche ein Verbiegen des Materials bedingen können. Dieser Effekt kann deutlich reduziert werden, indem die Bleche auf starren Unterlagen platziert werden.

Neben der Optimierung der Topografie beim mechanischen Behandeln des Metalls gibt es auch Untersuchungen, die einen Veränderung der physikalischen und chemischen Eigenschaften feststellen [47].

2.3.3.3 Laser-Vorbehandlung

Die Vorbehandlung eines Materials mittels Laser hat unterschiedliche Einflüsse auf die Oberfläche. Zunächst besitzt die Anwendung eine Reinigungswirkung, da Oberflächenverunreinigungen bei einer entsprechenden Laserstrahlgeometrie großflächig abgedampft werden können. Dazu wird der Laserstrahl nicht auf einen Punkt fokussiert, sondern mit einem gleichmäßig intensiven Strahlquerschnitt angewandt. Die weiteren Anwendungsziele sind die Änderung (Vergrößerung) der Oberflächenmorphologie durch thermische Einwirkung sowie das Modifizieren der chemischen Struktur der Oberfläche. Dabei ist eine geeignete reaktive Atmosphäre mit entsprechenden Strahlungsenergien zu kombinieren. Häufig eingesetzt werden Excimer-Laser, CO_2-Laser, Neodym-YAG-Laser oder Dioden-Laser. Laserstrahlung mit geringeren Photonenenergien (im Infrarotbereich) kann durch thermische Effekte gezielt zu einem Aufschmelzen und Wiedererstarren der Metalloberfläche für Strukturen im Mikrometerbereich genutzt werden. Somit wird eine raue Oberflächenstruktur erzeugt, welche von Poren, Aufwerfungen und Hinterschneidungen gezeichnet ist und die wirksame Kontaktfläche vergrößert, die zu einer erhöhten Haftung mit dem Klebepartner führt. Des Weiteren kann die Laserbestrahlung mit einer Primer-Behandlung kombiniert werden, was speziell bei Aluminium zu einer Verbesserung der Festigkeitswerte bei Feuchtigkeitsauslagerungen führt [48].

2.3.3.4 Sol-Gel-Vorbehandlung

Eine häufig eingesetzte Variante des Sol-Gel-Verfahrens ist die Herstellung organisch-anorganischer Polymerstrukturen als dünne Beschichtung. Anwendungsgebiete sind hierbei Antikratzbeschichtungen, Antireflexionsbeschichtungen, Korrosionsschutz oder die Nutzung als haftvermittelnde Schicht zur Vorbereitung von Klebungen [49, 50]. Der Sol-Gel-Prozess ist ein Syntheseverfahren, welches auf chemischen Reaktionen beruht. Ausgangsstoff sind kolloidale Lösungen, welche als Solen bezeichnet werden und in denen Präkursoren (Partikel oder Makromoleküle) gelöst sind. Diese haben eine Größe von etwa 1–1000 nm und sind in der Regel von organischen oder anorganischen Liganden umgebene Metalle [51]. Reagieren die Präkursoren mit Wasser, so kommt es zur Hydrolyse und anschließend zu einer Kondensationsreaktion. Diese bildet aus den kondensierten Partikeln eine Netzwerkstruktur. Die am häufigsten als Beschichtung verwendete Sol-Gel-Variante basiert auf der Hydrolyse und Kondensation von Alkoxiden (Abbildung 7).

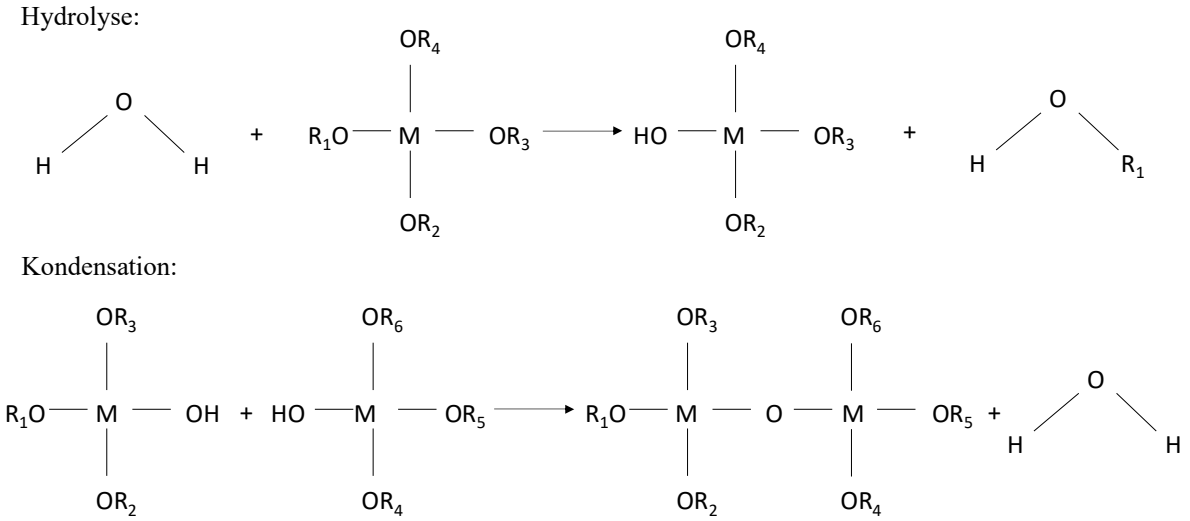

Abbildung 7: Hydrolyse und Kondensationsreaktion beim Sol-Gel-Prozess mit Alkoxiden (in Anlehnung an [52]).

Nach Ablauf der Kondensation entsteht eine feste Phase aus oligomeren Solpartikeln. Die Bezeichnung als Gel beschreibt diejenige Phase, in der sich die wachsenden Präkursormoleküle berühren und eine vernetzte trockene Schicht auf dem Festkörper bilden. Es konnte nachgewiesen werden, dass Zirkonoxid-Sol-Gel-Filme die Korrosionsbeständigkeit von Aluminium erhöhen [53]. Die Sole werden in der Regel mittels mehrerer Tauchbeschichtungen aufgebracht. Ein weiteres Verfahren an Aluminium bildet das PTFE/Silan-System mit SiO_2/TiO_2-Nanofüllstoffen [54].

2.3.3.5 Haftvermittler

Um die generell polare oxidische Oberfläche von Metallen mit den meist unpolaren Oberflächen von Polymeren zusammenzuführen, ist der Einsatz von Haftvermittlern ein häufig eingesetztes Mittel. Allgemein können Haftvermittler als Stoffe aufgefasst werden, welche die Adhäsion zwischen Fügeteil und Klebstoff oder zwischen zwei Fügeteilen verbessern. Der Aufbau der Haftvermittler-Moleküle weist in der Regel zwei unterschiedliche funktionelle Gruppen am jeweiligen Ende auf, welche durch einen Spacer getrennt werden und die spezifisch verschiedene Substrate anbinden können. Funktionalisierte organische Reste wie z.B. Epoxy-Gruppen werden genutzt, um Polymere besser anzubinden. Hydrolysierbare Gruppen wie Alkoxygruppen können durch Hydrolyse Silanole bilden und mit OH-Gruppen kovalente Bindungen zu oxidierten Metalloberflächen eingehen [9]. Die schematische Funktionsweise ist in Abbildung 8 dargestellt.

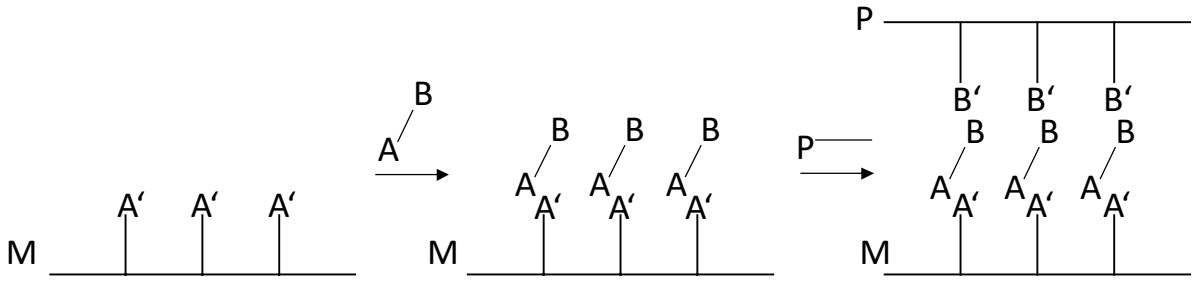

Abbildung 8: Schematische Darstellung zur Funktionsweise eines Haftvermittlers mit zwei funktionellen Gruppen (in Anlehnung an [52]).

Die funktionellen Gruppen A und B gehen meist in eine kovalente Bindung, ebenfalls möglich ist die physikalische Wechselwirkung mit den Anbindungspartnern, bei der es zu einer Verklammerung der Polymerketten kommt [55]. Je nach Anwendungsgebiet und Materialpartnern können A‘ und B‘ entsprechend gewählt werden.

Um Metalle an Polymere zu binden, werden in der Regel silanbasierte Haftvermittler aus der Gruppe der polymerbasierten Haftvermittler gewählt. Anwendungen sind vielfach im Automobilbereich zu finden, insbesondere bei der Lackierung von Metallen, Pigmenten in Lacken, Füllstoffen in Polymeren und Klebungen von Metall mit Kunststoff [9].

3 Material und Methoden

In diesem Kapitel werden die verwendeten Materialien sowie Prüfmethoden zur Untersuchung der hergestellten FML vorgestellt. Dabei wird zunächst auf mechanische Verfahren eingegangen, welche insbesondere die Haftung der Materialpartner untersuchen. Die Zielsetzung dabei ist der Vergleich verschiedener Oberflächenvorbehandlungen und Materialpaarungen, um eine favorisierte Konfiguration zu definieren. Des Weiteren wird die Entwicklung einer Prüfungsvorrichtung für Tiefungsversuche nach Nakajima [19] beschrieben, welche die Umformbarkeit des FML bei Hochtemperaturversuchen untersucht. Die Qualität der verschiedenen Oberflächenvorbehandlungen hinsichtlich ihrer Schutzfunktion vor galvanischer Korrosion wird anhand von potentiodynamischer Korrosionsmessung ermittelt. Als zerstörungsfreie Prüfmethode wird mittels Computertomografie das Verhalten der Materialpartner bei verschiedenen Temperaturen betrachtet und durch digitale Volumenkorrelation (engl. Digital Volume Correlation, DVC) quantifiziert.

3.1 Verwendete Materialien

Die verwendeten CFK-Laminate stammen von der Firma SGL Carbon GmbH. Die Halbzeuge mit Polyamid-6-Matrix beinhalten C-Fasern, welche unter dem kommerziellen Namen Sigrafil® (Sigrafil C T50-4.0/240-T140) vertrieben werden. Diese gehören zur Kategorie der HT-Fasern (High-Tensile) und haben eine Zugfestigkeit von 4,0 GPa und ein E-Modul von 240 GPa, die Fasern haben einen Durchmesser von 7 µm [56]. Für die Lagen aus Aluminium wurden zwei verschiedene Legierungen genutzt. Aluminiumfolie EN AW - Al 1050A (Firma Alujet GmbH) mit einer Dicke von 0,3 mm und einer Zugfestigkeit bis zu 95 MPa [57] sowie EN AW – Al 2024 T3 (Firma Westdeutscher Metall-Handel GmbH) mit einer Dicke von 0,305 mm und einer Zugfestigkeit bis zu 435 MPa [58]. Die Auswahl der Werkstoffe orientierte sich dabei an gängigen in der Umformtechnik genutzten Materialien. Tabelle 3 stellt eine Übersicht der Zusammensetzung der im Rahmen dieser Arbeiten genutzten Aluminiumlegierungen dar.

Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung [57, 58].

Element	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti
Gew.-% Al 1050A	0,25	0,4	0,05	0,05	0,05	-	-	0,07	0,05
Gew.-% Al 2024 T3	0,50	0,50	3,8–4,9	0,3–0,9	1,2–1,8	0,1	-	0,25	0,15

Im Vergleich mit Stahl hat Aluminium eine deutlich geringere Dichte, wobei die Festigkeits- und Steifigkeitswerte je nach Legierung mit der von Stahl vergleichbar sind. Weitere Eigenschaften der Aluminiumlegierungen sind eine gute Umformbarkeit, eine hohe Wärmeleitfähigkeit und hohe Bruchzähigkeit. Die Werkstoffeigenschaften der verwendeten Aluminiumlegierungen sind in Tabelle 4 zusammengestellt.

Tabelle 4: Mechanische Eigenschaften [57, 58].

Eigenschaft	Formelzeichen	Al 1050A	Al 2024 T3	Einheit
Dichte	ρ	2,71	2,78	g/cm^3
Wärmeleitfähigkeit	λ_W	222	121	W/(m*K)
Spezifische Wärmekapazität	k	901	875	J/(kg*K)
Zugfestigkeit	R_m	105–145	440–480	MPa
Zug-E-Modul	E	71	73,1	GPa

3.2 Prüfkörperherstellung

Alle untersuchten Proben wurden aus Hybridlaminat-Halbzeugen hergestellt, welche von der Firma SGL Carbon produziert wurden. Die Halbzeuge für ILSS-, DCB- und ENF-Probekörper bestehen aus symmetrischen CFK/Aluminium-Laminaten mit jeweils acht vorkonsolidierten UD-Lagen CF-PA-6-Tape um das Aluminiumblech mit Faserrichtung zur Längsrichtung der Proben. Für das ILSS-Screening zum Vergleich der verschiedenen Aluminiumlegierungen, Zwischenschichten und Oberflächenvorbehandlungen wurden die Aluminiumbleche in den entsprechenden Konfigurationen zwischen den UD-Lagen konsolidiert. Durch Kennzeichnung der

Randbereiche konnten je Konsolidiervorgang mehrere Bleche in ein Halbzeug eingebracht werden (siehe Abbildung 9).

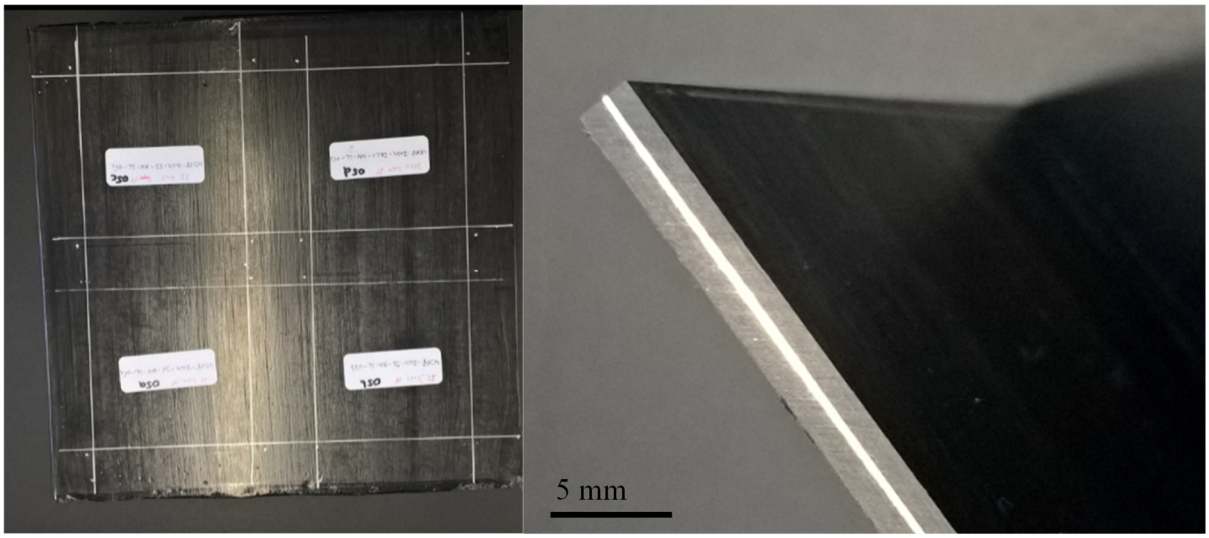

Abbildung 9: FML-Halbzeug zur Herstellung von ILSS-Probekörpern (vier verschiedene Varianten), Schnittkante im Randbereich des FML.

Für die FML-Halbzeuge bei DCB- und ENF-Prüfkörpern wurde beim Herstellungsprozess eine PTFE-Trennfolie doppellagig eingebracht. Diese befindet sich wie in Kapitel 3.4 beschrieben an der Grenzfläche zwischen Aluminium und CFK-Lage, die exakte Rissspitze wird vor dem Prüfen der Probe mittels Mikroskop genau bestimmt. Die PTFE-Trennfolie ist in Abbildung 10 im Bereich der Probennummerierung zu sehen.

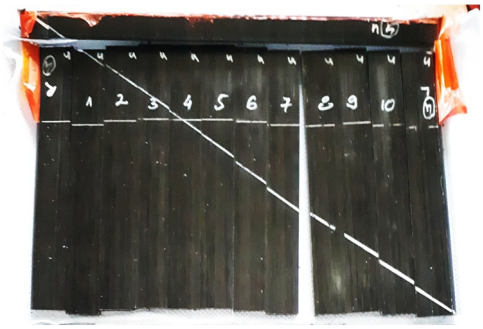

Abbildung 10: Gesägte DCB-/ENF-Probekörper mit Trennfolie (rot) für Initialriss.

Die Proben wurden mit einer Kreissäge (Mutronic Diadisc 5000 R) aus den Halbzeugen herausgesägt, dabei wurde ein Stahlsägeblatt mit Kühlschmierstoff verwendet. Anschließend wurden alle Proben gemäß der jeweiligen Norm ausgemessen. Für die DCB-Proben wurden Lasteinleitungsblöcke mittels Zwei-Komponenten-Klebstoff 9411 technicoll (Ruderer Klebetechnik GmbH) aufgeklebt.

3.3 Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit

Zur Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit (engl. Apparent Interlaminar Shear Strength, ILSS) wird ein Versuchsaufbau in Anlehnung an DIN EN 2563 [59] genutzt. Alle Lagen im Verbund sind dabei gemäß Norm in Längsrichtung der Probe ausgerichtet, wie in Abbildung 11 links dargestellt. Maximale Schubspannungen τ treten bei Belastung in der mittleren Lage, also der Symmetrieebene des Probekörpers auf. Es gilt:

$$\tau = \frac{3\,F}{4\,bh} \tag{3.1}$$

Die Dimensionen der CFK-Probekörper sind mit einer Länge von l = 20 mm, Breite b = 10 mm und einer Höhe von h = 2 mm vorgegeben. Die Radien von Prüfstempel R_S und Auflager R_a sind mit $R_S = R_a$ = 3 mm definiert.

Die Symmetrieebene der hybriden Probekörper ist im Gegensatz zu reinen CFK-Proben leicht außermittig, da die metallische Schicht die Mittelebene einnimmt. Somit ist die Gleichung 3.1 zur Berechnung der maximalen Schubspannung für diesen Fall fehlerbehaftet. Da die metallische Schicht im Vergleich zur Gesamtprobenkörperdicke gering ist, wird davon ausgegangen, dass die Grenzflächen zwischen Metall und CFK aufgrund der parabelförmigen Schubspannungsverteilung nahe der maximalen Schubspannung liegen. In Arbeiten von Monden [60] konnte gezeigt werden, dass das Versagen an den Grenzflächen zwischen Metall und CFK initiiert wird. Der Aufbau für den ILSS-Test ist in Abbildung 11 rechts schematisch dargestellt.

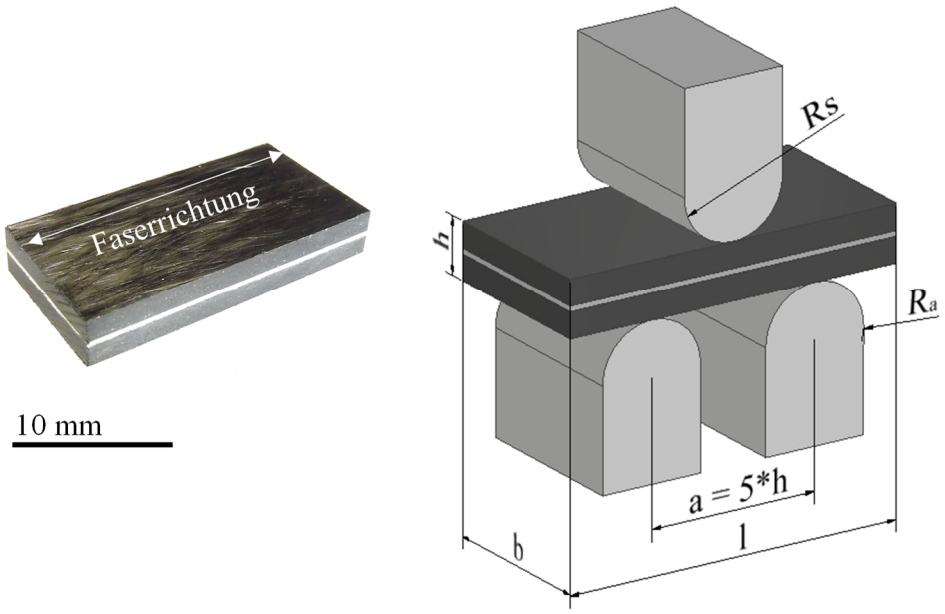

Abbildung 11: CFK-Aluminium-Probekörper (links), schematischer Versuchsaufbau der ILS-Prüfung (rechts).

Neben der leicht außermittigen Grenzfläche gibt es weitere Fehlerquellen, welche Einfluss auf die Versagensart der Probe haben. Durch die Druckbelastung der Probe durch den Stempel besteht die Möglichkeit des Druckversagens des Laminats. Darüber hinaus kann es zu lokalem Schubknicken in der Probe kommen. Beide Schädigungsvarianten werden in der Kraft-Weg-Kurve als Signatur erkennbar, dürfen jedoch nicht zur Bestimmung der maximalen Schubspannung genutzt werden. Detaillierte Beschreibungen dieser Versagensvarianten werden von Whitney [61] und Bleier [62] gegeben. In Abbildung 12 wird der Schubspannung-Weg-Verlauf von ILSS-Prüfkörpern aus CFK und Aluminium als Beispiel für einen typischen Versuchsablauf gezeigt.

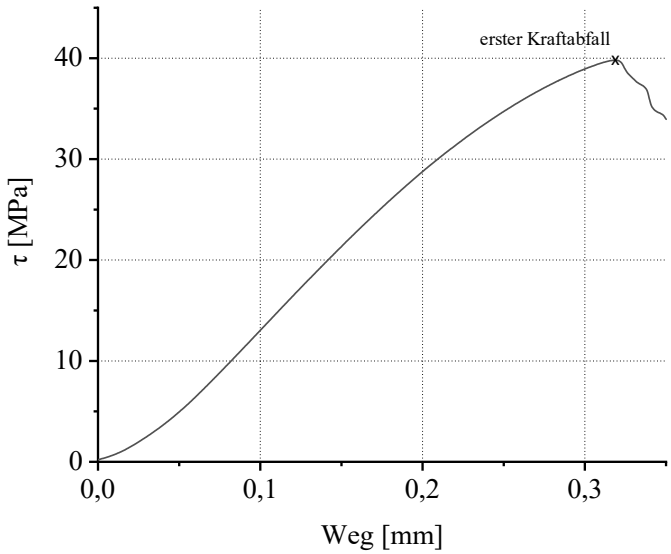

Abbildung 12: ILSS-Versuch mit Schubspannungs-Weg-Verlauf. Die ersten Kraftabfälle entsprechen nicht immer der Maximalkraft beim Versuch.

Unter Berücksichtigung der potenziellen Fehlerquellen wird der Versuchsaufbau nach DIN EN 2563 genutzt, um einen Vergleich zwischen den verschiedenen Oberflächenvorbehandlungen, Materialpaarungen und Auslagerungszuständen zu ziehen. Dabei soll insbesondere die Grenzflächenfestigkeit der jeweiligen Konfigurationen betrachtet werden um die favorisierten Materialpaarungen für weitere bruchmechanische Untersuchungen zu finden. Die ermittelten Werte für τ können nicht als allgemeingültige mechanische Kennwerte angesehen werden, sie werden im Rahmen des Material-Screenings als Vergleichswerte zur Ermittlung der besten Materialkonfiguration genutzt.

3.4 Bruchmechanik

Um interlaminare Ablösungen einzelner Laminatschichten in FKV vorhersagen zu können, ist es wichtig, die Belastungsschwellen für die jeweiligen Delaminationsmodi zu kennen. Delaminationen sind äußerlich oft nicht erkennbar, können jedoch zu einer deutlichen Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften, insbesondere der Druckfestigkeit führen. In Abbildung 13 sind die drei Delaminationsmodi skizziert. Modus I beschreibt eine Delaminationsbelastung, welche das Ablösen der Lagen durch Normalbelastung auf die Schichtebene bewirkt. Modus II beschreibt eine Delamination parallel zur Faserrichtung an der Grenzfläche, Modus III eine Delamination quer zur Faserrichtung.

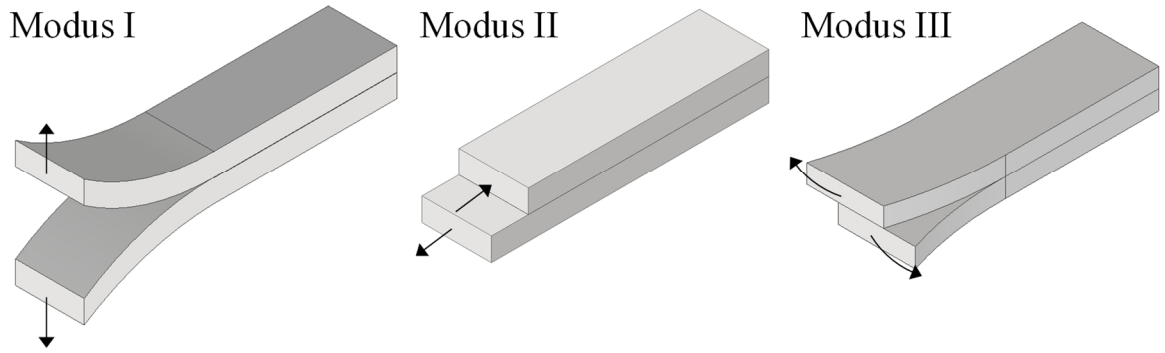

Abbildung 13: Delaminationsmodi.

Den Modi werden jeweils kritische Energiefreisetzungsraten zugeordnet und mit G_{Ic}, G_{IIc} und G_{IIIc} bezeichnet. In den Kapiteln 3.4.1 und 3.4.2 wird die für FML adaptierte Prüfmethodik bei Modus I- und Modus II-Belastungen beschrieben.

3.4.1 Bestimmung der Modus I-Energiefreisetzungsrate

Die Prüfung reiner CFK-Probekörper auf Modus I-Belastungen wird in der Norm ASTM 5528-01 [63] beschrieben. Neuartige Ansätze [64, 65] nutzen diese standardisierte Testmethode für die Prüfung von FML, da die zugrundeliegenden Prinzipien für monolithische

FVK-Materialien und hybride Werkstoffe identisch sind. Dabei wird das Gleichgewicht zwischen elastischer Energie, welche durch die Zug-Prüfmaschine in den Probekörper eingebracht wird, und dem Rissfortschritt an der Grenzfläche betrachtet. Die Form der Probekörper orientiert sich an der DCB-Form (Double Cantilever Beam) und hat zusätzlich zu den vorgesehenen Biegebalken die eingebrachte Zwischenschicht aus Aluminium, an deren Grenzfläche auf einer Seite zwischen Aluminium und CFK durch das Einlaminieren einer Trennfolie ein Initialriss an einer Probenseite realisiert werden kann. Der Prüfkörper wird im Versuchsdurchlauf auseinandergezogen und so rissöffnend belastet. Die Lasteinleitung erfolgt über aufgeklebte Lasteinleitungsblöcke (Abbildung 14). Für die Prüfkörper-Abmaße sind für die Länge *l* mindestens 125 mm vorgeschrieben, die Breite *b* kann zwischen 20 und 25 mm und die Höhe *h* von 3 bis 5 mm gewählt werden. Als a_0 wird die Anfangsrisslänge bezeichnet, sie beschreibt den Abstand von der Rissspitze bis zur Achse der Krafteinleitung.

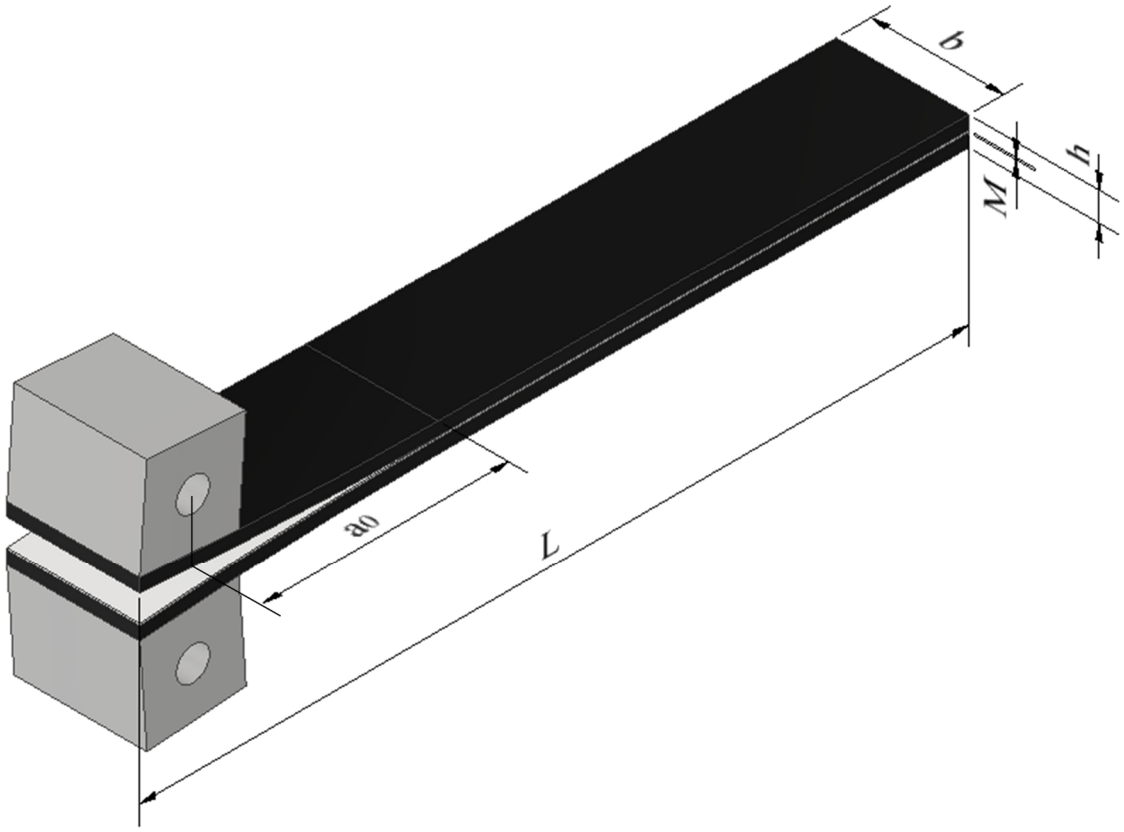

Abbildung 14: Abmessungen der DCB-Probekörper mit aufgeklebten Lasteinleitungsblöcken. M bezeichnet die Dicke der Metallschicht bei FML.

Um den Rissfortschritt während des Versuchs zu überwachen, können unterschiedliche Methoden genutzt werden. Eine Möglichkeit bildet die Überwachung des Rissfortschritts mittels optischer Messsysteme. Eine weitere Möglichkeit, welche in dieser Arbeit verwendet wird, bietet der Einsatz akustischer Messsysteme. Dabei werden auf beiden Seiten der Rissspitze

Schallsensoren (engl. acoustic emission (AE) sensor) auf der Probe appliziert. Beim Risswachstum entstehen Schallsignale, welche durch den Laufzeitunterschied eine Ortung der Rissspitze zulassen [66]. Abbildung 15 zeigt die Lage der AE-Sensoren auf der Probe.

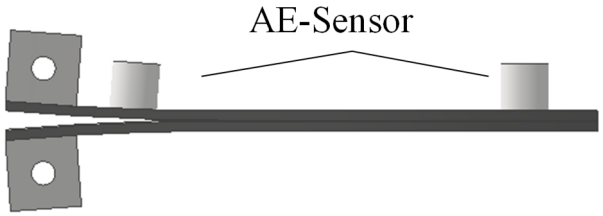

Abbildung 15: FML-Prüfkörper mit AE-Sensoren zur Ortung der Rissspitze.

Der Rissfortschritt Δa in Abhängigkeit von der Kraft F und der Abstand δ der beiden Biegebalken wird benötigt, um die Energiefreisetzungsrate G_I zu bestimmen. Im Rahmen dieser Arbeit wird zur Auswertung der Ansatz der modifizierten Balkentheorie-Methode (MBT) genutzt [67]. Weitere Möglichkeiten, G_I aus DCB-Versuchen zu bestimmen, bilden die Balkentheorie (BT), die modifizierte Compliance Calibration-Methode (MCC) sowie die Compliance Calibration-Methode (CC). Eine Übersicht hierzu findet sich in [64].

Die MBT-Methode nutzt folgenden Zusammenhang aus den beim Versuch ermittelten Werten:

$$G_I = \frac{3F\delta}{2b(a + |\Delta|)} \tag{3.2}$$

Dabei wird $|\Delta|$ mit einer Ausgleichsgerade der Nachgiebigkeit $C^{1/3}$ (engl. Compliance) über a bestimmt, C ist dabei wie folgt definiert:

$$C = \frac{\delta}{F} \tag{3.3}$$

Die Rissöffnung wird um den Wert $|\Delta|$ verlängert und berücksichtigt damit die Rotation der Biegebalken. Die Ausgleichsgerade von $C^{1/3}$ über a wird mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate ermittelt und bis zum x-Achsenabschnitt verlängert. Der Abstand bis zu Ursprung entspricht nun $|\Delta|$.

Neben der experimentellen Ermittlung der G_I -Werte ist es auch möglich, markante Punkte des Kraft-Weg-Verlaufs zu nutzen, um Energiefreisetzungsraten verschiedener Proben zu vergleichen. Eine Möglichkeit zur Bestimmung der kritischen Energiefreisetzungsrate G_{Ic} bietet

der Beginn des nichtlinearen Kurvenverlaufs bei erstmaliger Belastung, welcher in Abbildung 16 durch das Abweichen der schwarzen Versuchskurve von der roten Steigungsgeraden dargestellt ist. Mit G_{Ic}^{VIS} kann die Energiefreisetzungsrate beim ersten Versagen der Probe beschrieben werden, welche sich durch eine Signatur im Kraft-Weg-Diagramm nach Einsetzen des nicht-linearen Bereichs auszeichnet.

Die Bestimmung der Energiefreisetzungsrate bei FML wird darüber hinaus durch thermische Eigenspannungen im Material beeinflusst. Eine Korrektur des thermischen Einflusses führt zu einer Senkung der G_{Ic}-Werte und ist für die strukturmechanische Auslegung von Hybridlaminaten ein wichtiger Faktor. Im Rahmen dieser Arbeit wird die Energiefreisetzungsrate genutzt, um den Einfluss verschiedener Oberflächenvorbehandlungen und Zwischenschichten zu untersuchen. Die Bindungskräfte zwischen den Materialpartnern steigen bei geeigneten Vorbehandlungen und führen damit zu höheren Energiefreisetzungsraten. Die Konsolidierung der FML erfolgt bei gleichen Parametern, daher wird auf eine Anpassung durch einen thermischen Korrekturfaktor verzichtet.

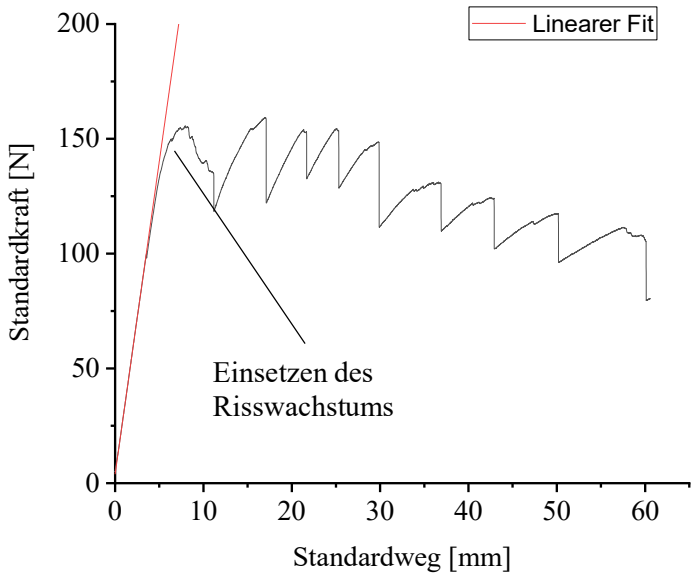

Abbildung 16: DCB-Versuch mit FML aus PA-6-basiertem FKV und Aluminiumschicht. Der Rissfortschritt wächst sprunghaft um jeweils mehrere Millimeter.

3.4.2 Bestimmung der Modus II-Energiefreisetzungsrate

Das standardisierte Prüfverfahren zur Bestimmung der Modus II-Energiefreisetzungsrate G_{II} ist in ASTM D7905 [68] beschrieben. Dabei wird die Modus II-Belastung in der Norm mittels Dreipunktbiegeversuch (3-Point End-Notched Flexure-Test (ENF-Test)) durchgeführt und ist für UD-CFK-Prüfkörper definiert. An einem Ende ist der Probekörper hierfür mit einem Initialriss versehen, welcher erneut durch das Einbringen von Trennfolie zwischen Metall und CFK

erzeugt wird. Im Rahmen dieser Arbeit wird dieser Versuch für Bewertungen der G_{IIc} von FML genutzt.

Wie bei der Herstellung der Proben für DCB-Versuche in Kapitel 3.4.1 beschrieben, werden bei ENF-Proben Trennfolien zwischen Metallschicht und CFK bei der Herstellung einlaminiert, welche eine definierte Initialrisslänge erzeugen. Diese muss nach ASTM D7905 eine Mindestlänge von $a_i = l' + a_0 = 45$ mm besitzen (Abbildung 17). Die Probe hat eine Länge von mindestens 115 mm, eine Breite b zwischen 19 und 26 mm und eine Dicke h zwischen 3,4 und 4,7 mm. Der Stempel mit Radius $R = 5$ mm drückt auf die Probe, welche auf den Auflagern mit einem Radius von $R_a = 3$ mm liegt. Der Abstand dieser voneinander beträgt $D = 2l = 100$ mm. Gemessen vom Auflager ergibt sich dabei eine effektive Risslänge von $a_0 = 30$ mm.

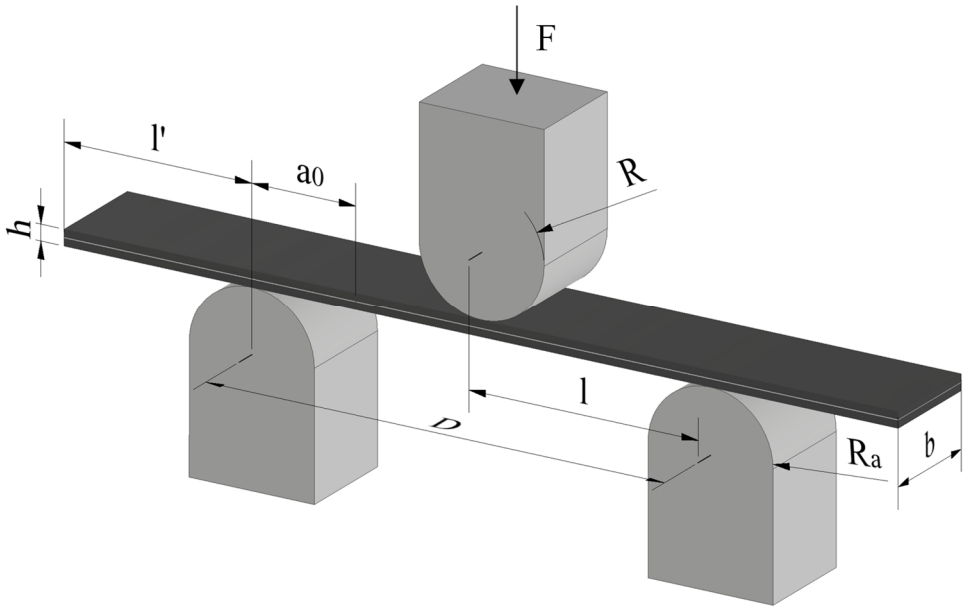

Abbildung 17: Schematischer ENF-Aufbau.

Während des Versuchs wird die aufgebrachte Kraft F in Abhängigkeit der Durchbiegung δ aufgezeichnet. Die Durchbiegung entspricht dem Verfahrweg der Traverse. Bei Auftreten eines starken Lastabfalls ist von einem Eintreten des Rissfortschritts auszugehen und die Prüfung wird beendet. In Abbildung 18 ist ein exemplarischer Kraft-Durchbiegungsverlauf einer FML-Probe mit $a_0 = 30$ mm dargestellt.

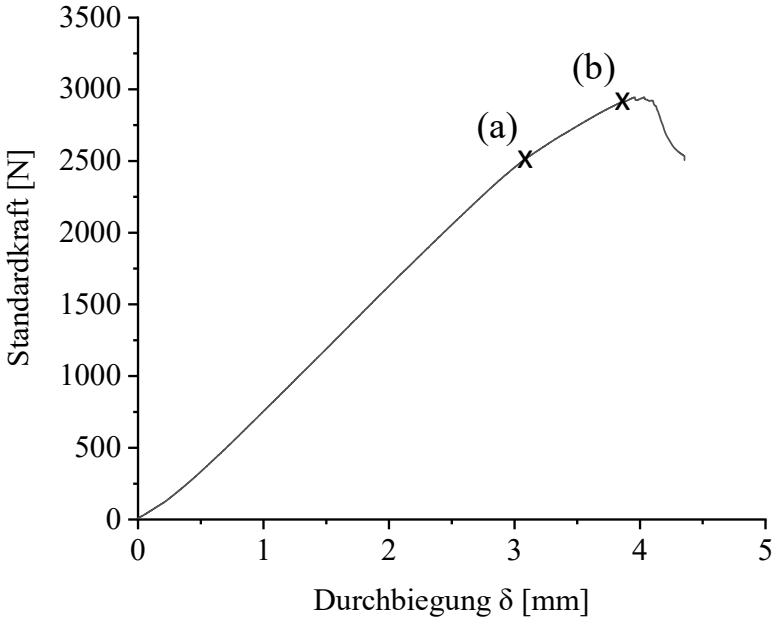

Abbildung 18: Kraft-Durchbiegungsverlauf einer FML-Probe. Mit Hilfe eines akustischen Messsystems kann ein potenzielles Risswachstum (a) vor F_{max} (b) erkannt werden, um so die Energiefreisetzungsrate zu korrigieren.

Um die Energiefreisetzungsrate G_{II} aus den ermittelten Versuchsdaten zu bestimmen, wird im Rahmen dieser Arbeit die Compliance Calibration-Methode (CC) für ENF-Versuche nach Davidson et al. [69–71] genutzt. In den Arbeiten von Both und Monden [64, 65] wurde diese Methode bereits erfolgreich an FML-Materialien umgesetzt. Für die Ermittlung von G_{II}muss zunächst die Nachgiebigkeit *C* bei unterschiedlichen effektiven Risslängen ermittelt werden. Hierfür werden neben der Probe mit a_0 = 30 mm zwei weitere Proben mit a_{20} = 20 mm und a_{40} = 40 mm getestet. Anschließend werden die Proben auf die Hälfte der erwarteten Versagenslast belastet, so dass es noch nicht zu einem Risswachstum kommt. Die ermittelten Nachgiebigkeiten werden über die Risslänge a^3 aufgetragen, über die Ausgleichsgerade wird anschließend die Geradensteigung *m* ermittelt, welche zur Ermittlung der Energiefreisetzungsrate nach der *CC*-Methode benötigt wird:

$$G_{II} = \frac{3mF^2a_0^2}{2b} \tag{3.3}$$

Da die maximale Kraft F_{max} in ASTM D7905 zur Bestimmung von G_{IIc} herangezogen wird, wird davon ausgegangen, dass hier erstmalig ein Wachsen des Risses erfolgt. In Arbeiten von Monden [65] konnte mittels begleitender digitaler Bildkorrelation (engl. Digital Image Correlation, DIC) gezeigt werden, dass es in einigen Fällen bereits vor Erreichen von F_{max} zu einem

Rissfortschritt kommen kann, wodurch die Energiefreisetzungsrate überschätzt wird. Um diesen möglichen Fehler zu minimieren, wurde bei allen ENF-Versuchen ein akustisches Messsystem genutzt, welches mittels akustischem Sensor das Entstehen von Defekten überwachen kann. Die Sensorintegration im Prüfstempel wird in Abbildung 19 dargestellt.

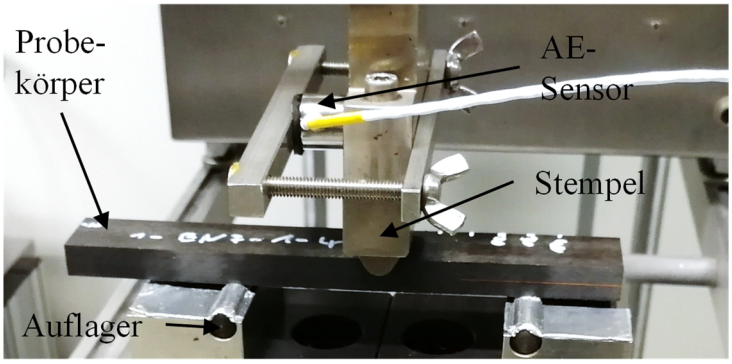

Abbildung 19: In den Aufbau wird ein AE-Sensor integriert, um potenzielles Risswachstum vor F_{max} zu detektieren.

Da die künstlich eingebrachten Initialrisse für die DCB- und ENF-Proben auf einer Seite der Aluminiumschicht liegen, führen sie zu einem leicht unsymmetrischen Aufbau der Probekörper. Zusammen mit den thermisch induzierten Eigenspannungen entstehen zwei weitere mögliche Fehlerquellen, welche Einfluss auf die Energiefreisetzungsraten haben. Eine Möglichkeit, den Einfluss von unsymmetrischen Laminataufbauten zu quantifizieren, wird von Nairin [72] vorgestellt, die Berücksichtigung thermischer Einflüsse von Yokozeki [73].

Da die Dicke der Aluminiumschicht mit 0,3 mm nur einen geringen Einfluss auf die Symmetrie hat und die Modus I/II Untersuchungen vorrangig zum Vergleich der Oberflächenvorbehandlungen verwendet werden, wird auf die Verwendung weiterer Korrekturfaktoren verzichtet.

3.5 Adaption des Tiefungsversuchs nach Nakajima

Zur Untersuchung der Tiefzieheigenschaften von Aluminium und den neu entwickelten FML wurde am Institut für Materials Resource Management im Rahmen dieser Arbeit und des Projekts MAI CC4 HybCar [74] ein Prüfstand für Nakajima-Versuche bei Temperaturen bis 250 °C neu entwickelt [75], welcher in Abbildung 20 dargestellt wird. Für die Geometrie der Werkzeuge und Proben wurde die Norm DIN EN ISO 12004-2 [19] als Vorlage herangezogen. Grundplatte und Matrize haben einen Außendurchmesser von 190 mm (in Abbildung 21 mit Orange/Grün gekennzeichnet) und eine Öffnung mit einem Durchmesser von 110 mm. Zudem verfügen beide über eine angeraute Innenseite, um einem Ausziehen der Probe entgegenzuwirken. Zusätzlich hat die Matrize einen Radius von 10 mm an der Innenkante, um ein Abscheren

der Probe zu verhindern. Die Klemmung der Probe erfolgt durch Verschraubung der Platten mit vier M8-Schrauben. Die 50-kN Prüfmaschine (Kappa DS, Zwick/Roell) verfährt den Stempel mit einer durch einen Schrittmotor gesteuerten Traverse. Der Aufbau ist für Kräfte bis 70 kN konstruiert und getestet und kann somit in der im Rahmen dieser Arbeit genutzten Prüfmaschine bis zur Maximallast von 50 kN belastet werden. Für Arbeiten in kleineren Prüfmaschinen wurden weitere, kürzere Verlängerungsstangen aus Edelstahl gefertigt, welche bis zu 25 kN belastet werden können.

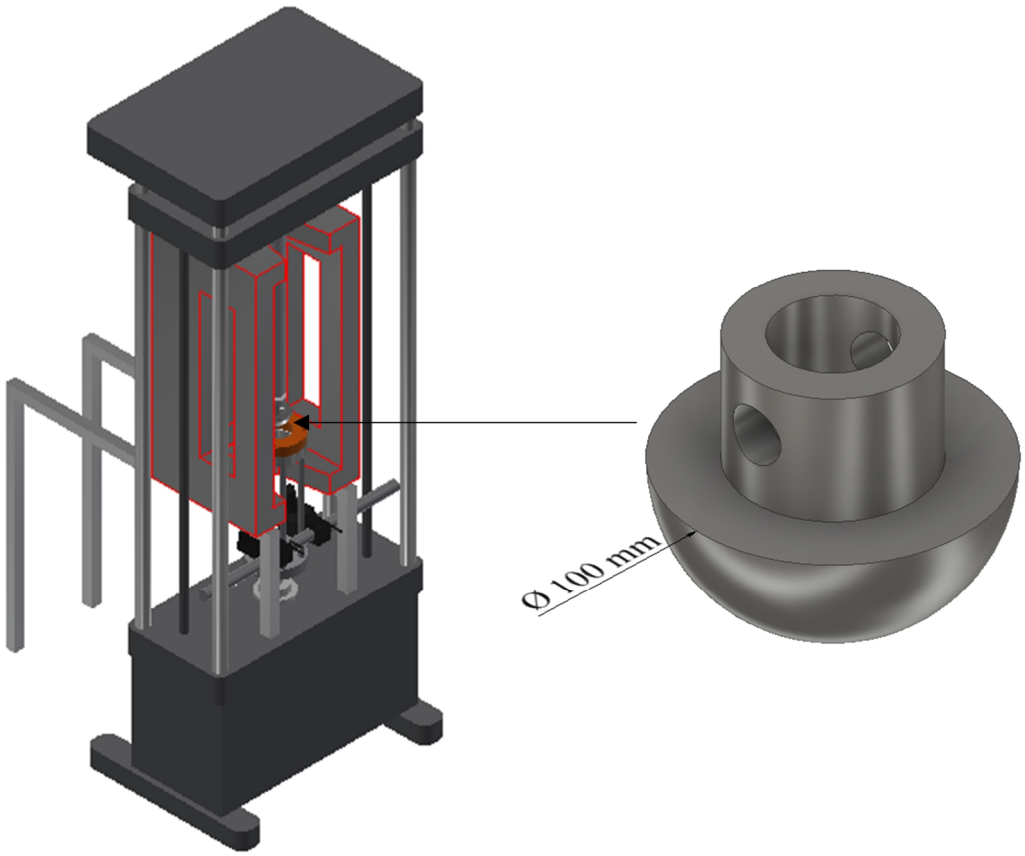

Abbildung 20: Übersicht der neu entwickelten Konstruktion zur Durchführung von Nakajima-Versuchen bei Temperaturen bis zu 250 °C. Der in die Prüfmaschine integrierte Ofen ist rot umrandet. Rechts ist die halbkugelförmige Stempelgeometrie mit einem Durchmesser von 100 mm für das Nakajima-Formgebungsverfahren abgebildet.

Um die gewünschte Temperatur zu erreichen und eine gleichmäßige Erhitzung des Aufbaus zu ermöglichen, sind in die Matrize (Grün in Abbildung 21) zusätzlich vier Heizpatronen mit einer Heizleistung von insgesamt 280 W integriert. Der Umluftofen kann auf eine Maximaltemperatur von 250 °C geregelt werden. Durch die Wärmeabfuhr der nach Außen verbundenen Werkzeuge müssen die Heizpatronen auf 270 °C geregelt werden, um die eingespannten Proben auf 240 °C zu erhitzen. In Kapitel 4.5 sind die Temperaturverläufe an Probekörper, Werkzeug und Ofen, die im Rahmen eines Vorversuchs ermittelt wurden, detailliert abgebildet.

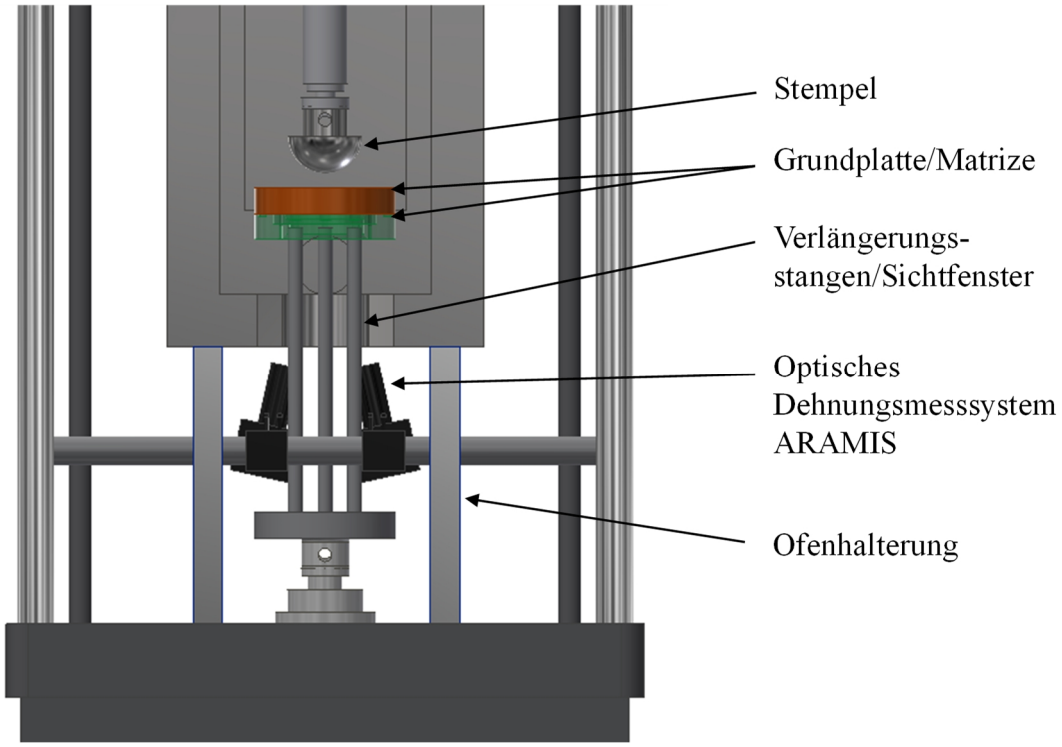

Abbildung 21: Detailansicht Prüfraum. Die außermittigen Verlängerungsstangen ermöglichen die Einsicht für das ARAMIS System auf die Probenoberfläche während der Messung.

Die Regelung der Heizpatronen erfolgt am Thermoelement zwischen Grundplatte und Matrize. Der Temperaturverlauf in der Probe wird parallel während des Versuchs aufgezeichnet. Es wurde darauf geachtet, ein ausreichend dünnes Thermoelement zu verwenden, um den Einfluss durch das Einpressen auf die Probekörper zu minimieren. Dieses wurde im Randbereich der Probe außerhalb des relevanten Prüfbereichs appliziert.

Da durch die Dimensionen der Stempelverlängerung und der Verlängerungsstangen durch die Ofenhalterung Abweichungen zur Mittelachse entstehen können, wurde nachträglich ein Zentriersystem konstruiert, welches den Stempel mittels Rollenlager in die Probenmitte leitet. Diese Rollenlager können Radialkräfte bis zu 2 kN bei den Umformtemperaturen von 250 °C aufnehmen. Abbildung 22 zeigt den nachträglich implementierten Zentrierring mit vier integrierten Rollenlagern.

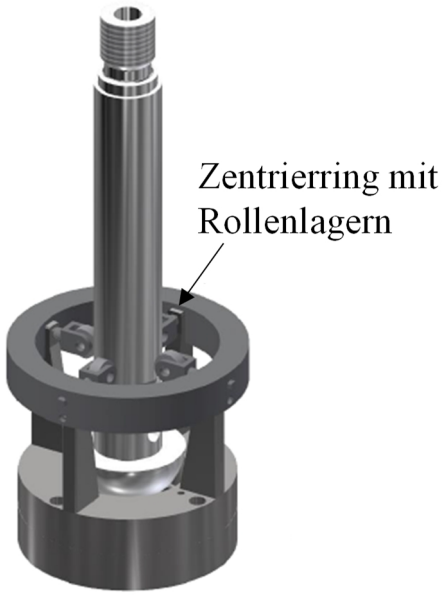

Abbildung 22: Um das mittige Eindrücken der Probe zu gewährleisten, wird der Stempel mittels Rollenlager auf die Probenmitte zentriert.

Abbildung 23 zeigt die Geometrie der Probenkörper, welche für die Ermittlung der Formänderung benötigt wird. Für die Versuche wurden die Parameter R_I = 30 mm, R_A = 80 mm S_H = 25 mm und Stegbreiten von S_B = 30 mm, 50 mm, 70 mm, 90 mm sowie ein Vollkreis gewählt. Wird der Vollkreis belastet, so kommt es zu einer gleichmäßigen Formänderung in Haupt- und Nebenrichtung, bei der Stegbreite S_B = 30 mm wird die Probe annährend uniaxial belastet.

Für eine korrekte Auswertung nach Norm ist die Rissinitiierung im Bereich der Probenmitte notwendig. Besonders wichtig ist daher, ein passendes Schmierstoffsystem für den Bereich zwischen Stempel und Probe zu wählen, welches auch den Anforderungen erhöhter Temperaturen gerecht wird. Wenn die Probe nicht entlang des polierten Stempels gleiten kann, verfälscht dies die Belastungszustände und es kann zu verstärkten Dehnungen und zum Versagen der Probe im Randbereich kommen. Für die Versuche bei erhöhter Temperatur sind klassische Schmiersysteme aus Fett, Weich-PVC oder Öl nicht nutzbar, deshalb wurde ein Schmierstoffsystem aus Grafitgleitfolie in Kombination mit grafitbasiertem Gleitspray gewählt.

Da metallische Bleche und Bänder fertigungsbedingt anisotrope Werkstoffeigenschaften zeigen, ist es notwendig, die Ausrichtung der Probengeometrie an der Walzrichtung und damit den niedrigeren Grenzformänderungswerten vorzunehmen. Für Stahlwerkstoffe empfiehlt die Norm DIN EN ISO 12004-2 eine Ausrichtung des Stegs von 90° zur Walzrichtung, bei Aluminium wird empfohlen, die Walzrichtung längs des Stegs auszurichten, um damit die jeweils schwächere Richtung im Material zu prüfen.

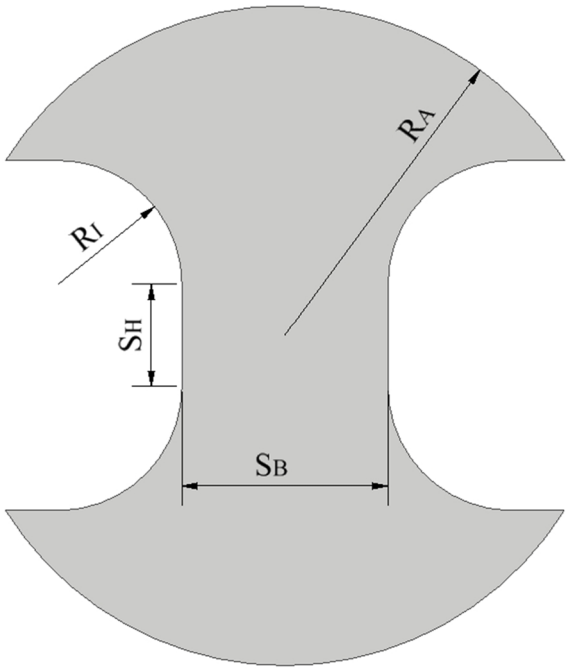

Abbildung 23: Probengeometrie für den Nakajima-Versuch. S_B kann in mindestens fünf verschiedenen Breiten bis hin zum Vollkreis gewählt werden.

Die Verformungen werden mittels optischem Dehnungsmesssystem in-situ gemessen. Das Messsystem ARAMIS 4M der Firma GOM GmbH erfasst kontinuierlich die Verformung an der Probenoberfläche mit zwei CCD Kameras und kann anhand eines auf der Probe applizierten stochastischen Musters die Dehnungen hochaufgelöst erfassen. Das Muster besteht dabei aus einer Grundierung mit matt-weißer Farbe, welche Reflexionen bei der Aufnahme minimieren soll sowie einer schwarzen Punkte-Musterung, welche je nach Abstand zum Kamerasystem unterschiedlich feine Texturen haben kann. Da es zu hohen Verschiebungen senkrecht zum DIC-System kommt, wurden die Messungen in 3D durchgeführt. Um die Dehnungen zu ermitteln, dient das Ausgangsbild vor Beginn der Umformung als Referenz. In regelmäßigen Abständen während des Versuchs wird nun mit einer entsprechend zur Versuchsdauer gewählten Bildrate eine Aufnahme der Probe gemacht und die Dehnungen werden zu jedem Bild berechnet. Eine umfassende Beschreibung hierfür findet sich in Sause [66].

Die ortsabhängige Auswertemethode nach ISO 12004-2 empfiehlt zur Auswertung der Haupt- und Nebenformänderung die Schnittlinienmethode. Hierfür wird das optische Messsystem mit einer Bildaufnahmefrequenz von 10 Hz genutzt, um eine ausreichende zeitliche Auflösung bei der Rissentstehung an der Probe zu gewährleisten. Die Auswertung wird dabei am letzten Bild vor dem Reißen der Probe empfohlen, sie kann aber auch an der gerissenen Probe durchgeführt werden. Am Versagenspunkt der Probe werden nun die Dehnungsverteilungen an mindestens drei verschiedenen Geraden um die Rissausrichtung abgebildet.

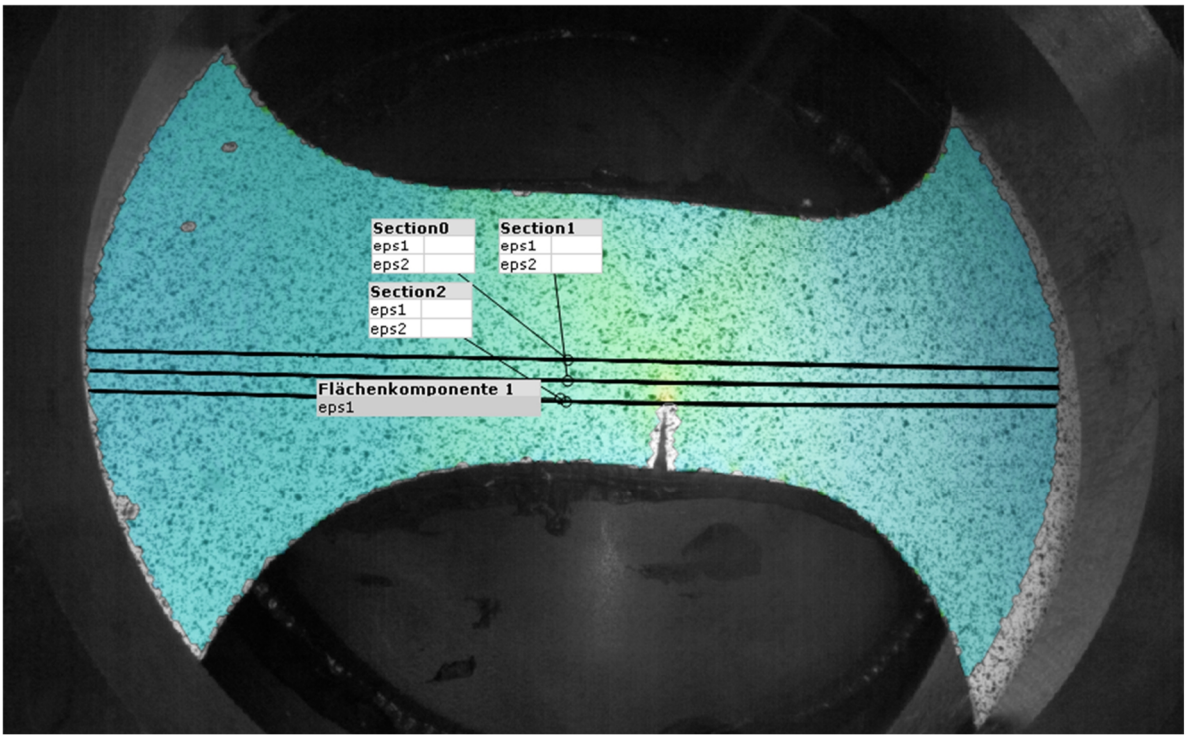

Abbildung 24: Bildaufnahme einer Aluminiumprobe mit stochastischem Muster mittels ARAMIS System bei Rissbeginn.

Bei Vollkreisproben werden die Geraden senkrecht zur Rissrichtung gelegt, bei Proben mit Steg erfolgt die Auswertung parallel zu den Ausschnitten. Die Formänderungen φ_1 und φ_2 werden anschließend in Abhängigkeit von der Schnittlinienlänge dargestellt. Im nächsten Schritt wird die zweite Ableitung der Hauptformänderung gebildet, um die Wendepunkte zu bestimmen. Innerhalb der Wendepunkte wird davon ausgegangen, dass die Werte der Haupt- und Nebenformänderung zu instabil für eine korrekte Auswertung sind und die Maximal- bzw. Minimalstellen werden mit einer inversen Parabel 2. Ordnung interpoliert (Abbildung 25). Die Werte der drei ausgewerteten Geraden pro Probe werden als Datenpunkte für die Grenzformänderungskurve genutzt. Die Auswertung der Grenzformänderungskurve wurde mit Hilfe der ARAMIS Auswertungs-Software GOM Correlate durchgeführt. Die Auswertung mittels Parabelfit bewertet die Grenzformänderungen teilweise zu konservativ, da sie anfällig für Dehnungsschwankungen ist, welche aufgrund von Verunreinigungen im Werkstoff oder Reibung zwischen Stempel und Probe auftreten können [35, 76].

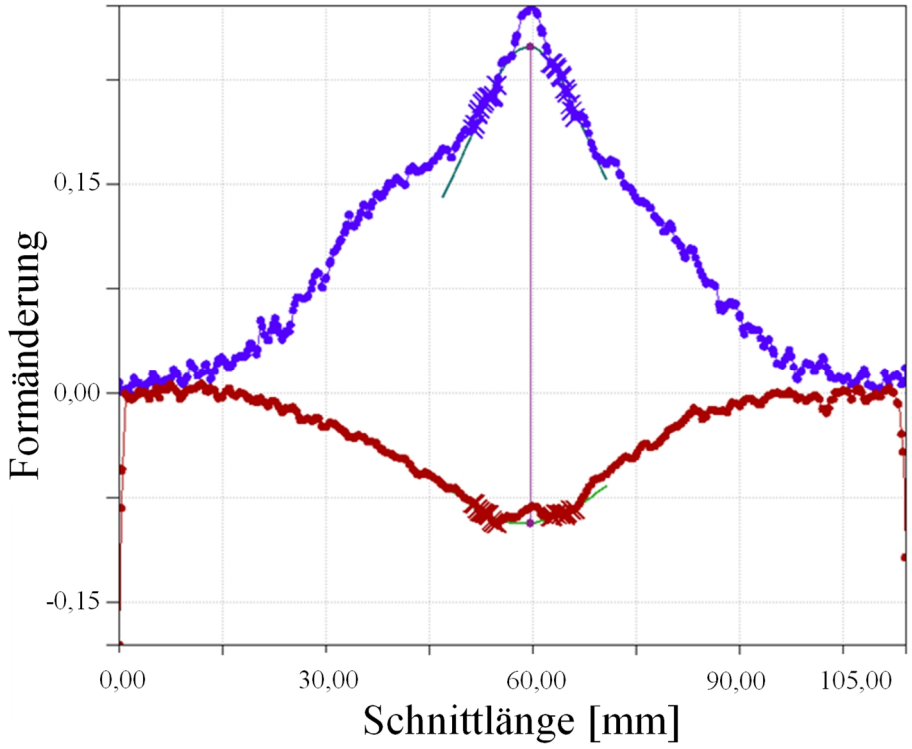

Abbildung 25: Haupt- und Nebenformänderung über die Schnittlänge mit Parabelfit zur Bestimmung von Maximum bzw. Minimum der kritischen Formänderungen.

3.6 Potentiodynamische Polarisationsmessungen

Aluminium sowie Aluminiumlegierungen zeigen verschiedene Korrosionsarten und Korrosions-Mechanismen welche in der Literatur bereits ausführlich dokumentiert sind [77, 78]. Zwar ist das grundlegende Prinzip bei allen Korrosionsvorgängen gleich, jedoch machen es physikalisch-chemische, technisch-mechanische oder metallurgische Einflüsse notwendig, das Phänomen weiter zu klassifizieren. Lochfraß-, Spalt- und Spannungsrisskorrosion sind lokal begrenzte Varianten und können an den entsprechenden Stellen an Fehlstellen in Passivfilmen oder Mikroporen zu hohen Korrosionsgeschwindigkeiten führen. Flächenkorrosion tritt gleichmäßig auf der Oberfläche eines Materials auf und kann durch die Kenntnis der Abtragungsdauer mit in die Bauteilentwicklung eingeplant werden. Interkristalline Korrosion kann zu Zersetzung einer Legierung im Korngrenzen-Bereich führen. Im Fall von Metall-CFK-Hybridlaminaten spielt die galvanische Kontaktkorrosion die wichtigste Rolle, da der Kontakt zweier Materialien mit unterschiedlichem elektrochemischem Potential zu einer beschleunigten Korrosion des unedleren Materials führt.

Das Standard-Gleichgewichtselektrodenpotenzial von Aluminium beträgt E_{Al} = -1,66 V. Trotz dieser hohen thermodynamischen Triebkraft ist Aluminium oberhalb dieses Potentials

sehr beständig. Grund dafür ist die elektrisch isolierende Passivschicht auf der Oberfläche, welche durch die Ausbildung von Oxid- und Hydroxygruppen entsteht. Das Korrosionspotenzial von Aluminium steigt als Folge der Deckschichtbildung auf E_{Corr} = -0,67 V [77].

Bei der Kombination von Aluminium mit kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen kann es zur galvanischen Elementbildung kommen. Diese kann entstehen, wenn eine edlere Kathode (C-Fasern), eine unedlere Anode (Aluminium), ein elektrisch leitender Kontakt und das gleichzeitige Benetzen mit Elektrolyten gemeinsam auftreten. Die Korrosionsgeschwindigkeit ist dabei abhängig von der Potenzialdifferenz der Kontaktpartner sowie dem Flächenverhältnis von Anode zu Kathode. Die in Kapitel 2.3.3 beschriebenen Oberflächenvorbehandlungen sollen die elektrische Trennung der Fügepartner verbessern und so das Risiko der Ausbildung von galvanischen Elementen minimieren. Besondere Vorsicht ist selbst nach Optimierung der Oberflächen an Verbindungselementen wie z.B. Schrauben und Nieten geboten, da hier durch Span- oder Rissbildung elektrische Brücken zwischen den Materialpartnern entstehen können.

Eine korrosionstechnische Charakterisierung der verschiedenen Oberflächenvorbehandlungen und ihr Einfluss auf die Korrosionseigenschaften von Aluminium kann mittels elektrochemischer Untersuchung ermittelt werden. Generell kann je nach gewählter Methode eine Quantifizierung des Korrosionspotenzials in Abhängigkeit von elektrischen Größen wie Strom, Spannung und Widerstand mit einfachen Probekörpern durchgeführt werden. Die Umgebungsbedingungen werden vereinfacht angenommen und die Versuchsergebnisse sind dabei abhängig von eingesetztem Elektrolyt und Versuchsparametern. Dabei ist es wichtig, die Versuchsergebnisse und mögliche elektrochemische Schädigungsmechanismen entsprechend zu interpretieren und gegebenenfalls um weitere Korrosionsprüfungen zu ergänzen. Die Auslagerung in Klimakammern bietet diese Möglichkeit und wird im Rahmen einer Langzeitauslagerung in Kapitel 4.3 vorgestellt.

Elektrochemische Korrosionsuntersuchungen beschreiben in der Regel den Elektronenaustausch an Metall-Elektrolyt-Grenzflächen und erfassen chemische und elektrische Prozesse an diesen [79]. Damit bilden sie eine wichtige Methode zum Verständnis der Korrosionskinetik für vorliegende Materialsysteme. Die im Rahmen dieser Arbeit genutzte potentiodynamische Polarisationsmessung gehört zu den am häufigsten genutzten elektrochemischen Methoden zur Materialcharakterisierung. Sie untersucht das polarisationsabhängige Korrosionsverhalten metallischer Werkstoffe in Elektrolyt-Lösungen. Den Grundaufbau bildet eine Dreielektrodenanordnung, wie in Abbildung 26 schematisch dargestellt. Die Arbeitselektrode (AE), welche aus dem zu untersuchenden Metall besteht, wird mit einem Platindraht als Gegenelektrode (GE) mit einer definierten Spannung verbunden. Die an der Probe (AE) angelegten Potentiale haben

stets die Ag/AgCl-Referenzelektrode (RE) als Bezugspunkt. Die Probe kann nun mit einer sich zeitlich gleichmäßig ändernden Spannung kathodisch bzw. anodisch polarisiert werden. Jede Spannungsänderung führt zu einem sich ändernden Strom, welcher kontinuierlich gemessen wird und dabei Aufschluss über die Stärke der jeweils vorherrschenden kathodischen oder anodischen Reaktion gibt.

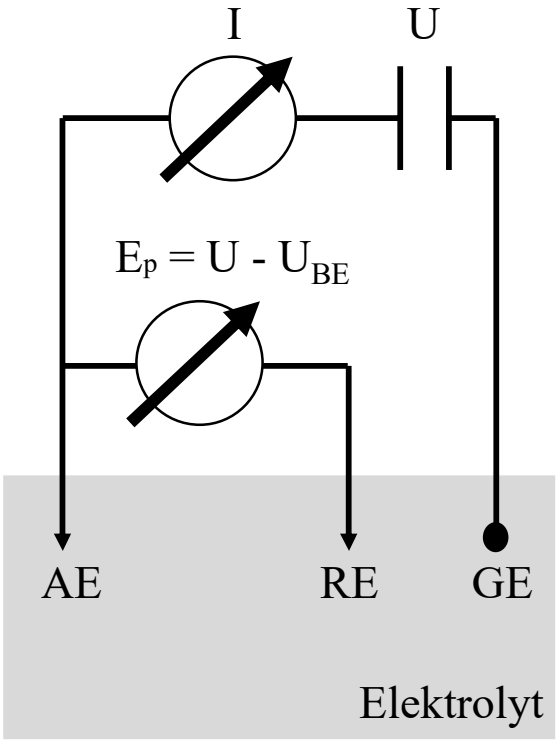

Abbildung 26: Schematischer Aufbau einer Dreielektrodenanordnung für potentiodynamische Polarisationsmessungen [80].

Die Messung und das Variieren der Spannungen und Ströme kann mit einem Potentiostaten durchgeführt werden. Die Durchführung potentiodynamischer Polarisationen erfordert eine fein änderbare Gleichspannung und eine hohe Messgenauigkeit äußerst niedriger Ströme, da die Stromdichte beim Umkehrpunkt von anodischer zu kathodischer Reaktion gegen null geht. Zum Auswerten der Messung kann die Spannung gegen den Logarithmus des Stroms aufgetragen werden. Diese Strom-Spannungskurve lässt sich anschließend in charakteristische Bereiche unterteilen (Abbildung 27). Zunächst wird die Probe mit einer bestimmten Potentialvorschubgeschwindigkeit dE_p/dt polarisiert. Am Korrosionspotential E_{corr} kommt es zu einem Vorzeichenwechsel, der Kurvenverlauf steigt zunächst langsam an. Dies ist auf die Passivschicht des Aluminiums zurückzuführen. Erst wenn der Punkt E_{pit} erreicht ist, setzt die Metallauflösung ein, da der Zustand des passiven, geschützten Metalls durch das erhöhte Potential durchbrochen wird. Dies äußerst sich in einem steilen Anstieg des Stroms.

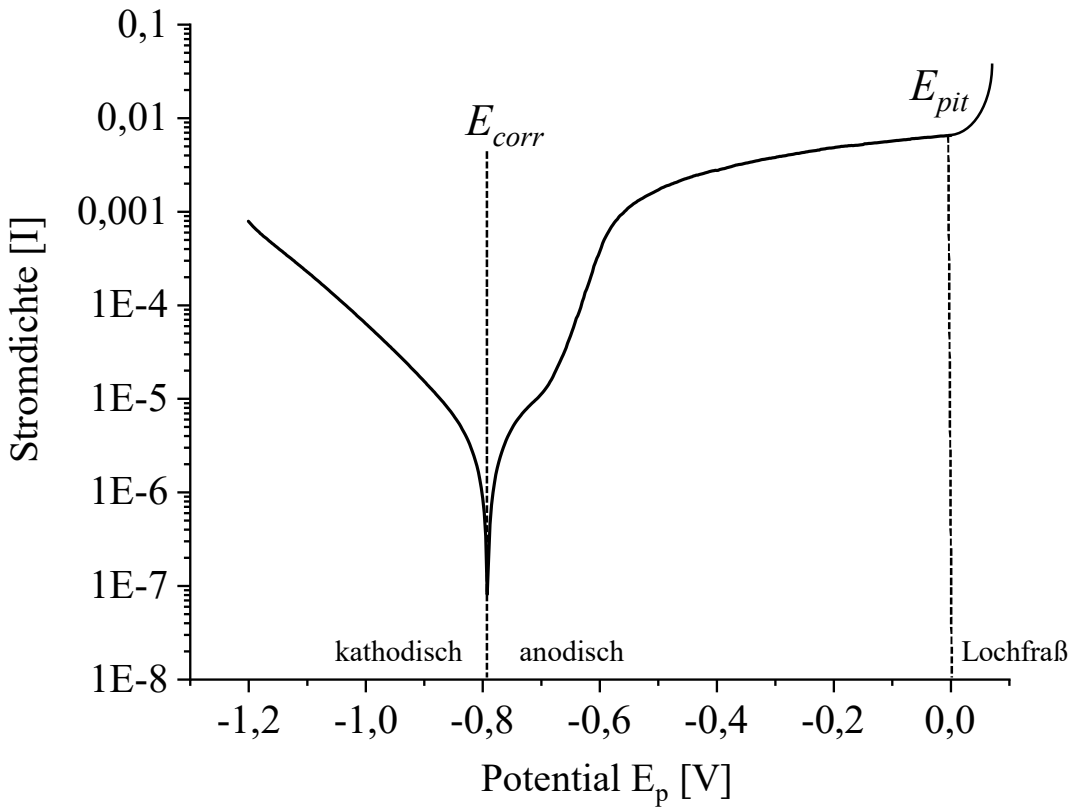

Abbildung 27: Potentiodynamische Polarisationsmessung an Al 1050A in NaCl Lösung (c = 0,5 mol/l).

Unterhalb von E_{pit} ist die Korrosionsgeschwindigkeit hauptsächlich vom pH-Wert des Elektrolyten abhängig und in neutralen Lösungen vernachlässigbar klein. Beschleunigt wird der Korrosionsvorgang jedoch durch die Anwesenheit von edleren Kathodenmaterialien (C-Faser). Neben den Werten E_{corr} und E_{pit} kann dem Diagramm noch der verbleibende Reststrom I_R zum Zeitpunkt des Übergangs von kathodischen zu anodischen Reaktionen direkt entnommen werden. Weitere wichtige Kennwerte, wie z.B. die im anodischen Bereich umgesetzte Ladung, können durch Integration des Stroms über die Zeit berechnet werden. Diese quantitativen Bewertungsmöglichkeiten der Korrosionsvorgänge machen die potentiodynamische Polarisationsmessung zu einer Standardmessmethode in der Korrosionsforschung [80–82]. In Tabelle 5 werden zum Vergleich gängige Redoxpotentiale aufgelistet.

Tabelle 5: Auswahl gängiger Redoxpotentiale nach [83].

Elektroden-Reaktion	Standardpotential [V]
$Au^{3+} + 3e^- = Au$	1,50
$Pt^{2+} + 2e^- = Pt$	1,20
$Ag^+ + e^- = Ag$	0,80
$Cu^+ + e^- = Cu$	0,52
$2H^+ + 2e^- = H_2$	0,00
$Pb^{2+} + 2e^- = Pb$	-0,13
$Fe^{2+} + 2e^- = Fe$	-0,44
$Ti^{2+} + 2e^- = Ti$	-1,63
$Al^{3+} + 3e^- = Al$	-1,66
$Mg^{2+} + 2e^- = Mg$	-2,37

3.7 Computertomografie

Im folgenden Kapitel wird auf die Grundlagen der Röntgen-Computertomografie und die Besonderheiten im Umgang mit Hybridlaminaten eingegangen. Das in dieser Arbeit verwendete Computertomografiesystem (phoenix nanotom m, GE Sensing & Inspection Technologies GmbH) sowie der Rekonstruktionsprozess werden erläutert. Anschließend wird die Auswertemethodik an den rekonstruierten Volumen beschrieben.

3.7.1 Aufbau des Röntgen-Computertomografiesystems

Als bildgebendes zerstörfreies Prüfverfahren (ZfP) bietet die Computertomografie (CT) die Möglichkeit, dreidimensionale Untersuchungen an Materialproben durchzuführen. Die Proben werden mit Röntgenstrahlung durchdrungen und aus verschiedenen Winkelpositionen werden Projektionen aufgenommen. Anschließend wird aus den aufgenommenen Projektionen ein Volumen rekonstruiert.

Abbildung 28 zeigt den schematischen Aufbau des CT-Systems sowie die Abbildung eines Durchlichtbilds (Projektion) auf dem Detektor. Die Vergrößerung der Aufnahme *M* ergibt sich dabei aus dem Verhältnis des Röntgenquelle-Objekt-Abstands (engl. Focus-object-distance, kurz FOD) und des Röntgenquelle-Detektor-Abstands (focus-detector-distance, kurz FDD).

$$M = \frac{FDD}{FOD} \tag{3.4}$$

Als Anwendungsgebiet wird die Röntgen-CT im Bereich der Materialwissenschaften zur Charakterisierung von neuen Materialien, wie z.B. Verbundwerkstoffen oder hybriden Werkstoffen genutzt. Darüber hinaus werden beispielsweise mechanische Bauteile zur Qualitätssicherung untersucht. Die computertomografische Untersuchung wird in aller Regel als Referenz zur Validierung anderer Prüfverfahren genutzt, da der zeitliche und monetäre Aufwand den anderer Methoden überschreitet.

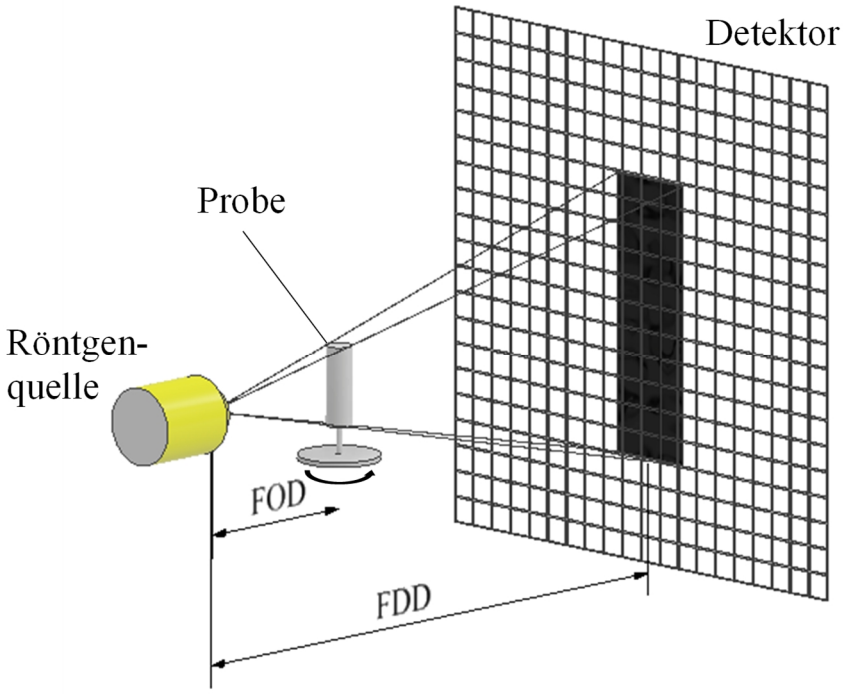

Abbildung 28: Schematischer Aufbau eines Röntgen-CT. Das Durchstrahlungsbild wird mit einer Kegelstrahlprojektionsgeometrie vergrößert auf dem Detektor abgebildet.

Im Folgenden wird der Aufbau einer modernen Mikrofokus-Röntgenröhre erläutert, wie z.B. von Heine [84] oder Demtröder [85] zusammengefasst. Mikrofokus-Röntgenröhren ermöglichen durch die Erzeugung eines sehr kleinen Brennflecks eine hohe Projektionsvergrößerung und können Voxel-Größen (vx) von unter einem Mikrometer erzeugen [86]. Abbildung 29 zeigt den Aufbau von gängigen Mikrofokus-CT-Systemen. Das Gehäuse (gelb) wird bei Inbetriebnahme evakuiert. Das Filament emittiert als Kathode Elektronen, welche durch die Beschleunigungsspannung U_{ACC} in Richtung Anode geleitet werden. Der Wehneltzylinder (blau) ist eine zylinderförmige Steuerelektrode und regelt die Intensität und Bündelung des Elektronenstrahls. Mit den magnetischen Elektronenlinsen wird der Elektronenstrahl schließlich auf das Target fokussiert. Der bestrahlte Bereich auf dem Target wird als Brennfleck bezeichnet. Hier werden

nun Röntgenstrahlen durch die physikalischen Prozesse der Bremsstrahlung und der charakteristischen Strahlung emittiert. Die Größe des Brennflecks beeinflusst nach Einstellen der Projektionsvergrößerung durch Gleichung 3.4 die Ortsauflösung durch seine Ausdehnung und Intensitätsverteilung. Bei kleinen Leistungen von einem Watt kann der Brennfleck auf einen Durchmesser von unter einem Mikrometer fokussiert werden, bei höheren Leistungen wird er geweitet, um eine zu hohe thermische Belastung des Target-Materials zu vermeiden.

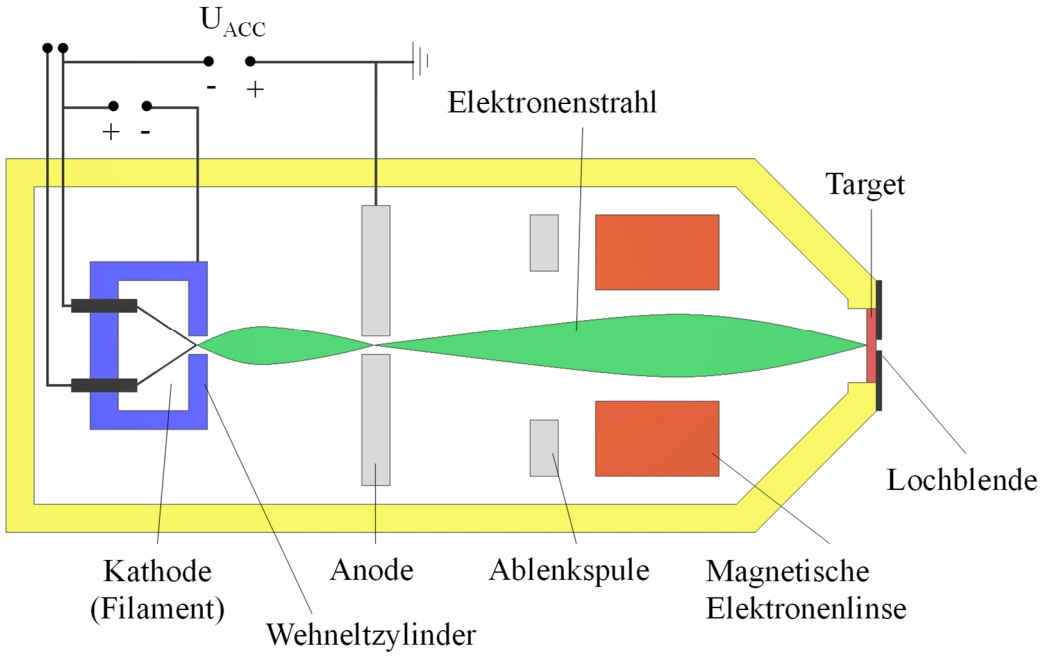

Abbildung 29: Schematischer Aufbau einer Transmissionsröhre zur Erzeugung von Röntgenstrahlung.

Hinter dem Target kann zusätzlich eine Lochblende angebracht werden. Diese besteht aus einem stark absorbierenden Material (Edelstahl) und reduziert Röntgenstrahlung, welche außerhalb des Brennflecks erzeugt wird und Messfehler verursachen kann. Bei Messungen mit hohen Leistungen und größerem Brennfleck kann diese Blende die Bildqualität verbessern.

Um beim Target eine hohe Strahlungsintensität zu erzielen, werden in der Regel Materialien wie Kupfer, Wolfram und Molybdän verwendet, welche eine hohe Ordnungszahl haben und sehr temperaturbeständig sind. Hier lassen sich sehr kleine Fokusgrößen erzeugen. Als Trägermaterial werden Materialien gewählt, die Hitze gut ableiten und die Röntgenstrahlung nur geringfügig schwächen. Klassische Trägermaterialien sind Beryllium und Aluminium. Im Rahmen dieser Arbeit wird ein Target genutzt, das als Trägermaterial einen CVD-Diamant (Chemical Vapour Deposition) nutzt, welches sich durch hohe Hitzebeständigkeit und eine niedrige Kernladungszahl auszeichnet. Darauf ist eine dünne Schicht Wolfram als Anodenmaterial aufgebracht.

Trift nun der Elektronenstrahl auf das Transmissionstarget, so entsteht neben der primären Bremsstrahlung abhängig vom Target-Material eine charakteristische Röntgenstrahlung. Diese entsteht, wenn das einfallende Elektron ein Elektron der inneren K-Schale des Target-Materials löst. Die entstehende Lücke wird mit Elektronen der äußeren Schalen gefüllt, welche energetisch höher liegen. Bei diesem Übergang wird die überschüssige Bindungsenergie in charakteristischer Photonenstrahlung frei [85].

Bei der anschließenden Wechselwirkung der erzeugten Röntgenstrahlung mit der Materie des Probekörpers kommt es zu verschiedenen Schwächungsmechanismen. Die Gesamtschwächung μ_G setzt sich zusammen aus der Summe der Absorption (Photoeffekt) μ_p, der Streuung (Compton-Effekt) μ_c und der Elektronenpaarbildung μ_E. Die Abnahme der Strahlungsintensität I beim Strahlweg l mit der einfallenden Röntgenstrahlung I_0 kann mit Hilfe einer abfallenden Exponentialfunktion nach dem Lambert-Beerschen-Gesetz beschrieben werden:

$$I = I_0 \times e^{-\mu l} \tag{3.5}$$

Der Detektor des Systems besteht aus fluoreszierenden Szintillationskristallen, welche einfallende Photonen in Licht umwandeln. Dieses wird über Photodioden in elektrische Signale weiterverarbeitet. Der im System nanotom m verbaute Detektor nutzt als Szintillationskristall Cäsiumjodid und hat eine Auflösung von 3072x2400 Pixeln. Die Röhrenspannung kann dabei auf bis zu 180 kV erhöht werden, um eine Leistung von bis zu 20 W zu erreichen.

3.7.2 CT-Rekonstruktion

Die Datenrekonstruktion erfolgt mit dem Verfahren der gefilterten Rückprojektionsmethode (Feldkamp-Davis-Kress, kurz FDK) nach Feldkamp et al. [87]. Für die Datenrekonstruktion wurde die dem CT-System zugehörige Software phoenix datos|x2 reconstruction genutzt. Die gefilterte Rückprojektionsmethode für Kegelstrahlgeometrien verarbeitet zunächst die Projektionsdaten zu Sinogrammen. Im Sinogramm wird je eine Bildzeile für alle aufgenommen Projektionen dargestellt. Im Fall einer Kegelstrahlgeometrie muss vor der inversen Radontransformation eine Parallelisierung der Projektion erfolgen [88]. Die gefilterte Rückprojektionsmethode nutzt üblicherweise Filter nach Ram-Lak, Sheep-Logan, Cosine oder Hamming-Hann [89]. Diese dienen der Verbesserung der Kantenschärfe und haben je nach Filter weitere Eigenschaften zur Rauschunterdrückung oder besonderen Kantenhervorhebung. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Standardfilter der Software phoenix datos|x2 reconstruction genutzt.

3.7.3 Artefakte in der Computertomografie

Bei der Messung mit Computertomografie-Systemen kann es zu verschiedenen Artefakten kommen, welche die Qualität der Messung negativ beeinflussen. Dazu gehören hardwarebasierte Artefakte wie Ringartefakte (Abbildung 31), welche sich als ringförmige Strukturen in den rekonstruierten Daten zeigen. Problematisch sind Ringartefakte, da sie bei der Segmentierung mittels Schwellwertverfahren zunächst als Poren erkannt werden und damit die Analysen verfälschen. Sie heben sich als dunklere oder hellere Grauwerte ab und sind häufig auf eine unzureichende Detektorkalibrierung zurückzuführen. Auch eine Veränderung der Empfindlichkeit einzelner Pixel während der Messzeit oder defekte Pixel können diese Artefakte auslösen. Zur Korrektur können fehlerhafte Pixel mit punktuellen Medianfiltern vor der Messung geglättet werden. Zusätzlich kann mit der Funktion Detector-Shift der Einfluss der schwankenden Empfindlichkeit einzelner Pixel verringert werden. Vor allen Messungen ist eine ausreichende Kalibrierung des Detektors mit Dunkelbildabgleich, Hellbildabgleich und Pixelfehlerkorrektur durchzuführen.

Des Weiteren kann es zu Rekonstruktionsartefakten wie dem Kegelstrahleffekt und Windmühlenartefakten kommen. Zu den physikalisch bedingten Artefakten gehören Partialvolumeneffekte, Undersampling (zu niedrige Wahl der Winkelbilderanzahl für die Rekonstruktion, Abbildung 30), Bewegungsartefakte (problematisch vor allem bei in-situ Messungen), Cupping und sogenannte dunkle Bänder (Abbildung 31), welche als Folge von Strahlaufhärtung entstehen. Eine Übersicht zu den verschiedenen Artefakten findet sich unter anderem in Sause [66].

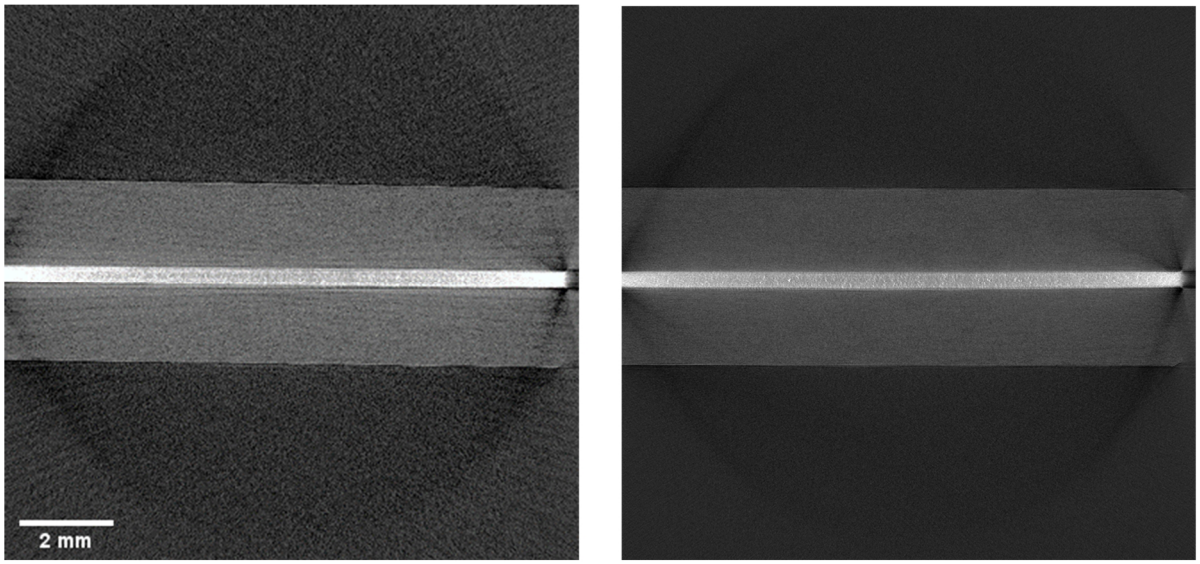

Abbildung 30: Aufnahme einer FML-Probe mit Aluminiumkern: Eine zu niedrige Zahl an Winkelpositionen führt zu Undersampling-Artefakten bei der Rekonstruktion (links) im Vergleich zur Messung mit genügend vielen Aufnahmen.

Bei der Untersuchung von FML hat die Strahlaufhärtung insbesondere auf die Grenzflächen zwischen Aluminium und CFK einen großen Einfluss. Bedingt ist dieser Einfluss durch die unterschiedlichen Absorptionskoeffizienten der Materialien. Die Strahlaufhärtung beschreibt eine Bildstörung der rekonstruierten Daten, die durch die ungleichmäßige Schwächung der polychromatischen Röntgenstrahlung entsteht. Durchdringen die Röntgenstrahlen Materie, werden vorzugsweise niederenergetische Photonen absorbiert. In der Folge wird das anfangs kontinuierliche Bremsspektrum der Röntgenröhre einseitig und ungleichmäßig geschwächt. Die „weiche“, niederenergetische Strahlung wird absorbiert und die Strahlung mit weiterem Durchdringen der Materie „aufgehärtet“.

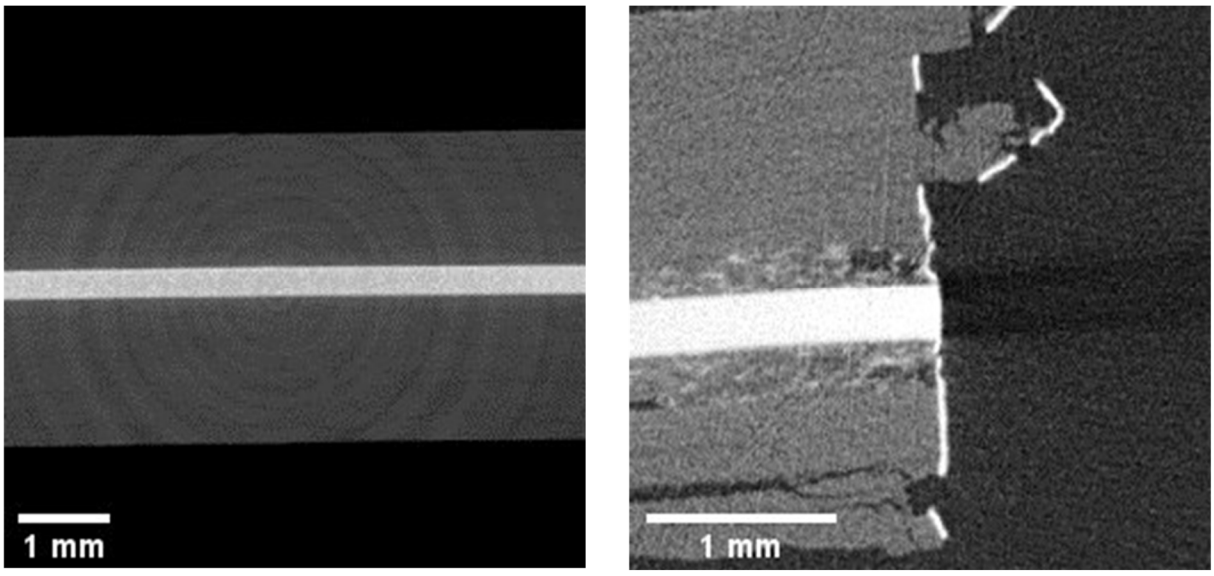

Abbildung 31: Ringartefakte (links), dunkles Band/Cupping-Artefakte (rechtes Bild).

Eine Korrektur der Strahlaufhärtung ist bei Multimaterialwerkstoffen nach der Messung nur bedingt möglich. Möglichkeiten, den Einfluss von Strahlaufhärtung zu verringern, bieten Filter, welche den niederfrequenten Strahlungsanteil vor dem Durchdringen der Probe beim Messvorgang herausfiltern. Bei Thum et al. [90] wird der Effekt des Einsatzes verschiedener metallischer Filter auf die Kantenschärfe bei Hybridlaminaten gezeigt, welche die Strahlaufhärtung verringern. Dies führt jedoch zu bis zu dreimal längeren Messzeiten, da die Intensität am Detektor durch das zusätzlich zu durchdringende Material verringert wird. Beim kombinierten Einsatz von Kupfer- (Dicke 0,3 mm) und Aluminiumfiltern (Dicke 0,3 mm) konnte die Kantenschärfe um den Faktor zwei verbessert werden. Bei zeitunkritischen Messungen kann somit die Bildqualität hinsichtlich der Strahlaufhärtung deutlich verbessert werden.

3.7.4 Segmentierungsverfahren

Durch die volumetrischen Datensätze, welche bei der CT-Analyse entstehen, können Defekte aufgrund der Grauwertunterschiede innerhalb der untersuchten Materialien bei geeigneter Bildqualität genau analysiert werden. Abhängig von der Vergrößerung können Bereiche von der Mikro- bis zur Makroebene abgedeckt werden. Wenn die Datensätze eine Segmentierung der Defekte erlauben, besteht anschließend die Möglichkeit, segmentierte Einschlüsse hinsichtlich ihrer geometrischen Eigenschaften zu klassifizieren. Die Voxelgröße ist für die Detektion von Mikroporen die restriktive Größe. In der Regel werden Poren ab einer Größe von drei Pixeln im Schnittbild erkennbar, wenn die Bildqualität ausreichend Kontrast bietet. Um eine gewisse Zielporengröße (oder andere Strukturen wie beispielsweise C-Fasern) auflösen zu können, muss folglich eine Voxelgröße gewählt werden, die ca. dreimal kleiner ist als das zu detektierende Objekt [91]. Für eine genauere Beschreibung der geometrischen Attribute eines segmentierten Defekts ist jedoch eine noch feinere Auflösung wünschenswert. Dabei kann beispielsweise zwischen flächigen, kugelförmigen oder schlauchartigen Konturen unterschieden werden. Zur Unterscheidung zwischen größeren Hohlräumen (Defekten) und (Mikro-)Poren wird in der Literatur auf den mechanischen Einfluss der Defekte auf das Material verwiesen, während kleinere Poren zwar Lufteinschlüsse und Materialunreinheiten darstellen, aber keinen wesentlichen Einfluss auf die Festigkeit des Werkstoffs haben [92]. Abbildung 32 zeigt den Anteil kleinerer Poren, welche nach dem Segmentieren entfernt werden können.

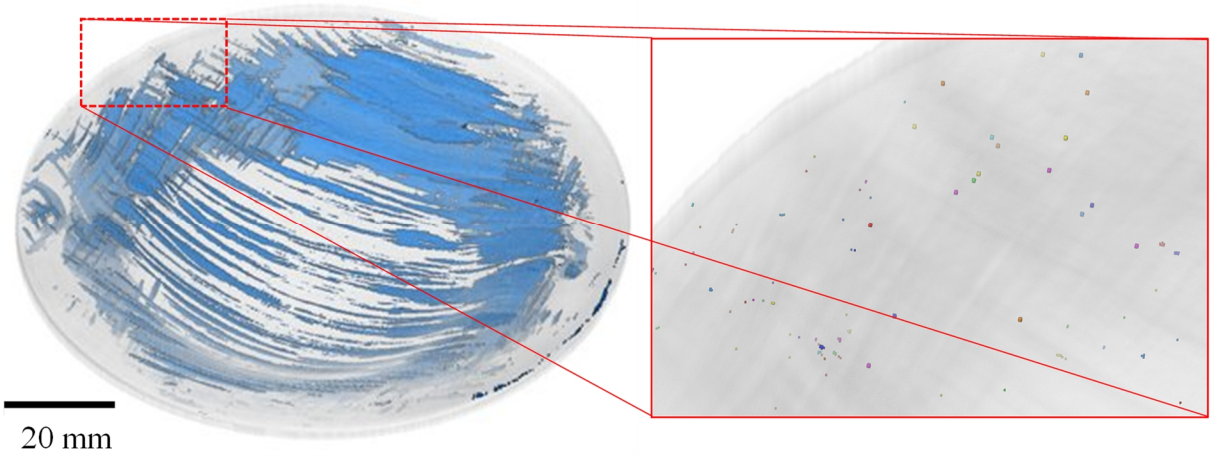

Abbildung 32: Segmentierte FML-Probe nach Nakajima-Versuch. Kleine Poren können nach dem Segmentieren über einen Volumen- oder Flächen-Filter entfernt werden.

Das Segmentieren der Defekte wird mit der Software Avizo 2020.3 (Thermo Fisher Scientific) durchgeführt. Dabei wird mittels Schwellwertverfahren eine Grenze innerhalb des Histogramms zur Grauwertverteilung festgelegt, um die 16-bit-Datensätze in Defekte und Material

zu binarisieren. Als Schwellwertverfahren wird in dieser Arbeit die sogenannte Faktorisierungs-Methode (Avizo 2020.3) genutzt, welche auf dem Verfahren von Otsu [93] beruht. Neben histogrammbasierten Schwellwertverfahren zur Ermittlung der Defekte gibt es die Klasse der morphologiebasierten Segmentierungsverfahren (auch bildbasiert genannt) wie z.B. die Level-Set-Methode oder das Region-Growth-Verfahren. Diese orientieren sich an Regionen- oder Kanten innerhalb des Datensatzes. Eine Übersicht zu den genannten Verfahren findet sich in Arbeiten von Sankur und Iassonov [94, 95].

Die auf dem Otsu-Verfahren beruhende Segmentierung (innerhalb der Software Avizo2020.3) mittels globalem Schwellenwert nutzt die Häufigkeitsverteilung der Grauwerte innerhalb der zu untersuchenden Region-of-Interest (ROI). Dabei wird die Varianz innerhalb zweier Grauwert-Klassen ermittelt und minimiert:

$$\sigma_W^2[t] = w_0[t] \times \sigma_0^2[t] + w_1[t] \times \sigma_1^2[t] \tag{3.6}$$

Dabei sind $w_0[t]$ und $w_1[t]$ die Eintrittswahrscheinlichkeiten der Varianzen $\sigma_0^2[t]$ und $\sigma_1^2[t]$ der Klassen C_0 und C_1 (z.B. Luft und Material).

Um fehlerhaft segmentierte Bereiche zu korrigieren, können die Datensätze mit morphologiebasierten Segmentiermethoden in weiteren Prozessschritten optimiert werden. Genutzt wurden im Rahmen dieser Arbeit die Graustufen-Dilatation und -Erosion wie von Parvati et al. [96] beschrieben. Durch die Anwendung dieser Methoden können beispielsweise Bereiche, welche aufgrund von Artefakten falsch segmentiert wurden, im Nachgang entfernt werden. Erfolgreich ist diese Methodik vor allem bei sehr feinen Strukturen, wie sie durch Ringartefakte, Cupping oder Strahlaufhärtung erzeugt werden. Die Dilatation kann genutzt werden, um beispielsweise Löcher und konkave Randbereiche zu füllen. Um die ursprünglich segmentierten Grenzen wieder herzustellen, kann im Anschluss mittels Erosion zum Ausgangszustand zurückgekehrt werden. Weitere Funktionen der Erosionsfunktion sind die Abtragung von konvexen Randbereichen und isolierten Punktgruppen.

Die Dilatations- und Erosionsalgorithmen werden darüber hinaus genutzt, um die Proben der Nakajima-Versuche nach Anwendung des Otsu-Schwellwertverfahrens zu „füllen“ und inklusive ihrer Defekte zu segmentieren. Die Segmentierung der Probe in dieser Form ist notwendig, um Defektanteile zum Gesamtvolumen oder Dickenverläufe zu ermitteln Abbildung 33.

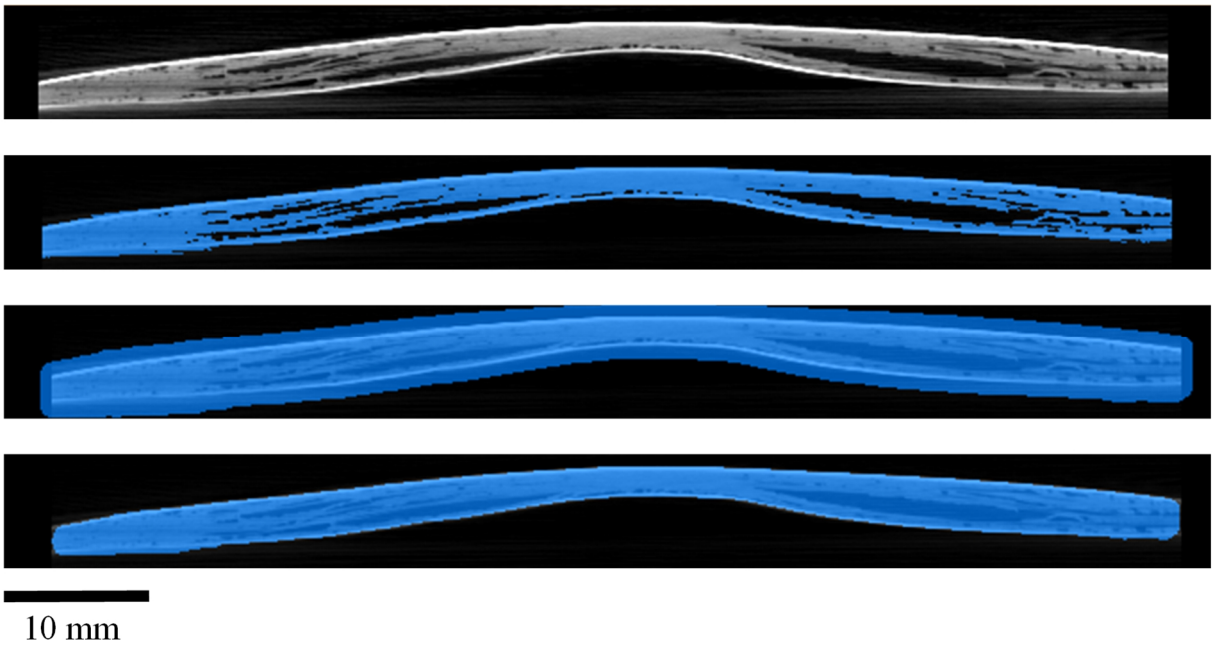

Abbildung 33: Von oben nach unten: Schnittbild einer Nakajima-Probe in Grauwertstufen, Schwellwertverfahren nach Otsu zur Materialerkennung, Dilatation zur Füllung der Defekte, Erosion zu den ursprünglichen Probenkanten.

3.7.5 Defekt- und Porenanalyse

In der Literatur werden Defekte hinsichtlich ihrer Morphologie in verschiedene Klassen eingeteilt, wie in der Arbeit von Hsu und Uhl beschrieben [97]. Unterschieden wird dabei zwischen Kugel-, Linsen-, Schlauch- und Nadelformen. Mit steigendem Porositätsgrad entstehen Porennetzwerke und komplexere Geometrien, wie in der Arbeit von Plank [98] gezeigt wird. Dabei kann es notwendig sein, weitere Charakterisierungsmerkmale zur Beschreibung der Defektklassen einzuführen. Zur Charakterisierung eines segmentierten Defekts wird zunächst die Position und Ausrichtung im Koordinatensystem bestimmt. Dazu wird das Trägheitsmoment genutzt, welches als Rotationsanalogon zur Masse gesehen werden kann. Es beschreibt die Eigenschaft des segmentierten Körpers, die den Widerstand desselben gegen die Rotationsbeschleunigung misst. Bei größeren Werten werden größere Momente erforderlich, womit sich Ausdehnungen des Körpers innerhalb des Koordinatensystems feststellen lassen. Die Trägheitsmatrix ist wie folgt aufgebaut:

$$M = \begin{bmatrix} M_{2x} & M_{2xy} & M_{2xz} \\ M_{2xy} & M_{2y} & M_{2yz} \\ M_{2xz} & M_{2yz} & M_{2z} \end{bmatrix} \tag{3.7}$$

Die drei Eigenwerte sind die Hauptträgheitsmomente und werden durch M_{2x}, M_{2y} und M_{2z} beschrieben, die drei Eigenvektoren sind die Hauptträgheitsachsen und orthogonal zueinander

ausgerichtet. Die Orientierung wird als Richtung der Hauptträgheitsachse definiert, welche mit dem größten Eigenvektor der Trägheitsmatrix angegeben wird. Diese Herangehensweise ist ein gutes Maß für Defekte mit einer einfachen, konvexen Form wie Poren, aber auch achsensymmetrischen, länglichen Defekten. Für längliche Objekte gilt, dass das Verhältnis des mittleren zum größten Eigenwert nahe Null liegt. Diese Beziehung der größten Ausdehnung des Objekts (Elongation) wird in den Auswertungen in Kapitel 4 genutzt, um Schlauch- und Nadelporen zu filtern.

Um die Defekte in ihrer Größe zu beschreiben, werden für die Ermittlung des Volumens alle segmentierten Voxel eines Defekts aufsummiert und mit ihrer Größe multipliziert. Für die Oberfläche eines Defekts wird die Summe der Oberflächen der Voxel errechnet, welche den Defekt umschließen. Aus diesen beiden Informationen können weitere Formfaktoren abgeleitet werden, wie zum Beispiel die geometrische Abweichung des Objekts von einer Kugel:

$$F_{Kugel} = \frac{Oberfläche\ Defekt}{36 \times \pi \times Volumen\ Defekt} \tag{3.8}$$

Für kugelähnliche Defekte (z.B. Poren) werden hier Werte nahe eins erwartet. Der Einfluss von schlauch- und nadelförmigen Defekten sowie Mikro-Porositäten hat bei der Bewertung der mechanischen Kennwerte der untersuchten FML eine untergeordnete Rolle. Im Fokus der Untersuchung liegen flächige Defekte wie Delaminationen zwischen CFK-Lagen oder an der Grenzschicht zwischen Aluminium und CFK. Abbildung 34 zeigt die Aufteilung der segmentierten Defekte einer Nakajima-Probe mit Vollkreisgeometrie in schlauch- und nadelförmige Geometrien sowie flächige Defekte. Dabei werden die länglichen Proben mit der beschriebenen Elongation durch das Verhältnis der Eigenwerte, Mikroporen und kugelartigen Defekte durch den Formfaktor F_{Kugel} und Defekte mit einer Oberfläche unterhalb eines Schwellwerts gefiltert.

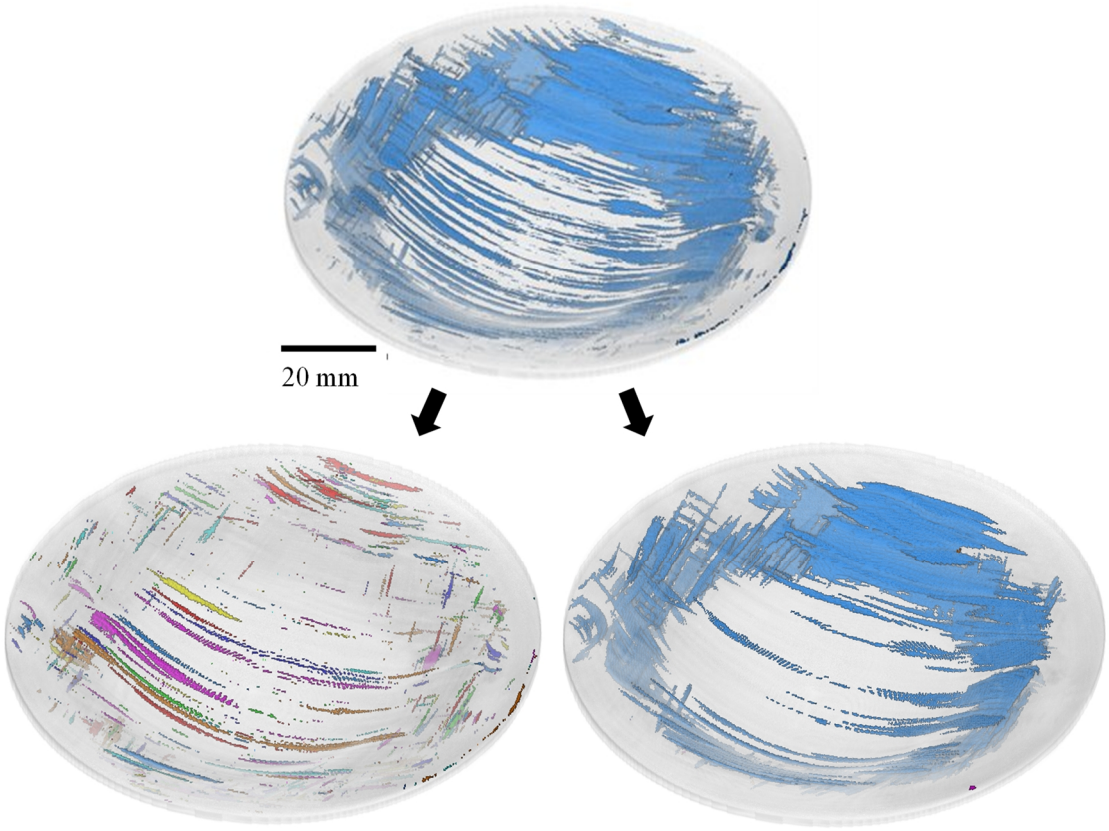

Abbildung 34: Aufteilung der segmentierten Defekte in schlauch- und nadelförmige Defekte (links) und flächige Defekte (rechts).

Die Filterung der segmentierten Defekte lässt verschiedene quantitative Analysen zu, wie z.B. die der Entwicklung bestimmter Formklassen, Größenklassen oder Orientierungsklassen hinsichtlich ihrer Anzahl gegenüber dem Umformgrad der Probe.

3.8 Entwicklung einer in-situ-Thermostage

Um Spannungen in FML sichtbar zu machen, die unter Temperatureinfluss und aufgrund der unterschiedlichen spezifischen Wärmeausdehnungen entstehen, sind in-situ-CT-Messungen mit entsprechenden Versuchsvorrichtungen zur Temperatursteuerung eine gute Möglichkeit. Das Konzept ist dabei, wärmeinduzierte Spannungszustände innerhalb des CT-Systems zu erzeugen, um eine gleichzeitige Messung zu ermöglichen. Vergleichbar sind diese in-situ-Messungen mit der Herangehensweise von sogenannten Loadstages [66, 99], welche verschiedene Laststufen beispielsweise durch Zug- oder Druckbelastungen aufbringen und diese Lastzustände während der Dauer einer CT-Messung halten. Der Aufbau ist in Abbildung 35 schematisch dargestellt. Der Prüfling wird in der Probenkammer mit direktem Kontakt auf die Heizpatrone appliziert, hierfür werden die Proben materialabhängig mit geeignetem Lot oder hitzebeständigem Aluminiumklebeband mit der Heizpatrone verbunden.

Beide Optionen sollen eine gute Wärmeleitung gewährleisten und die Proben für die Dauer der Messung fest und bewegungsfrei mit dem Aufbau verbinden.

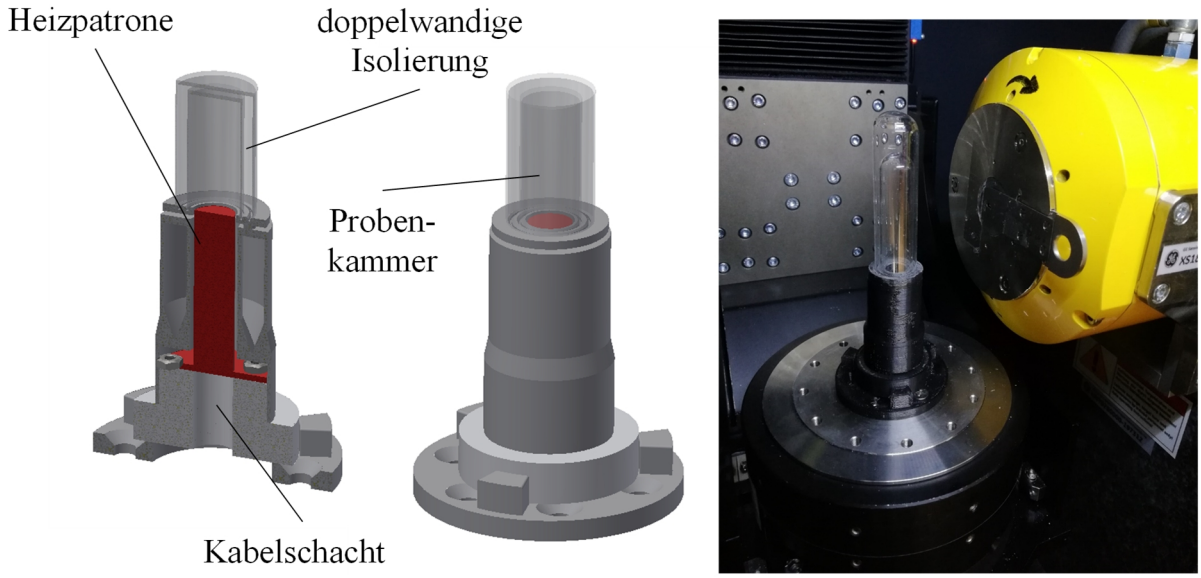

Abbildung 35: Schematischer Aufbau der Thermostage und fertig installiertes Setup im Computertomografen.

Der Aufbau besteht aus einer durchgehend doppelwandigen Isolierung, welche im 3D-Druck-Verfahren aus einem bis 250 °C hitzebeständigen Thermoplast hergestellt wurde. Die zylindrische Form des Aufbaus soll das Auftreten von geometriebedingten Artefakten minimieren. Zur Überwachung der Temperatur und Steuerung der Heizpatrone wurden zwei Thermoelemente angebracht. Dabei misst ein Thermoelement die Temperatur direkt an der Heizpatrone, um ein „Überschießen“ der Temperatur beim Heizprozess zu vermeiden. Als Regelelement wird das zweite Thermoelement in der Probenmitte angebracht, die noch nicht im Strahlengang liegt. Um den Schutz des CT-Systems vor Überhitzung während der Messung zu gewährleisten, wurde eine Probe auf 160 °C erhitzt und die Temperaturentwicklung im CT-System über einen Zeitraum von zwei Stunden, welches der ungefähren Dauer einer Messung mit der Thermostage pro Stufe entspricht, geprüft (Abbildung 36).

Ähnliche Anwendungen zur Untersuchung von temperaturinduzierten Einflüssen mittels Computertomografie und Synchrotron-Strahlung werden beispielsweise in den Arbeiten von Bhreasail und Bormann [100, 101] beschrieben. Zum Erreichen der Zieltemperatur werden dabei Peltier-Elemente genutzt.

Die Verwendung von Peltier-Elementen lässt in der Regel nur geringere Temperaturen von bis zu 80 °C zu, darüber hinaus können jedoch Untersuchungen unterhalb der Raumtemperatur durchgeführt werden.

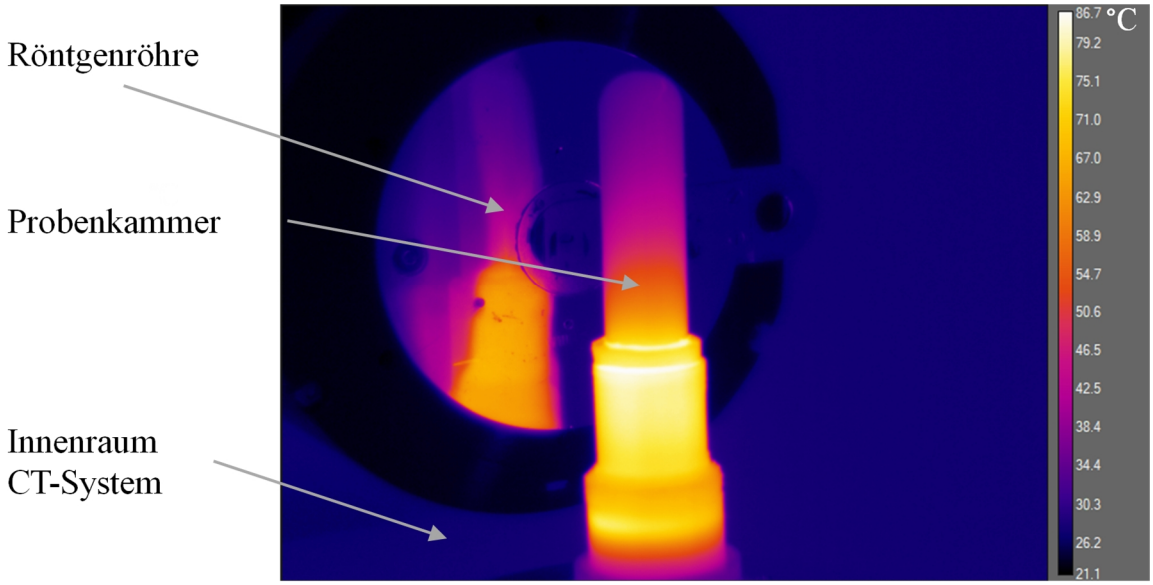

Abbildung 36: Die Entwicklung der Raumtemperatur innerhalb des CT-Systems sowie der Röntgenröhre zeigt nach einem 120 Minuten dauernden Heizvorgang bei 160 °C in der Probenkammer keine merkliche Zunahme, womit eine gute Isolierung der Thermostage und eine gute Kühlung des CT-Innenraums gewährleistet ist.

Die Thermostage wurde so konzipiert, dass ein möglichst geringer Abstand zur Röntgenquelle möglich ist. Des Weiteren muss eine Drehung von 360° möglich sein, ohne dass es zur Kollision mit Komponenten des CT-Systems wie Luftlagerrundtisch, Halterung und Röntgenquelle kommt. Die Kabelführung erfolgt durch eine zylindrische Öffnung im Luftlagerrundtisch und wird durch den Kabelschacht des CT-Systems nach außen geführt.

3.9 Digitale Volumenkorrelation

Die 3D-Bildgebung (in diesem Fall auf Basis von Röntgen-Computertomografie) bietet neben der Analyse von intrinsischen Materialinformationen zu Strukturen von der Makro- bis zur Mikroebene auch die Möglichkeit, Verschiebungsfelder mittels digitaler Volumenkorrelation (engl. digital volume correlation, kurz DVC) zu messen. Erste Arbeiten zur digitalen Volumenkorrelation lieferten Bay et al. [102]. Weitere Entwicklungen seit der ersten DVC-Anwendung führten zur Optimierung der Verschiebungsgenauigkeiten, die typischerweise zwischen 0,2 bis 0,01 Voxel liegen [103–107]. Die DVC ist damit ein nützliches Werkzeug für Anwendungen, bei welchen besonders kleine Dehnungen eine wichtige Rolle spielen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die DVC-Module der Software Avizo 2020.3 genutzt. Für die Durchführung einer DVC ist es notwendig, Aufnahmeserien zu erstellen, welche den Probekörper in verschiedenen Zuständen der Belastung zeigen. Diese Belastungen können beispielsweise durch mechanische Einwirkung oder durch Temperatur (wie in Kapitel 3.8 beschrieben) sowie Austrocknungsprozesse bei betonähnlichen Materialien entweder ex-situ oder in-situ induziert werden. Ex-situ-Messungen bieten dabei die einfachste Art, mechanische Tests durchzuführen, da Proben außerhalb des CT-Systems in einer Prüfmaschine bis zu einem gewissen Belastungsgrad geprüft und anschließend im CT gemessen werden können. Nachteilig ist hierbei jedoch, dass einige durch die Belastung erzeugte Phänomene sich beim Entfernen der Last signifikant ändern und so nicht in der Messung erfasst werden. So ist beispielsweise bei einer Verformung eine Rissentstehung zunächst erkennbar, bei der Entlastung schließen sich Risse im Material jedoch, sodass dies bei der Messung nicht erfasst wird. In aktuellen Arbeiten werden daher überwiegend in-situ-Experimente beschrieben. Dies erfordert in der Regel jedoch die Konstruktion spezieller Prüfmaschinen, welche hinsichtlich ihrer Maße und ihres Gewichts auf das jeweilig genutzte CT-System abgestimmt werden müssen.

Für die Korrelation zweier Belastungsstufen wird eine Referenzaufnahme $f(\boldsymbol{x})$ mit einer deformierten Aufnahme $g(\boldsymbol{x})$ verglichen. f und g sind dabei skalare Graustufen an jedem Voxel-Ort $\boldsymbol{x}$. Die Annahme der DVC ist nun, dass bei einer Änderung der Position der Voxel beide Aufnahmen wieder in perfekte Übereinstimmung gebracht werden können, wenn die deformierte Aufnahme um das Verschiebungsfeld $u(\boldsymbol{x})$ transformiert wird:

$$g(\boldsymbol{x} + u(\boldsymbol{x})) = f(\boldsymbol{x}) \tag{3.9}$$

Bei der Ermittlung von $u(\boldsymbol{x})$ können verschieden Aspekte negativen Einfluss auf das Ergebnis haben. Während Voxel an diskreten Positionen im Raum definiert sind, kann die Verschiebung u beliebige Werte annehmen. Hinzu kommt das Rauschen der Aufnahmen sowie Artefakte (Kapitel 3.7.3), die bei der Messung oder Rekonstruktion entstehen. Dies führt zu unterschiedlichen Werten für f und g bei zwei Bildern des gleichen Ausschnitts einer Probe. Unter Berücksichtigung dieser Aspekte wird deutlich, dass die Werte aus Gleichung (3.9) auch bei exakter Verschiebung nicht erfüllt werden können. Es ist daher notwendig, die Qualität des errechneten Verschiebungsfeldes zu bewerten.

Die Software Avizo 2020.3 bietet für die Ermittlung der Verschiebungen zwei Herangehensweisen an. Der klassische, auf Subvolumen basierende Ansatz, wird im Folgenden als lokaler

Ansatz benannt, als zweites kommt ein robusterer, auf finiten Elementen basierter globaler Ansatz zur Anwendung. Der globale Ansatz verwendet ein kontinuierliches Netz (engl. mesh), das als Basis für die zu ermittelnden Verschiebungen genutzt wird. Der globale Ansatz ist dabei jedoch deutlich rechenintensiver als der lokale Ansatz, bei welchem jedes Subvolumen individuell korreliert werden kann. Bei großen Verschiebungen bietet sich aus diesem Grund der lokale Ansatz zur initialen Berechnung an. Die ermittelten Verschiebungen können anschließend herangezogen werden, um den globalen Ansatz mit kleinerem Suchradius durchzuführen. Die schematische Funktionsweise des Subvolumenansatzes ist in Abbildung 37 gezeigt und wird genauer in [105, 108] beschrieben.

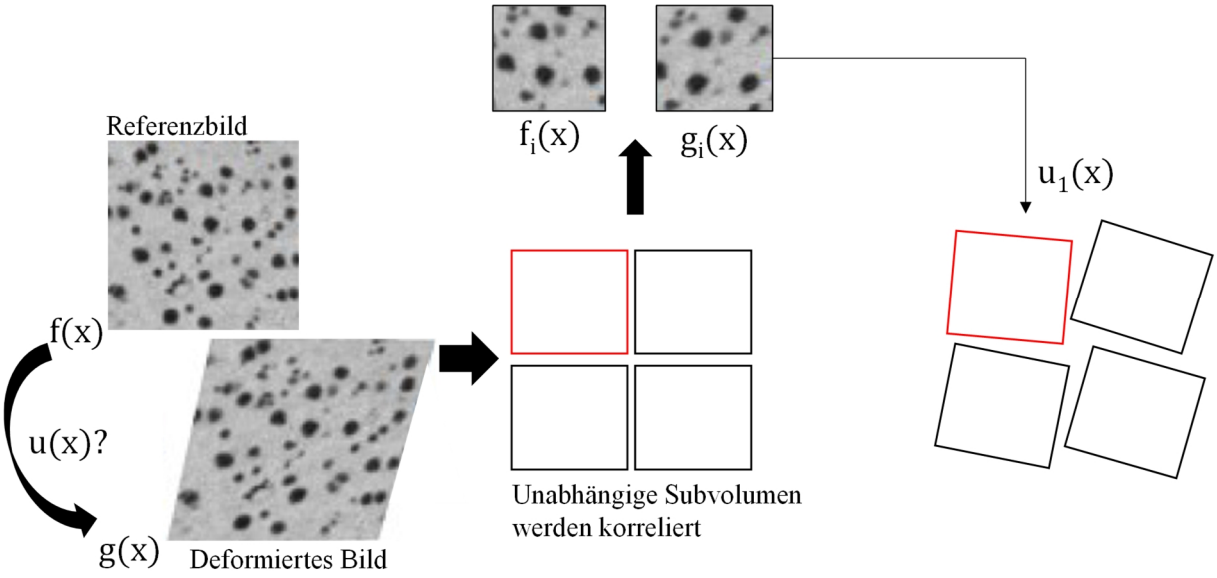

Abbildung 37:Schematische Funktionsweise einer lokalen DVC, basierend auf dem Subvolumenansatz (hier zur Vereinfachung 2D-Facetten) [105].

Mögliche Erweiterungen bei der Korrelation von Subvolumen bietet neben der einfachen Verschiebung die Suche nach verdrehten und gescherten Subvolumen, wie in Abbildung 38 dargestellt. Diese Optionen erhöhen die benötigte Rechendauer deutlich, liefern in aller Regel jedoch genauere Ergebnisse, da stärker deformierte Volumen mit reinen Verschiebungen teilweise nicht mehr mit dem Referenzvolumen zur Deckung gebracht werden können.

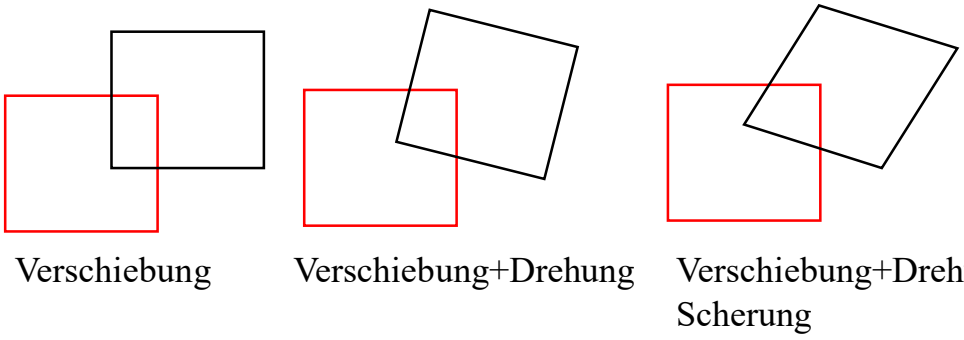

Abbildung 38: Bei lokaler DVC besteht die Möglichkeit, Verschiebungsfelder um Drehungen und Scherungen der Voxel zu erweitern.

Für den globalen Ansatz wird ein Netz erstellt, welches im zuvor segmentierten Volumenausschnitt liegt. Wichtig ist dabei, dass im segmentierten Ausschnitt keine Umgebungsluft oder größere gleichfarbige Flächen enthalten sind, da es hierbei zu Fehlern bei der Korrelation kommen kann. Das Netz besteht aus 8-Knoten-Quaderelementen und bietet damit ein kontinuierliches globales Netz, wie es bei Finite-Elemente-Simulationen üblich ist. Daher ist ein Vergleich zu Simulationen direkt und unverfälscht möglich. Die Struktur des Netzes wird in Abhängigkeit von der gewünschten Verschiebungsauflösung und der maximal nutzbaren Rechenleistung feiner oder gröber erstellt. Abbildung 39 zeigt den schematischen Ablauf des globalen Ansatzes. Dabei wird die Fehlerquadratsumme in Bezug auf die unbekannten kinematischen Freiheitsgrade der Knoten minimiert. Zur näherungsweisen Lösung wird die Galerkin-Methode genutzt, welche die gebräuchlichste Variante zur Minimierung von Residuen in diesem Fall darstellt [109]. Eine detaillierte Ausführung des globalen Ansatzes kann in der Arbeit von Madi et al. [105] eingesehen werden.

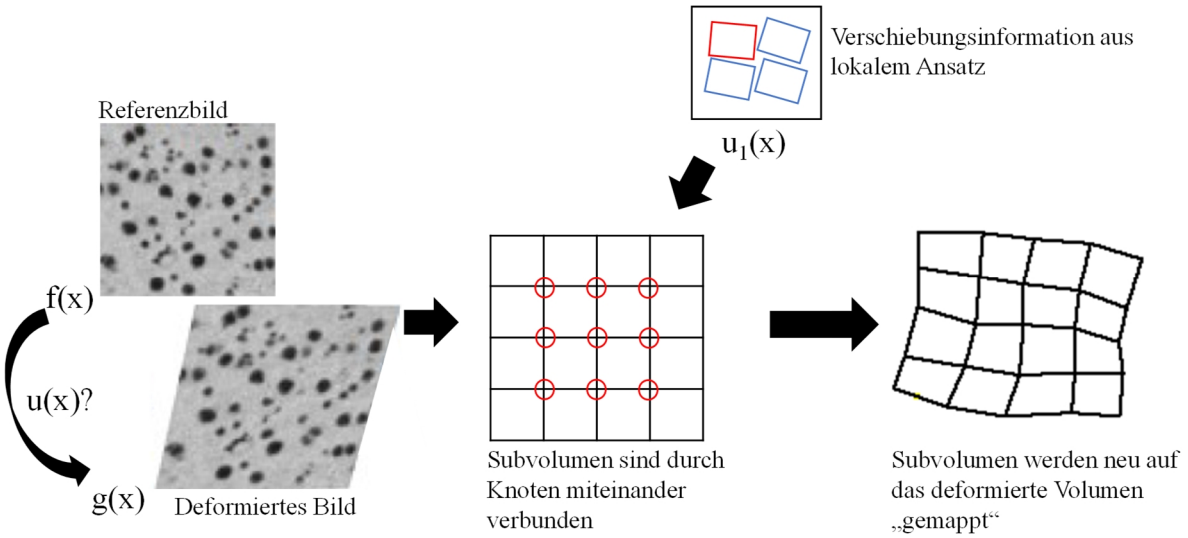

Abbildung 39: Schematischer Ablauf des globalen Ansatzes zur Ermittlung der Verschiebungen u(x) [105].

Die Feinheit des Netzes bzw. die mittlere Elementgröße erhöht die Ortsauflösung der DVC, jedoch steigt mit kleineren Subvolumen die Unsicherheit der räumlichen Zuordnung. Um die Größe der Subvolumen an die Strukturen des rekonstruierten Volumens anzupassen, wird mit der Software Avizo 2020.3 mit der Funktion „radial Autocorrelation“ eine Startgröße ermittelt. Dieser Prozess nutzt eine radiale Verteilungsfunktion, welche an verschiedenen Stellen im Volumen die Verteilung der Grauwerte um ein Voxel mit zunehmendem Abstand zu diesem mittelt. Das Ergebnis dieser Verteilungsfunktion ist dimensionslos und nähert sich mit zunehmendem Abstand an Null an. Bei gröberen Strukturen sinkt der Verlauf der Funktion langsamer, bei feineren Strukturen deutlich früher. In Abbildung 40 ist das Schnittbild einer rekonstruierten FML-Probe abgebildet. Es ist zu erkennen, dass sich die Strukturen innerhalb der einzelnen Materialphasen hinsichtlich ihres dynamischen Umfangs, der Musterverteilung und der Größe der Strukturen erheblich unterscheiden. Dies spiegelt sich in der Auswertung der radial Autocorrelation wider.

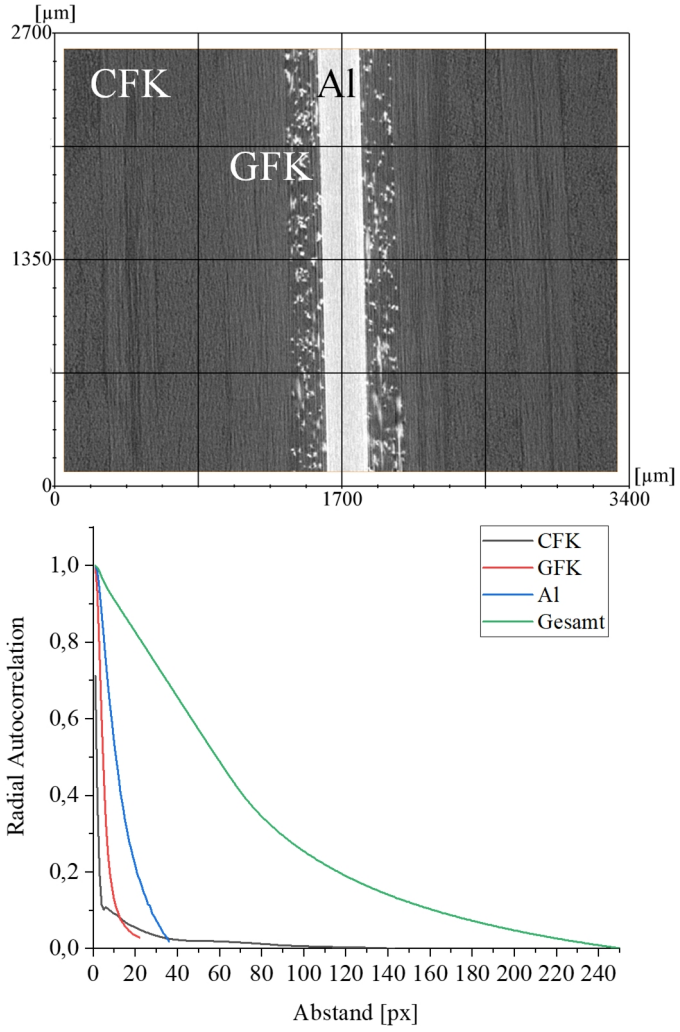

Abbildung 40: Die unterschiedlichen Strukturen innerhalb der Probe können mit Hilfe der radialen Verteilungsfunktion hinsichtlich einer optimalen Elementgröße für das zu erstellende Netz untersucht werden.

Die Informationen der radial Autocorrelation werden genutzt, um für die Elementgröße einen Anfangswert zu erhalten. In einem weiteren Schritt wird die Elementgröße zusätzlich variiert, um den Einfluss auf Verschiebungs- und Dehnungsunsicherheiten abschätzen zu können. Konvergiert die DVC erfolgreich, so können die ermittelten Verschiebungen auf ihre Zuverlässigkeit bewertet werden. Dabei kommt für den lokalen Ansatz ein normalisierter Kreuzkorrelationskoeffizient zum Einsatz:

$$r_{lokal} = \frac{\sum f(x) g(x^*)}{\sqrt{\sum f(x)^2 \Sigma \mathrm{g}(x^*)^2}} \tag{3.10}$$

In Gleichung (3.10) entsprechen *x* und *x** den Koordinaten (in Voxeln) desselben Materialpunkts im Referenz-Zustand *(x)* und im deformierten Zustand*(x*)*. *f* und *g* sind die Grauwertstufen des Referenzvolumens *(f)* und des deformierten Volumens *(g)*. Für Werte nahe eins ist die Korrelation erfolgreich.

Für den globalen Ansatz wird ein dimensionsloses Korrelationsresiduum genutzt:

$$r_{global} = \frac{< |g(x^*) - f(x)| >}{\max\left(f(x)\right) - \min\left(f(x)\right)} \tag{3.11}$$

Dabei entspricht *f* dem Durchschnittswert des Volume of Interest (VOI), *max(f(x))* und *min(f(x))* sind die maximalen bzw. minimalen Werte der im VOI enthaltenen Grauwertstufen. Für eine optimale DVC liegt das Korrelationsresiduum r_{global} nahe null. Die Standardabweichung der ermittelten Residuen gibt Aufschluss über das Rausch-Niveau der Messung und wird durch Artefakte und Grauwertschwankungen erhöht. Bei einer erfolgreich konvergierten DVC kann damit die Qualität der Messungen bewertet werden, um gegebenenfalls die Messparameter anzupassen.

Zusätzlich wird eine Sensitivitätsanalyse durchgeführt, um den Einfluss der Elementgröße des FEM-Netzes auf die Unsicherheiten von Dehnung und Verschiebung zu ermitteln. Hierfür werden zwei identische Messungen der Probe ohne (Temperatur-)Last durchgeführt. Der direkte Vergleich der Proben lässt nach Korrektur der rigid body motion (Starrkörperverschiebung) die Berechnung der Unsicherheiten zu. Mit steigender Elementgröße sinkt dabei die Unsicherheit, jedoch wird die Ortsauflösung verschlechtert. Je nach Versuch und den zu erwartenden Verschiebungen bzw. Dehnungen kann dadurch die Elementgröße und damit auch die

Ortsauflösung derart angepasst werden, dass die Unsicherheit in Bezug auf die absoluten Verschiebungen und Dehnungen in einem Verhältnis bleibt, das eine erfolgreiche Auswertung zulässt. Der Einfluss der Elementgröße des Netzes in Bezug auf die Dehnungsunsicherheit ist in Abbildung 41 dargestellt.

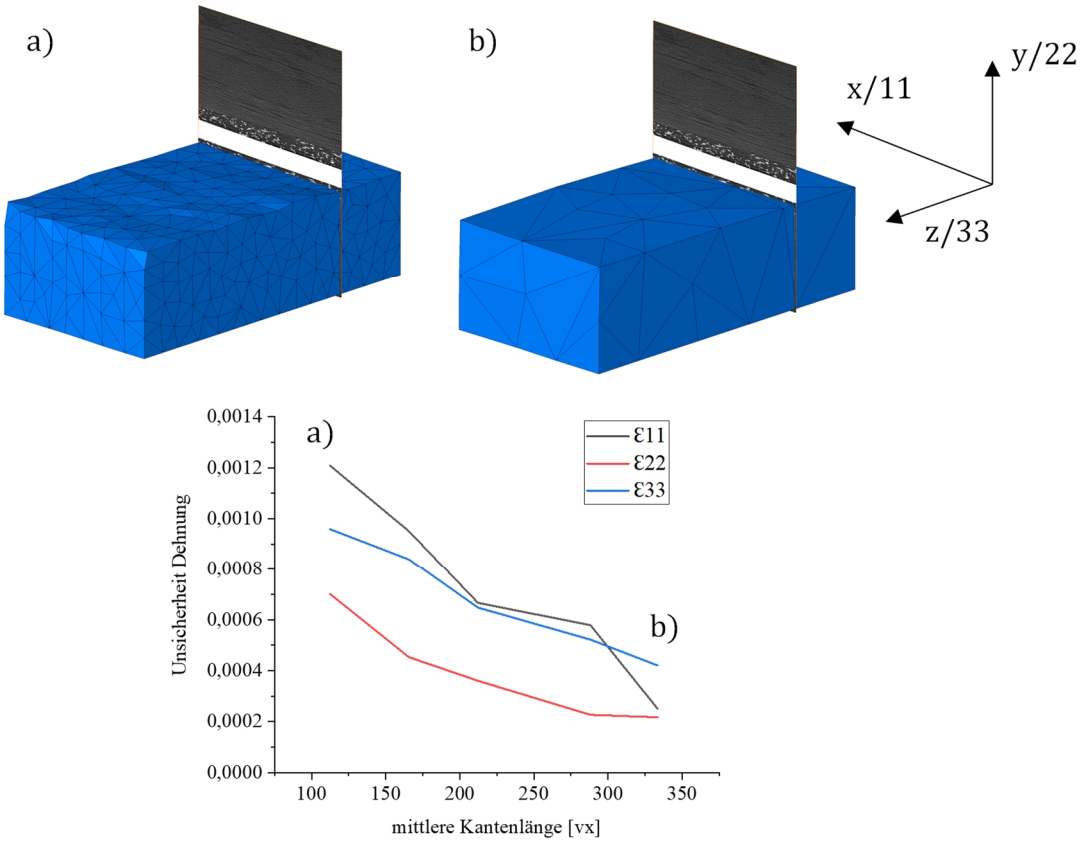

Abbildung 41: Einfluss der Elementgröße auf die Unsicherheit der DVC-Ergebnisse. Ein feineres Netz a) ermöglicht eine erhöhte Ortsauflösung bei steigender Unsicherheit in Bezug auf die Dehnung, umgekehrt sinkt die Unsicherheit bei größeren Elementen b).

4 Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen vorgestellt, welche auf Basis der in Kapitel 3 beschriebenen Prüfmethoden ermittelt wurden. Zudem wird die Prüfkörperherstellung für ILSS-Tests, Modus I- und Modus II-Versuche, Nakajima-Versuche sowie für die potentiodynamischen Korrosionsmessungen beschrieben. Im Anschluss folgen die Ergebnisse zu den jeweiligen Versuchen. Darauf folgend werden die Ergebnisse der digitalen Volumenkorrelation an FML-Prüfkörpern unter Temperatureinfluss vorgestellt.

4.1 Screening der Oberflächenvorbehandlungen mittels Kurzbalkenbiegeversuch

Eine Übersicht der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Materialkonfigurationen findet sich in Tabelle 6. Für 25 Konfigurationen wurden sowohl Platten mit Al 1050A als auch mit Al 2024 T3 hergestellt. In diesem ersten Screening-Durchlauf wurden die Oberflächenvorbehandlungen an Aluminium und ihr Einfluss auf die Haftung mit der PA-6-Matrix untersucht. In einem weiteren Durchlauf wurden die favorisierten Konfigurationen des ersten Durchlaufs erweitert und Zwischenlagen wurden eingebracht. Diese isolierenden Schichten sollen langfristig Schutz vor möglicher Kontaktkorrosion bieten und bestehen aus zusätzlichen reinen PA-6 Schichten, die teilweise um dünne Glasfaservliese erweitert wurden.

Die Prüfmethodik wird in Kapitel 3.3 beschrieben und in den folgenden Abschnitten auf die hergestellten Proben nach Normklima (NK)-Konditionierung (23 °C/50 % r.F. / 7 Tage Auslagerung), sowie Konditionierung im Vakuumofen (80 °C /4 Tage) als Referenz und nach heißfeuchter (engl. hot-wet, HW)-Auslagerung (80 °C / 95 % r.F. / 6 Tage) angewandt. Je Konfiguration wurden fünf Proben getestet. Um das Langzeitverhalten der Materialkonfigurationen zu untersuchen, wurden Proben nach Auslagerung in heiß-feuchter Umgebung bis zu 30 Wochen in regelmäßigen Abständen geprüft. Die Ergebnisse werden in Kapitel 4.3 vorgestellt.

Tabelle 6: Übersicht der getesteten Materialkonfigurationen mit verschiedenen Oberflächenvorbehandlungen, Zwischenlagen und Aluminiumlegierungen.

Abkürzung	Beschreibung
S1*	Korundstrahlen grob (~ 0,25 mm)
S2*	Korundstrahlen fein (~ 0,12 mm)
S3*	Korundstrahlen fein auf grob
DLC1*	Korundstrahlen S3 + DLC (Diamond Like Coating)-Schichtdicke 1,5 µm
DLC2*	Korundstrahlen S3 + DLC-Schichtdicke 3 µm
REF*	ohne Behandlung
LS1*	Laserstrukturieren Variante 1 (Liniengravur)
LS2*	Laserstrukturieren Variante 2 (Punktgravur fein)
LS3*	Laserstrukturieren Variante 3 (Punktgravur mittel)
LS4*	Laserstrukturieren Variante 4 (Punktgravur grob)
REF+GFVM*	Glasfaservlies mit Vestamelt
HV2+PA*	Eastman Optifilm Enhancer 300+PA-6-Folie (2x 50µm je Seite)
CT1*	Chemical Treatment Beizpassivierung SurTec 642
CT2*	SurTec 650 TCP
CT3*	SurTec 618 LT
VM*	Vestamelt Hylink Phosphatierung
REF PA*	PA-6-Folie (2x 50µm je Seite)
HV1*	Haftvermittler Kömmerling
HV2*	Eastman Optifilm enhancer 300
HV3*	Silan-Haftvermittler KBM 573
HV4*	Silan-Haftvermittler KBM 403
HV5*	Silan-Haftvermittler KBE 903
HV6*	Silan-Haftvermittler X12-972-F
SG*	Sol-Gel-Beschichtung/Silanisierung
HV5+PA	KBE 903+PA-6-Folie
HV5+PA/GFV	KBE 903+2x50 µm PA-6-Folie (Al zugewandt) + Glasfaservlies
LS1+PA/GFV	Laserstrukturieren Variante 1+2x50 µm PA-6-Folie (Al zugewandt) + Glasfaservlies
LS1+HV5+PA/GFV	Laserstrukturieren Variante 1+KBE903+2x50µm PA-6-Folie (Al zugewandt) + Glasfaservlies

LS1+PA	Laserstrukturieren Variante 1+PA-6-Folie
LS1+HV5+PA	Laserstrukturieren Variante 1+KBE903+PA-6-Folie
LS1+HV5	Laserstrukturieren Variante 1+KBE903

*mit Stern gekennzeichnete Abkürzungen wurden mit Al 1050A (0,3 mm) und zusätzlich als Variante mit Al 2024 T3 (0,3 mm) hergestellt.

Für die Durchführung der ILSS-Versuche wurden alle Materialkonfigurationen getestet, welche nach der einwöchigen Auslagerung in heiß-feuchter Umgebung keine Ablösungen zeigten. In Tabelle 7 ist zu sehen, dass Materialkonfigurationen mit Al 1050A mit mehr Oberflächenvorbehandlungen eine vollständige Anhaftung nach der Auslagerung zeigen. Proben mit unbehandelter (gereinigter) Aluminiumoberfläche zeigten bei Al 1050A und Al 2024 T3 ein Ablösen der Materialpartner und konnten in beiden Fällen nicht getestet werden. Grund für die schwache Adhäsion ist die schlechte mechanische Verankerung sowie die schwache chemisch-physikalische Anbindung mit der unbehandelten Aluminiumoberfläche.

Tabelle 7: Nach heiß-feuchter Auslagerung (80 °C / 95 % r.F. / 6 Tage) verbleibende Materialkonfigurationen ohne die zusätzlichen Varianten aus Al 1050A und PA/GFV (in Tabelle 6).

Al 1050A	Al 2024 T3
S1	S2*
S3	DLC1*
DLC1	DLC2*
LS1	LS2*
LS2	LS3*
LS3	LS4*
LS4	VM*
CT2	HV5*
VM	HV6*
HV4	SG*
HV5	
HV6	
SG	

In Abbildung 42 ist der typische Kraft-Weg-Verlauf der Proben bei einer ILSS-Prüfung zu sehen. Die scheinbare interlaminare Scherfestigkeit entspricht der zum Zeitpunkt des Versagens vorherrschenden Schubspannung in der Mittelebene der Probe.

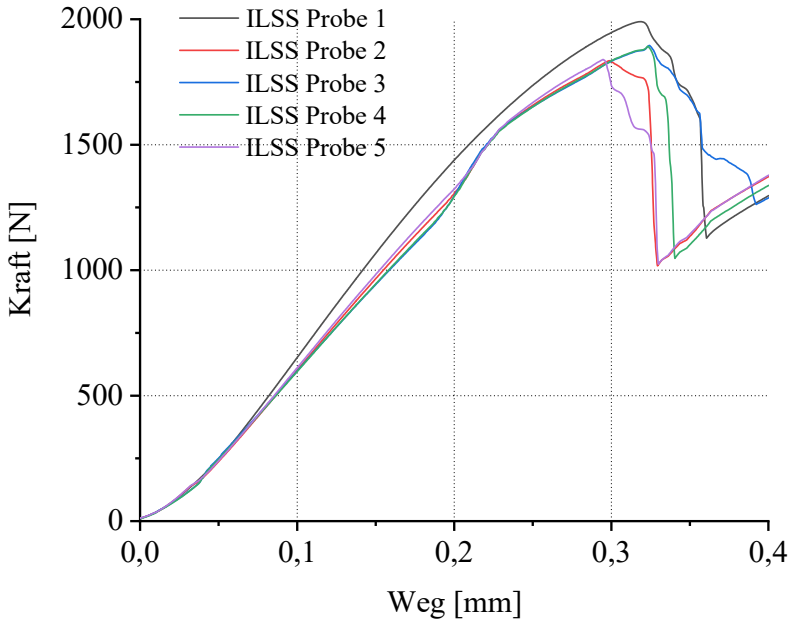

Abbildung 42: Kraft-Weg-Diagramm einer Fünfer-Statistik von ILSS-Proben. Die erste Signatur des Kraft-Weg-Verlaufs mit einem Kraftabfall wird zur Ermittlung der Schubspannung genutzt.

In Abbildung 43 ist eine Übersicht der ILSS-Werte der getesteten Proben bei Normklima hinsichtlich ihrer ILSS-Werte zu sehen. Proben mit Al 1050A zeigten nach der heiß-feuchten Auslagerung (Abbildung 44) eine bessere Anhaftung und haben bei der Übersicht der ILSS-Normklima-Werte eine erheblich geringere Streuung, wie an den Fehlerbalken in Abbildung 43 zu sehen.

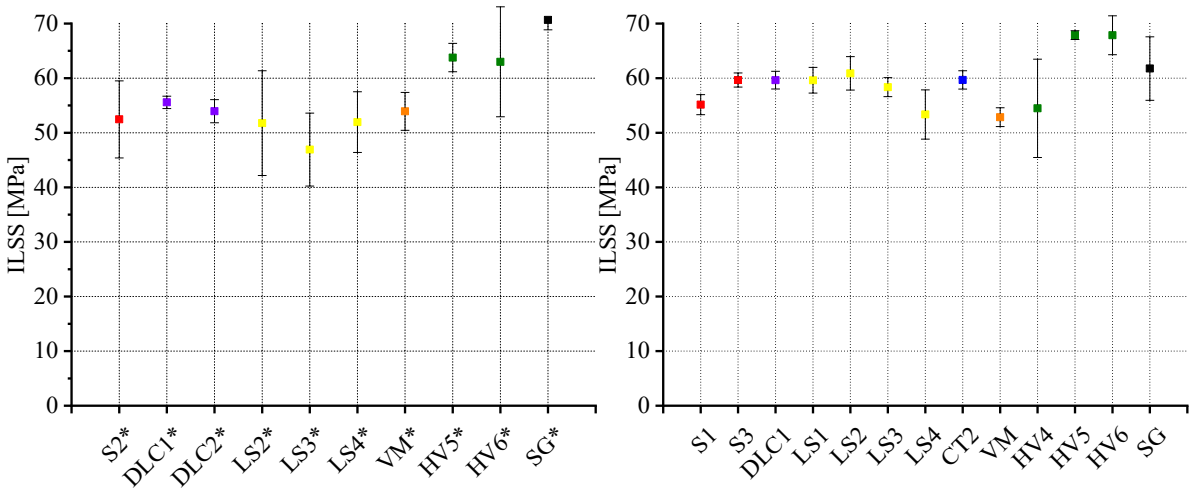

Abbildung 43: Übersicht der ILSS-Werte bei Materialkonfigurationen mit Al 2024 T3 (links) und Al 1050A (rechts).

Das Strahlen mit Korund (rot in Abbildung 43) führt zu einer Verbesserung der Adhäsion und es konnten Werte für beide Aluminiumlegierungen ermittelt werden. Grund für die Verbesserung ist die erhöhte Rauheit und die daraus folgende Vergrößerung der Oberfläche,

wodurch eine bessere mechanische Verklammerung der PA-6 Matrix mit der Aluminiumoberfläche erzeugt wird. Die Werte für Al 1050A sind dabei etwas höher (μ = 55-60 MPa, σ = 1,3-1,8 MPa) als bei Al 2024 T3 (μ = 52 MPa, σ = 7 MPa) und weisen einen geringeren Fehler auf.

Die Konfigurationen mit DLC verbessern die Adhäsion der Proben ebenfalls und zeigen bei beiden Aluminiumlegierungen eine geringe Streuung. Es konnten jedoch wie bei der Korund-Vorbehandlung nicht alle Konfigurationen bei beiden Aluminiumlegierungen nach der heiß-feuchten Auslagerung getestet werden.

Für Laser-vorbehandelte Proben wurde in beiden Materialkonfigurationen eine gute Adhäsion und hohe ILSS-Werte bei geringer Streuung ermittelt, auch nach heiß-feuchter Auslagerung waren die ILSS-Werte besonders für Al 1050A (Abbildung 44) im höchsten gemessenen Bereich der Vergleichsproben.

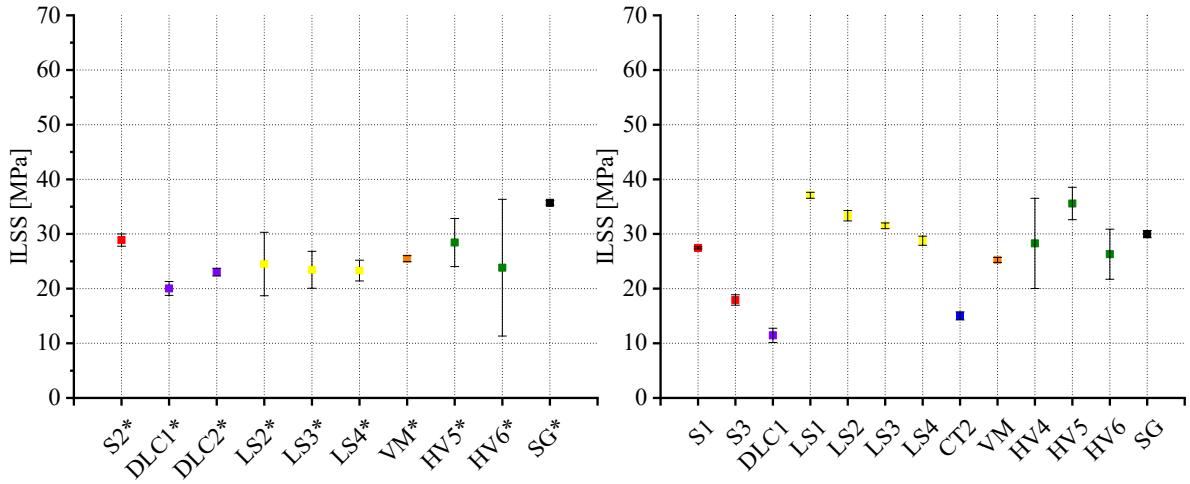

Abbildung 44: Übersicht der ILSS-Werte bei Materialkonfigurationen mit Al 2024 T3 (links) und Al 1050A (rechts) nach heiß-feuchter Auslagerung (80 °C / 95 % r.F. / 6 Tage).

Die Silanisierung (grün/schwarz in Abbildung 43/Abbildung 44) der Aluminiumoberflächen konnte bei Proben nach Normklima die höchsten ILSS-Werte erzielen, auch nach HW-Auslagerung waren sieben von zehn Konfigurationen prüfbar und hatten Werte zwischen 25–36 MPa, wodurch sie über dem Mittelwert (26,28 MPa) der Proben nach HW-Auslagerung liegen. Das Versagensverhalten zeigte darüber hinaus einen weiteren Kraftanstieg nach der ersten Signatur. Die Verbindung ist damit schadenstoleranter, da sie einen längeren Prüfstempelvorschub zulässt und duktiler versagt. In Abbildung 45 ist der Kraft-Weg-Verlauf von silanisierten Proben dargestellt.

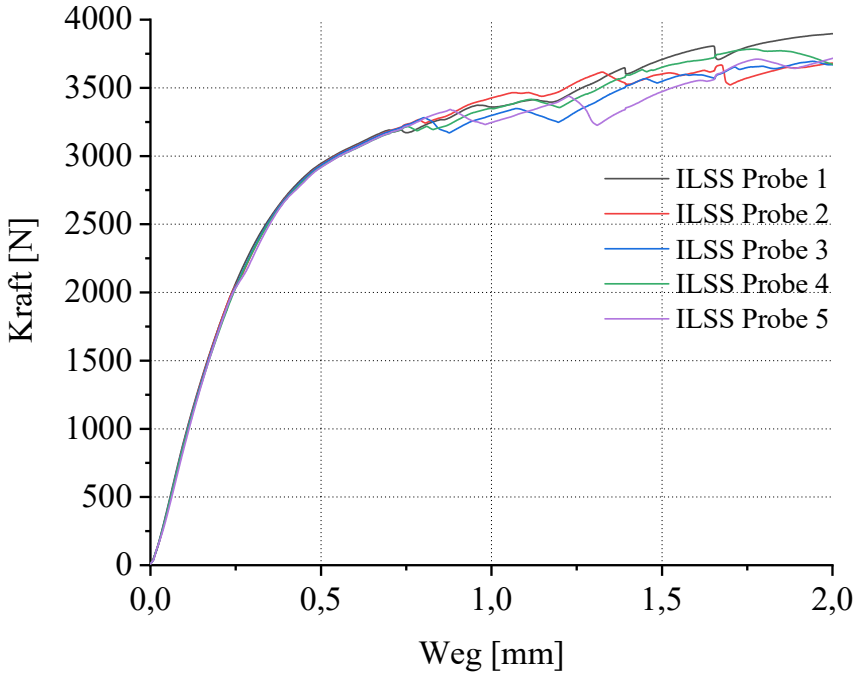

Abbildung 45: Kraft-Weg-Verlauf der Proben mit Al 1050A und HV5-Silanisierung.

In einem zweiten Durchlauf wurden Kombinationen der favorisierten Oberflächenvorbehandlungen (LS1 und HV5) und zusätzlichen Zwischenschichten getestet. Trotz der Einbringungen von mechanisch schwächeren Zwischenlagen aus PA-6 und Glasfaservlies mit einer zusätzlichen Gesamtdicke von ungefähr 100 µm konnten bei drei Konfigurationen ILSS-Werte zwischen 62–66 MPa erreicht werden, die Höchstwerte im ersten Durchlauf ohne Zwischenschichten lagen bei 68 MPa. Die ILSS-Werte sanken wie schon im ersten Durchlauf nach heiß-feuchter Auslagerung stark ab. Im Fall der Kombination von Laservorbehandlung und Haftvermittler nach heiß-feuchter Auslagerung wurden ILSS-Werte leicht über 40 MPa gemessen (Abbildung 46), die Höchstwerte im ersten Durchlauf ohne Zwischenschichten lagen bei 38 MPa. Die Kombinationen aus Laserstrukturierung LS1 mit Zwischenschichten aus PA-6 und PA-6/GFV führten zu einer Verschlechterung der ILSS-Werte, während der Einsatz von Haftvermittler HV5 (Silan-Haftvermittler KBE 903) in Kombination mit Zwischenlagen PA-6/GFV zu einer gleichbleibenden Scherfestigkeit bei geringerem Fehler führt. Die Kombination aus Laserstrukturierung und Haftvermittler mit bzw. ohne zusätzlicher Zwischenlage erzielte die höchsten ILSS-Werte, wurde bei der weiteren Untersuchung aufgrund des aufwändigen und unwirtschaftlichen Herstellungsprozesses jedoch nicht weiter betrachtet.

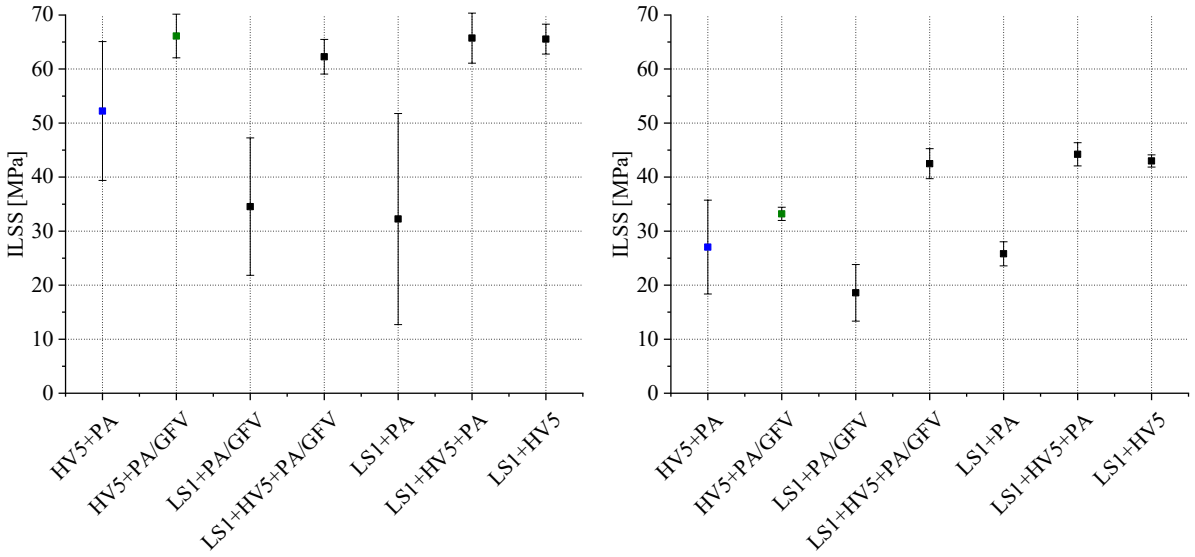

Abbildung 46: Übersicht der ILSS-Werte mit Al 1050A und zusätzlichen Zwischenlagen nach NK-Auslagerung (rechts) und heiß-feuchter Auslagerung (80 °C / 95 % r.F. / 6 Tage, links).

Die Ergebnisse aus dem ILSS-Screening stellten als beste Oberflächenvorbehandlungen den Silan-Haftvermittler KBE 903 und die Laservorbehandlung (LS1) heraus. In Kombination mit Zwischenlagen zum Korrosionsschutz ergab sich die Konfiguration aus Haftvermittler und PA-6/GFV Lage als favorisiertes FML. Varianten mit Laservorbehandlungen erreichten ähnlich gute Kennwerte, jedoch ist die Produktion größerer Halbzeuge nur schwer zu realisieren, weshalb im weiteren Verlauf der Arbeit eine genauere Betrachtung der HV5-Material-Varianten durchgeführt wurde. Die Übersicht aller Ergebnisse der ILSS-Versuche ist in Tabelle 8 dargestellt.

*Tabelle 8: Übersicht der ILSS-Mittelwerte μ mit Standardabweichung σ. Bezeichnungen mit * stehen für Konfigurationen mit Al 2020 T3.*

	μ ILSS (HW) [MPa]	σ [MPa]	μ ILSS (NK) [MPa]	σ [MPa]	μ ILSS (Trock-nung) [MPa]	σ [MPa]
S1	27,45	0,19	55,15	1,84	47,15	6,03
S3	17,93	0,95	59,66	1,29	60,18	1,06
DLC1	11,45	1,31	59,64	1,62	62,80	2,43
LS1	37,07	0,55	59,62	2,36	64,08	1,57
LS2	33,34	0,94	60,88	3,07	63,93	2,65
LS3	31,50	0,52	58,35	1,74	64,05	1,71
LS4	28,77	0,84	53,35	4,51	59,55	2,38
CT2	15,02	0,73	59,68	1,68	64,36	1,82
VM	25,26	0,44	52,85	1,72	61,55	1,12
HV4	28,28	8,25	54,48	9,01	59,35	5,91
HV5	35,58	2,97	67,89	0,81	69,19	0,52
HV6	26,30	4,58	67,86	3,56	64,88	9,37
SG	29,98	0,67	61,76	5,81	67,23	4,30
HV5+PA	27,05	8,68	52,23	12,85	52,16	10,41
HV5+PA/GFV	33,20	1,23	66,11	4,04	62,08	0,51
LS1+PA/GFV	18,58	5,24	34,54	12,71	30,57	14,38
LS1+HV5+PA/GFV	42,49	2,79	62,27	3,21	63,16	1,86
LS1+PA	25,81	2,23	32,24	19,53	13,72	7,01
LS1+HV5+PA	44,22	2,15	65,72	4,63	61,27	1,34
LS1+HV5	42,98	1,13	65,55	2,77	60,95	1,19
S2*	28,89	1,12	52,45	7,05	46,24	5,47
DLC1*	20,03	1,27	55,57	1,13	56,86	2,38
DLC2*	23,03	0,71	53,94	2,12	53,94	1,81
LS2*	24,51	5,81	51,77	9,59	51,78	7,84
LS3*	23,45	3,39	46,92	6,68	42,02	8,43
LS4*	23,31	1,90	51,95	5,57	43,30	7,65
VM*	25,49	0,55	53,92	3,47	63,42	1,39
HV5*	28,44	4,40	63,77	2,60	67,08	6,39
HV6*	23,84	12,51	63,00	13,08	58,82	15,59
SG*	35,70	0,39	70,67	1,81	74,17	1,77

Das Hauptaugenmerk der vorgestellten Kennwerte liegt auf dem Vergleich der untersuchten Oberflächenmodifikationen zur Erhöhung von adhäsiven Eigenschaften und des Korrosionsschutzes. Die Analyse mittels ILSS-Test liefert hierfür ein geeignetes Verfahren, ist jedoch kritisch hinsichtlich der Genauigkeit absoluter Werte zu hinterfragen, da es im Bereich des Prüfstempels zu kompressivem Versagen und Schubknicken kommen kann, was die ILSS-Werte beeinflusst. Die Auslagerung bei heiß-feuchter Umgebung führte bei allen Proben zu einer Senkung der ILSS-Werte. Dies ist vor allem auf eine Feuchtigkeitsaufnahme der PA-6-Matrix zurückzuführen. Diese wird bei erhöhten Temperaturen verstärkt [110] und senkt die mechanischen Eigenschaften von PA-6 erheblich (Kapitel 2.3.2).

Die Ergebnisse der untersuchten Oberflächenmodifikationen zeigten in allen Konfigurationen eine Verbesserung der ILSS-Werte im Vergleich zur unbehandelten Referenz. Die Einbringung funktionaler Haftvermittler-Moleküle (HV5, 6, SG) stellt einen deutlichen Zugewinn der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit dar. Es konnten Werte von bis zu 70 MPa erreicht werden, was in vergleichbaren Arbeiten von Monden [111] mit epoxidharzbasiertem CFK/Stahl-Laminaten gemessen wurde.

4.2 Potentiodynamische Korrosionsmessungen

Für die potentiostatischen Messungen wurde ein Messaufbau genutzt, der schematische in Abbildung 26 beschrieben wird. Der Aufbau entstand im Rahmen der Arbeiten von Hartwig [112] und konnte für die nachfolgend beschriebenen Versuche zur Bestimmung der Korrosionspotentiale der verschiedenen Oberflächenvorbehandlungen der Aluminiumbleche angewandt werden. Als Korrosionsmesszelle diente ein Teflon-Zylinder, in dessen Boden eine runde Öffnung elektrischen Kontakt zwischen Arbeitselektrode und Elektrolyt zuließ. Der definierte Kontaktbereich der Probenoberfläche ist dabei A = 0,196 cm², diese berührt den Elektrolyten (V = 110 ml NaCl, c = 0,5 mol/l). Als Referenz wurde eine Ag/AgCl-Elektrode und als Gegenelektrode ein Platindraht (A = 0,552 cm²) verwendet. Die Messungen wurden mit dem Potentiostat Interface 100 der Firma Gamry Instruments durchgeführt. Als Spannungsintervall zum Polarisieren der Proben wurden 5 mV/s gewählt. Um den Versuch darzustellen und charakteristische Korrosionsvorgänge hervorzuheben, wird der Strom logarithmisch über die anliegende Spannung aufgetragen. Für jede Oberflächenvariante des Aluminiums wurden drei Proben getestet. Ermittelt wurden die Werte E_{korr} und I_{korr} am globalen Minimum des Verlaufs im Evans-Diagramm, wie in Abbildung 47 zu sehen.

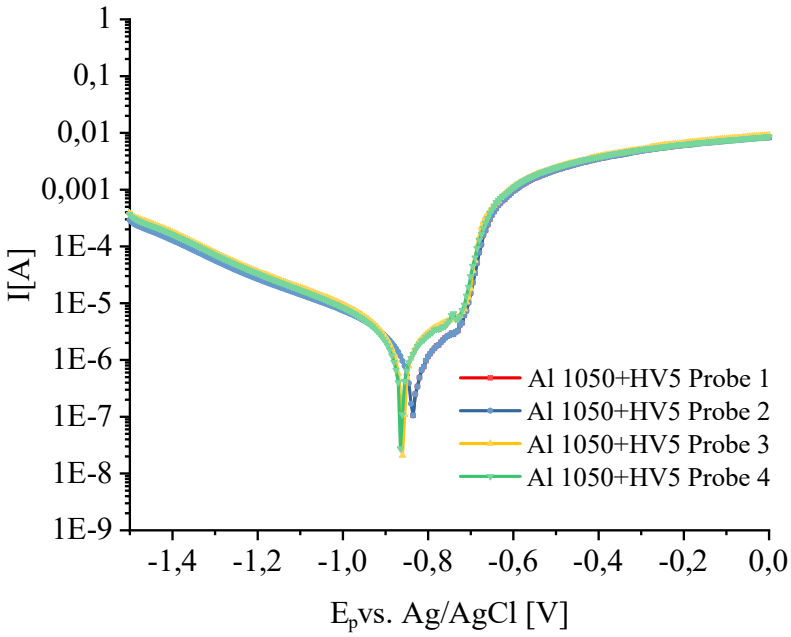

Abbildung 47: Potentiodynamische Polarisationsmessung an vier Proben dargestellt, im Evans-Diagramm von Proben mit laserstrukturierter Aluminiumoberfläche (Al 1050A).

In Abbildung 48 ist die Übersicht der getesteten Proben in einem Diagramm mit E_p über den logarithmischen Strom dargestellt. Alle Proben mit zusätzlichen Zwischenschichten (im Diagramm in grün) aus PA oder PA/GFV haben eine leicht negativere E_{korr} als die übrigen Proben. Die Standardabweichung nimmt jedoch deutlich zu. Die Proben ohne Laserstrukturierung mit Zwischenschichten (HV5+PA, HV5+PA/GFV) weisen dabei den geringsten Stromfluss bei geringerer Standardabweichung und die geringsten Werte für E_{korr} auf.

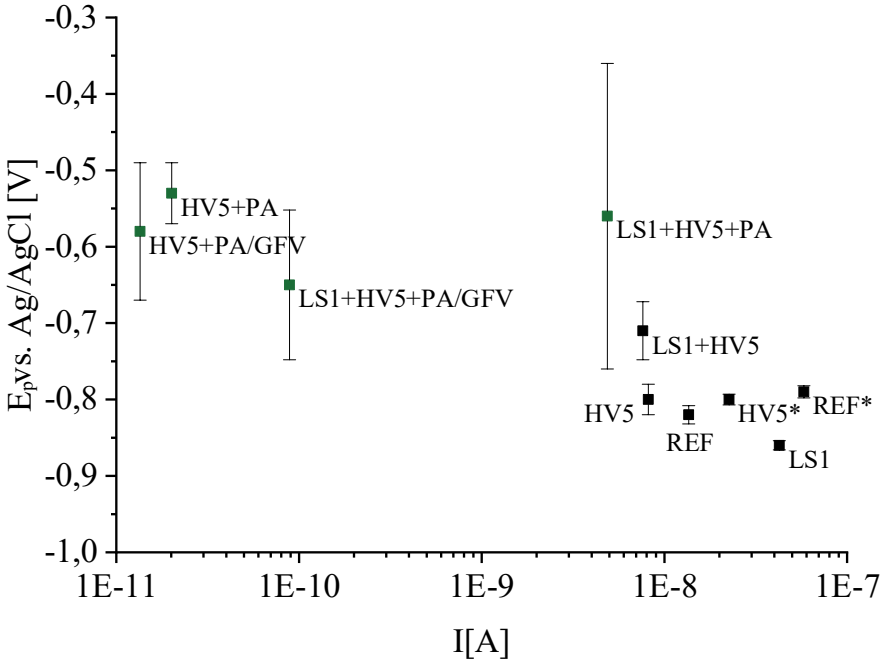

Abbildung 48: Korrosionspotentiale in Abhängigkeit des Stroms. In Grün dargestellt sind Aluminiumproben mit zusätzlicher Zwischenschicht.

In Abbildung 48 ist zu erkennen, dass die Korrosionspotentiale von den Proben HV5/REF von Al 1050A und Al 2024 T3 auf einem ähnlichen Niveau liegen, wobei die Al 1050A-Proben geringere Ströme zulassen (1,36 x 10^{-08} A; 8,17 x 10^{-09} A) als die Al 2024 T3-Proben (5,80 x 10^{-08} A; 2,26 x 10^{-08} A). Eine Auflistung der ermittelten Werte findet sich in Tabelle 9. In beiden Fällen kommt es durch die Silanisierung zu einer leichten Verringerung des Stromflusses. Die Laserstrukturierung LS1 von Al 1050A führt erwartungsgemäß zu einer Verschlechterung des Korrosionspotentials sowie zu einer Erhöhung des Stromflusses. Grund dafür ist die vergrößerte Oberfläche durch das Aufrauen des Aluminiums. Die Variante LS1+HV5 gleicht diesen Prozess wieder aus und weißt ein etwas höheres Korrosionspotential im Bereich der Variante HV5 auf. Bei allen Proben mit zusätzlicher Zwischenschicht kommt es zu einer deutlich höheren Standardabweichung hinsichtlich des Korrosionspotentials. Bei der Verwendung zusätzlicher Zwischenschichten wird das Material idealerweise vollständig isoliert. Bei allen Proben konnten dennoch kleine Ströme gemessen werden und es zeigten sich die charakteristischen Kurvenverläufe der Proben ohne Zwischenschicht. Die Messungen des Korrosionsstroms I_{korr} sind in den Fällen von HV5+PA und HV5+PA/GFV im Vergleich zur Referenz von Al 1050A (REF) um den Faktor 10^3 kleiner. Als Grund für die geringen gemessenen Korrosionsströme aller Konfigurationen mit zusätzlicher Zwischenschicht wird die verringerte Elektronenmobilität innerhalb der PA-6-Lagen vermutet, welche die Rekombinationsrate der Elektron-Loch-Paare senkt [112]. Dies verhindert den Elektronenfluss zum Metall und schützt die Aluminiumlagen vor Korrosion.

Tabelle 9: Übersicht der untersuchten Oberflächenvorbehandlungen.
*Mit * gekennzeichnete Abkürzungen bezeichnen Proben mit Al 2024 T3.*

Abkürzung	E_{korr} [V]	I_{korr} [A]
REF	-0,82	1,36E-08
REF*	-0,79	5,80E-08
HV5	-0,8	8,17E-09
HV5*	-0,8	2,26E-08
LS1	-0,86	4,26E-08
LS1+HV5	-0,71	7,63E-09
LS1+HV5+PA	-0,56	4,87E-09
LS1+HV5+PA/GFV	-0,65	8,87E-11
HV5+PA	-0,53	2,01E-11
HV5+PA/GFV	-0,58	1,35E-11

Um das Langzeitverhalten der Materialkonfigurationen einschätzen zu können, wurden im Anschluss, wie nachfolgend in Kapitel 4.3 beschrieben, die Varianten HV5 und HV5+PA/GFV in Kombination mit Al 1050A in heiß-feuchter Umgebung für bis zu 30 Wochen ausgelagert.

4.3 Einfluss von Langzeit-Auslagerung in Hot/Wet-Umgebung auf die scheinbare interlaminare Scherfestigkeit

Weitere Untersuchungen wie die Langzeit-Auslagerung sowie Modus I/II-Versuche wurden an folgenden Materialkonfigurationen mit unidirektionalem PA-6 Tape (UDTP) und Al 1050A durchgeführt:

- UDTP-1050-HV5-PA-6-GFV (kurz HV5+PA/GFV)
- UDTP-1050-HV5 (kurz HV5)

Um die Bedeutung der Zwischenlage hervorzuheben, wird die Untersuchung der Konfiguration ohne Zwischenlage als Referenzmaterial betrachtet. Materialpaarungen ohne Oberflächenvorbehandlungen lösten sich bei der Hot/Wet-Auslagerung im ILSS-Screening bereits nach einer Woche und konnten somit nicht als Referenz genutzt werden.

Um die Auswirkung der Feuchtigkeitsaufnahme genauer zu untersuchen, wurden ILSS-Proben in feucht-heißer Umgebung (80 °C / 95 % r.F.) ausgelagert. Der Auslagerungszeitraum betrug dabei bis zu 35 Wochen. Je Konfiguration wurden fünf Proben im Abstand von drei Wochen getestet. Feucht-heiße Umgebungsbedingungen spielen bei Thermoplasten wie PA-6 eine besondere Rolle, da die Wasseraufnahmefähigkeit von PA-6 bis zu 10 % des Gewichts betragen kann [110]. Der Feuchtegehalt reduziert Steifigkeit und Festigkeit des Polymers und die Glasübergangstemperatur sinkt. Auch Schubspannungen an der Grenzfläche können durch das Aufquellen des Polymers hervorgerufen werden.

Für die Feuchteaufnahme während der Auslagerung wird von einem Diffusionsprozess ausgegangen [111, 113]. Die Quadratwurzel der Auslagerungszeit steht in diesem Fall mit den ILSS-Kennwerten in einem linearen Zusammenhang. Die Werte ab einer Woche Auslagerungszeit zeigen mit den nachfolgenden Messzeitpunkten einen guten linearen Zusammenhang (R-Quadrat 0,995 und 0,874, siehe Abbildung 49).

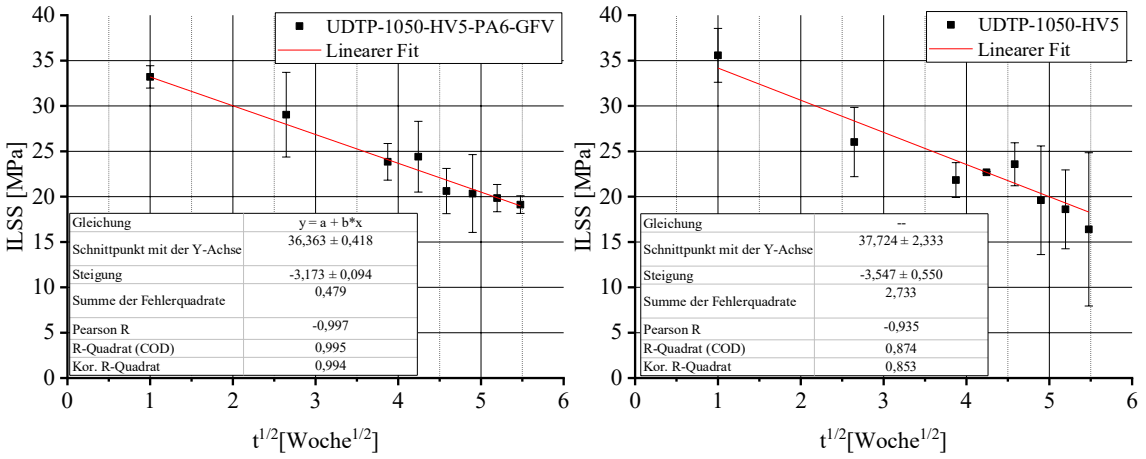

Abbildung 49: Bei einem Diffusionsprozess kann ein linearer Zusammenhang zwischen der Quadratwurzel der Auslagerungszeit und den ILSS-Kennwerten festgestellt werden. Das linke Diagramm zeigt ILSS-Proben mit zusätzliche Zwischenlagen.

In Abbildung 49 sind die Materialkonfigurationen mit Silan-Haftvermittler KBE 903 mit zusätzlichen Zwischenlagen aus PA-6 und GFV (links) sowie die Referenzkonfiguration ohne PA-6/GFV dargestellt. Bei der Variante HV5+PA/GFV ist zu erkennen, dass die negative Steigung der Fit-Geraden etwas geringer ist (-3,173), als bei der HV5-Variante (-3,547). Eine geringere negative Steigung kann als eine überlegene Konfiguration interpretiert werden, da die Verbindungsfestigkeit der Proben mit Zwischenlagen bei höherer Auslagerungsdauer weniger nachlassen. Auch ist zu erkennen, dass die Proben HV5 im Bereich ab 24 Wochen und mehr einen deutlich höheren Fehler aufweisen. Diese Streuung bei den Ergebnissen lässt eine fortschreitende Degradierung der Grenzflächen und entsprechend unterschiedlichere Versagensniveaus vermuten. Während die absoluten Werte zunächst keine Variante explizit favorisieren, kann unter den Aspekten der höheren negativen Steigung sowie dem zunehmenden Fehler bei der Auswertung der Fünfer-Statistik davon ausgegangen werden, dass die Materialkonfiguration mit den zusätzlichen Zwischenlagen bei längerer Auslagerung in heiß-feuchter Umgebung als überlegen bewertet werden kann.

4.4 Bruchmechanische Untersuchungen

Für die Auswahl der beiden FML-Varianten wurden die kritischen Energiefreisetzungsraten bei Modus I- und Modus II-Belastung bestimmt. Delaminationen durch Modus I/II/III-Belastungen sind bei Bauteilen in der Regel schwer zu erkennen, führen aber zu einer deutlichen Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften des Laminats. Die folgenden Abschnitte zeigen das unterschiedliche Versagensverhalten der ausgewählten FML mit und ohne zusätzlicher Zwischenschicht.

4.4.1 Ergebnisse und Diskussion der Modus I-Energiefreisetzungsrate

Für die Messung des Rissfortschritts werden wie in Kapitel 3.4.1 beschrieben zwei AE-Sensoren (Mistras) auf den Probekörper appliziert. Durch den Laufzeitunterschied der AE-Events kann die Rissspitze lokalisiert werden, welche für die Entstehung der Schallsignale verantwortlich ist. In Abbildung 50 ist der Aufbau für DCB-Messungen mit den beiden AE-Sensoren an den Enden der Probe dargestellt.

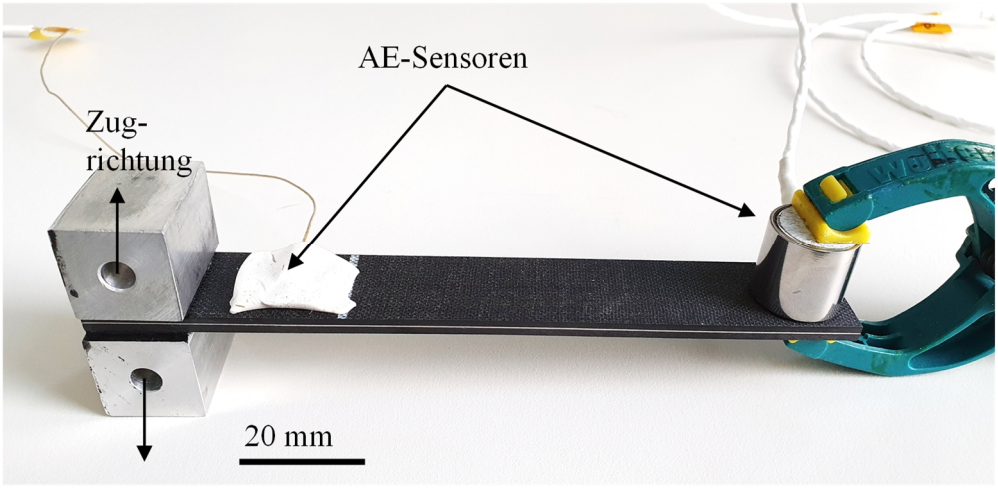

Abbildung 50: DCB-Probekörper mit HDWD2-Sensor (links) und WD-Sensor (rechts)

Ist der Rissfortschritt in Abhängigkeit von der Kraft bekannt, so kann die Energiefreisetzungsrate über eine der in Kapitel 3.4.1 beschriebenen Methoden bestimmt werden. Für die folgenden Auswertungen wurde hierfür die MBT-Methode gewählt.

Tabelle 10: AE-Aufnahmeeinstellungen zur Ermittlung des Rissfortschritts.

Aufnahmeeinstellungen	Wert/Einheit
Vorverstärkung	40 dB
Threshold	35 dB
Aufnahme-Rate	10 MSP/s
Bandpass-Bereich	20 –1200kHz
Anbringung	Blu tack/Klammer
Sensor-Typ	HDWD2/WD (Mistras)
Anzahl Sensoren	2

Abbildung 51 zeigt die Rohdaten des DCB-Versuchs an den beiden FML-Konfigurationen mit und ohne GFV-Zwischenschicht. Die Kraft wird über den Abstand der Lasteinleitungsblöcke aufgetragen. Rot eingetragen ist ein linearer Fit des linear-elastischen Bereichs des Versuchs, welcher die Abweichung ab einer bestimmten Last hervorhebt. Der Übergang von linear-elastischem Bereich zu plastischer Verformung kann als F_{NL} bezeichnet und zur Berechnung der Energiefreisetzungsrate genutzt werden.

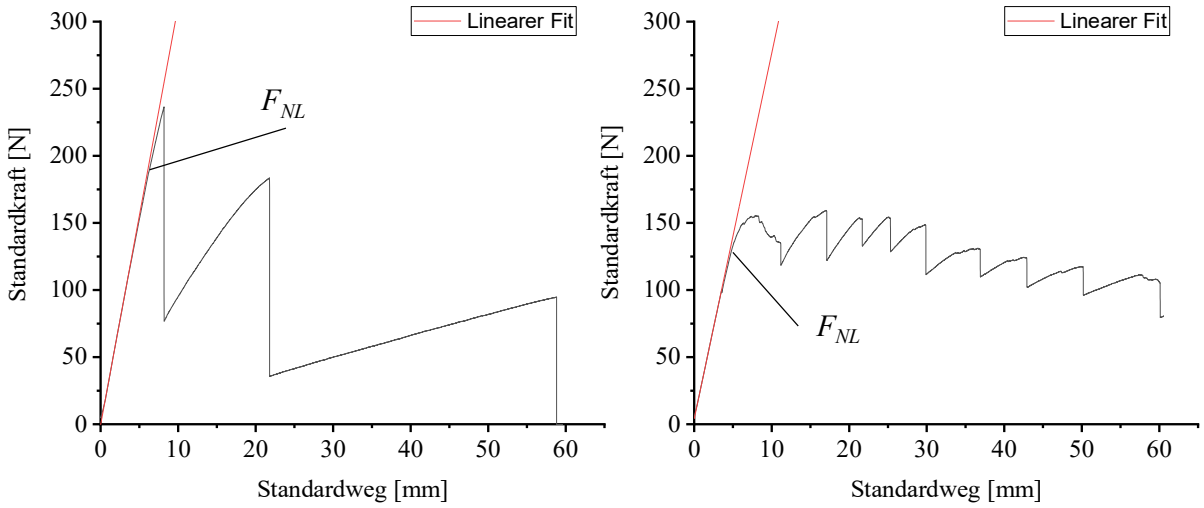

Abbildung 51: Kraft-Weg-Diagramm der DCB-Versuche an FML-Proben HV5+GFV (links) und HV5-Proben (rechts). Mit Hilfe des linearen Fits kann die Abweichung des Kraft-Weg-Verlaufs aus dem linear-elastischen Materialverhalten ermittelt werden.

Zur Ermittlung von G_{Ic} können den Diagrammen aus Abbildung 51 verschiedene signifikante Werte wie das Kraftmaximum oder der Übergang von linear-elastischem Bereich zu plastischer Verformung für die Kraft F entnommen werden, alternativ kann man G_I für den gesamten Kraft-Weg-Verlauf berechnen. Je nach Versagensart und Kraft-Wegverlauf können dabei

zusätzliche Informationen zum Versuch ermittelt werden. Bei der linken Kraft-Weg-Kurve in Abbildung 51 ist zu sehen, dass die Kraft beim ersten Initialversagen ein deutlich höheres Niveau aufweist, danach jedoch stärker abfällt als die Probe ohne GFV-Zwischenschicht im rechten Diagramm. Auch wird danach ein deutlich höheres Kraftniveau benötigt, um den Riss weiter zu öffnen. Dieser Verlauf zeigte sich bei allen Proben mit GFV-Zwischenschicht und ist in Abbildung 54 an den aufgehellten Stellen zwischen den Rissfortschritten zu erkennen. Zur Bestimmung von G_{Ic} wurden in der Auswertung folgende markante Punkte des Kraft-Weg-Verlaufs genutzt: F_{NL} beschreibt die erste Abweichung der Kraft-Weg-Kurve vom linearen Fit, F_{VIS} beschreibt die erste sichtbare Signatur des Kraft-Weg-Verlaufs und F_{AE} das Einsetzen des Risswachstums, welches von den AE-Sensoren ermittelt wurde.

$|\Delta|$ wird mit einer Ausgleichsgeraden der Compliance $C^{1/3}$ über die Gesamt-Delaminationslänge ermittelt und entspricht dem Schnittpunkt dieser Geraden mit der x-Achse. Die Rissöffnung wird somit virtuell verlängert und berücksichtigt dabei die Rotation der Biegebalken. In Abbildung 52 ist der lineare Fit rot eingezeichnet, das Risswachstum ist aus den aufgezeichneten AE-Events der akustischen Messung eingetragen.

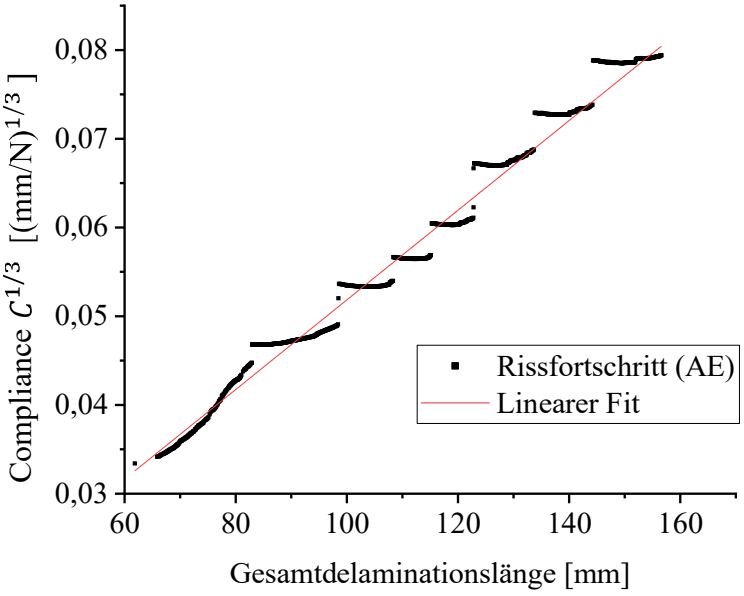

Abbildung 52: Diagramm zur Bestimmung von $|\Delta|$ für die Berechnung der Energiefreisetzungsrate G_{Ic} nach der MBT-Methode.

In Tabelle 11 sind die Versuchsergebnisse der DCB-Testreihe für die beiden Materialkonfigurationen mit HV5 und HV5+PA/GFV zusammengefasst. Für beide Testreihen wurden jeweils vier Probekörper geprüft und die G_{Ic}-Werte wurden mit der MBT-Methode ermittelt. Auffällig ist bei den Ergebnissen, dass die Werte für G_{Ic} (NL/VIS/AE) stark unterschiedliche Niveaus erreichen. Während die NL- und AE-Berechnungen höhere Werte für die Konfiguration

HV5 ergeben (HV5: 480 J/m², HV5+PA/GFV: 280 J/m²), sind die Werte für G_{Ic} (VIS) bei der Materialkonfiguration HV5+PA/GFV (HV5: 1040 J/m², HV5+PA/GFV: 1320 J/m²) höher. Bei der initialen Rissöffnung werden höhere Kräfte erreicht, das weitere Risswachstum erfolgt jedoch nach höheren Kraftabfällen und die Abweichung zum linearen Fit im linear-elastischen Bereich ist schneller erreicht. Bei HV5-Proben ist das Risswachstum deutlich gleichmäßiger, wie in Abbildung 51 zu sehen ist. Dieses unterschiedliche Schädigungsverhalten der Hybridlaminate erschwert einen direkten Vergleich, da die beschriebenen Eigenschaften anwendungsbezogen Vor- und Nachteile bringen können. Eine höhere Energiefreisetzungsrate G_{Ic} (VIS) schützt vor erstmaligem Versagen, das schlagartige Versagen und Fortschreiten des Risses erschwert jedoch Vorhersagen zu Umfang und Größe eines Schadens.

Tabelle 11: Mittelwerte μ und Standardabweichungen σ der Energiefreisetzungsraten der DCB-Tests.

Modus I		G_{Ic} (NL) [J/m²]	G_{Ic} (VIS) [J/m²]	G_{Ic} (AE) [J/m²]
HV5	μ	480,90	1040,55	481,19
	σ	115,79	190,10	116,32
HV5+PA /GFV	μ	280,48	1319,52	280,99
	σ	55,26	388,55	54,93

Bei Betrachtung der Rissflächen der DCB-Proben, sieht man, dass im Fall mit GFV-Zwischenschicht ein rein kohäsives Versagen vorliegt. Auf der gesamten Rissfläche ist zu erkennen, dass die mechanisch schwächere Schicht aus PA-6/GFV an beiden Materialpartnern haften geblieben ist und der fortschreitende Riss nicht in Laminatschichten des CFK hineinläuft. Die Ablenkung der Rissspitze in benachbarte Lagen führt in der Regel zu ansteigenden G_{Ic}-Werten mit wachsendem Riss. Dieser Effekt kann bei monolithischen Faserverbundwerkstoffen häufig beobachtet werden [111]. Das Überbrücken des Risses durch Fasern (engl. fibre bridging) behindert in diesem Fall das Risswachstum zusätzlich und steigert die Energiefreisetzungsrate. Wie in Abbildung 51 am Kraftverlauf beider Materialkonfigurationen zu erkennen ist, fällt die Kraft nach anfänglichem Versagen deutlich ab, an den anschließend freigelegten Rissoberflächen bestätigt sich das kohäsive Schadensverhalten (Abbildung 53 und Abbildung 54).

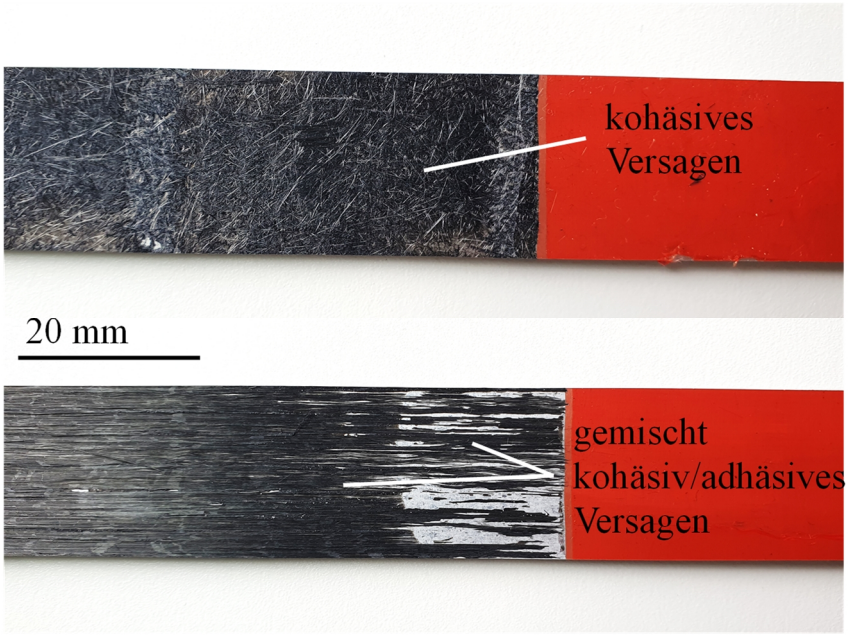

Abbildung 53: Bruchflächen der Probekörper mit (oben) und ohne (unten) Glasfaservlies. Während die Bruchfläche mit Glasfaservlies rein kohäsiv versagt, versagt die Variante ohne GFV zu Beginn gemischt adhäsiv/kohäsiv.

In Abbildung 54 ist zu erkennen, wie die Probekörper von drei Proben mit HV5+PA/GFV auf beiden Seiten jeweils mit den Resten der GFV-Schicht bedeckt sind. Das Fortschreiten der Rissspitze in wenigen Stufen ist an den helleren Streifen im GFV zu erkennen.

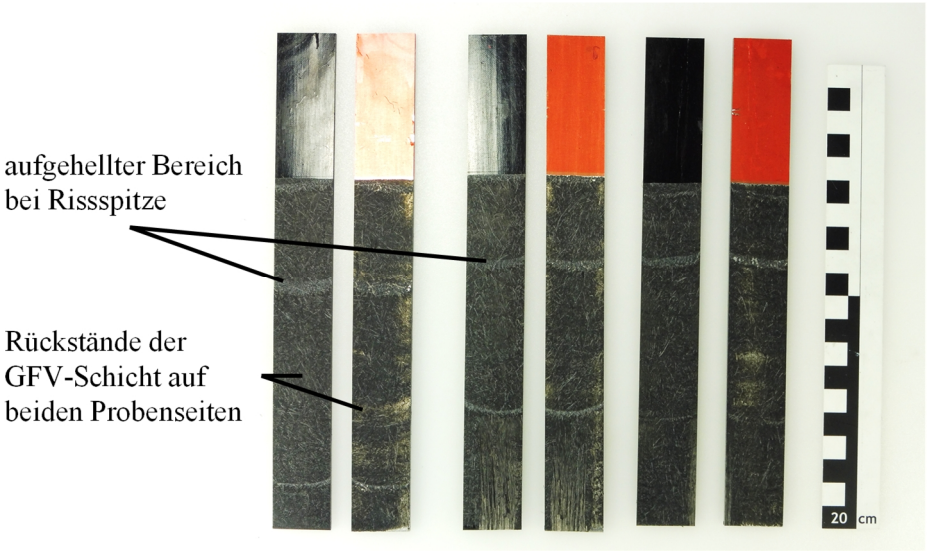

Abbildung 54: Bruchflächen der Probekörper mit Glasfaservlies und PA-6 Zwischenschicht. Das Grenzflächenversagen findet ausschließlich innerhalb der Glasfaserschicht statt, welche sowohl am CFK als auch an der Aluminiumlage haften bleibt, und kann damit als rein kohäsives Versagen bewertet werden.

Die Auswertung der untersuchten Materialkonfigurationen unter Modus I Belastung bestätigt die verbesserte Haftung durch die Vorbehandlung mit dem Silan-Haftvermittler KBE 903, bei dessen Verwendung alle Proben in den Versuchen rein kohäsiv versagten. Die Kraft-Weg-Verläufe unterscheiden sich deutlich und zeigen verschiedene Versagensverhalten durch die

großen Kraftsprünge bei HV5+PA/GFV-Proben und den gleichmäßigeren Rissfortschritt bei HV5-Proben (Abbildung 51). Die höchsten G_I (VIS) Energiefreisetzungsraten werden von der Materialkonfiguration HV5+PA/GFV erreicht, das Initialversagen führt jedoch zu einer deutlich weiteren Rissöffnung und einem höheren Kraftabfall (bis zu 50 %) als bei Proben ohne Zwischenschicht (bis zu 10 %). Neben einer Beschreibung der Materialien mittels Kennwerten ist daher die qualitative Bewertung zur genaueren Beschreibung des Versagensverhaltens notwendig.

Vergleicht man die G_{Ic} (NL/AE)-Werte mit Ergebnissen aus der Literatur [111], so werden im Bezug zu monolithischem CFK (318 J/m²) leicht niedrigere Werte für die HV5+PA/GFV-Proben (280 J/m²) und deutlich höhere Werte für HV5-Proben (480 J/m²) erreicht. Dies spricht für eine sehr gute Haftung der Lagen, die durch den Einsatz des Haftvermittlers zwischen Aluminium und PA-6-Matrix und der Ausbildung kovalenter Bindungen bedingt wird. Die CFK/Stahl-Hybridlaminate aus [111] erreichen mit verschiedenen Oberflächenmodifikationen höhere G_{Ic}-Werte von bis zu 440 J/m². In der Arbeit von Pan et al. [114] wurden FML aus AZ31 Magnesium (Mg) und CFK mit Epoxidharz Basis in einem 6/7 Lagenaufbau getestet, die mittleren G_{Ic}-Werte betrugen dabei 230 J/m².

Die Ergebnisse liegen damit in einem ähnlichen Wertebereich mit vergleichbaren FML. Das Versagen der GFV-Schicht der HV5+PA/GFV-Proben führt zu erwartungsgemäß niedrigeren Energiefreisetzungsraten, da hier die mechanisch schwächeren Glasfasern den Haupteinfluss auf das Ergebnis haben.

4.4.2 Ergebnisse und Diskussion der Modus II-Energiefreisetzungsrate

Zur Untersuchung des Modus II-Delaminationsverhaltens wird die in Kapitel 3.4.2 beschriebene Compliance Calibration-Methode genutzt. Es wurden je Materialkonfiguration vier Proben getestet. Vor der eigentlichen Prüfung wird der Prüfkörper mit unterschiedlichen effektiven Risslängen getestet, dabei wird die ENF-Probe auf der Vorrichtung so platziert, dass der künstlich eingebrachte Riss bei a_{20} = 20 mm und a_{40} = 40 mm steht.

Die Belastung wird anschließend bis unterhalb der halben erwarteten Versagenslast gesteigert. Die Nachgiebigkeiten C_{20} und C_{40} als Quotient aus Prüfstempelvorschub und Kraft im linear-elastischen Bereich werden über a^3 aufgetragen. Abbildung 55 zeigt diesen Messablauf anhand einer FML-Probe.

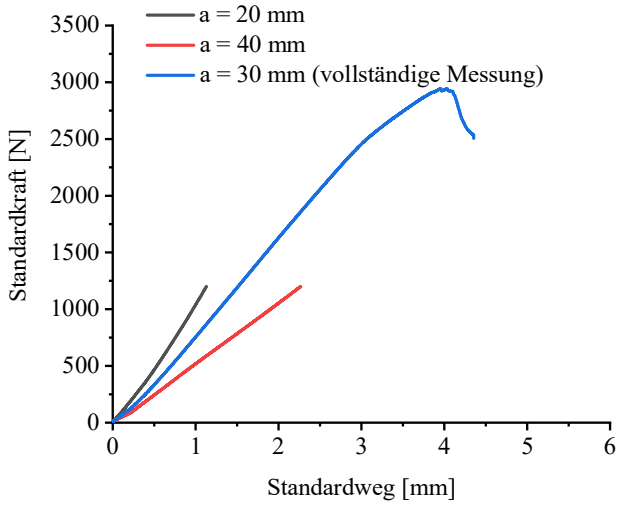

Abbildung 55: Für die Ermittlung der Energiefreisetzungsrate G_{II} werden die Nachgiebigkeiten C_{20} und C_{40} zusätzlich zur eigentlichen Messung benötigt. Die drei Compliance-Werte werden über a^3 aufgetragen und die Steigung der Ausgleichsgeraden wird für Gleichung 3.3 genutzt.

Im Gegensatz zu den Kraft-Weg-Kurvenverläufen bei den DCB-Versuchen versagen die ENF-Probekörper nach Erreichen des Kraftmaximums so weit, dass die Messung gestoppt wird. In den Diagrammen in Abbildung 56 ist zu erkennen, dass Proben mit GFV-Zwischenschicht ein im Mittel 5 % höheres Lastniveau erreichen als Proben ohne Zwischenschicht.

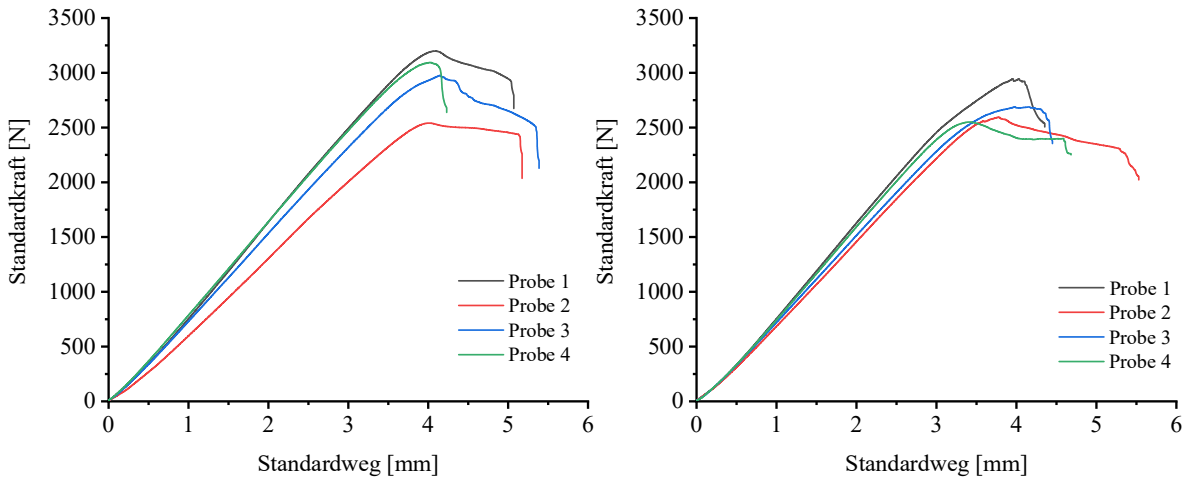

Abbildung 56: Ergebnisse der ENF-Versuche bei den HV5-Proben (rechts) und HV5+PA/GFV-Proben (links).

Die Standardabweichung der Maximalkraft F_{max} ist bei den HV5-Proben etwas geringer als bei der HV5+PA/GFV-Variante (Tabelle 12). Bei der kritischen Energiefreisetzungsrate G_{IIc} liegen die HV5+PA/GFV-Proben um über 40 % über dem Mittelwert der HV5-Proben, die Standardabweichung für beide Probentypen ist vergleichbar.

Tabelle 12: Mittelwerte und Standardabweichung der Gesamtenergiefreisetzungsraten der ENF-Tests.

Modus II	Mittelwert μ, Standardabweichung σ	G_{IIc} [J/m²]	G_{IIc_onset} [J/m²]	F_{max} [N]	F_{onset} [N]
HV5	μ	5340,14	5186,33	2693,87	2655,71
	σ	771,59	727,12	176,90	175,29
HV5+PA/GFV	μ	7698,32	7579,32	2952,55	2927,81
	σ	734,54	833,87	288,93	285,17

Die ermittelten G_{IIc}-Werte liegen bei etwa 5200–7700 J/m². Bei Choi et al. [115] werden bei PA-6-basiertem CFK Werte zwischen 1700–2300 J/m² und bei Pan et al. [114] wird an Mg/CFK-FML ein mittlerer G_{IIc}-Wert von 5800 J/m² erreicht. Das G_{Ic}/G_{IIc}-Verhältnis liegt im Fall von [114] bei 0,039, für HV5-Proben liegt der Wert bei ungefähr 0,1, bei HV5+PA/GFV-Proben bei 0,036. Die großen Unterschiede zwischen Modus I- und Modus II-Belastung können auf die verschiedenen Spannungsarten der jeweiligen Belastung zurückgeführt werden. Bei Modus I-Belastung wird der interlaminare Riss durch Schälspannungen hervorgerufen, wobei die GFV-Schicht als mechanisch schwächste Lage als erstes versagt. Hier können HV5-Proben höhere Werte erreichen. Bei Modus II-Belastung kommt es hauptsächlich zu Scherspannungen. Dabei kann es bei der GFV-Zwischenschicht im Gegensatz zur glatten Grenzfläche bei HV5-Proben eher zu mechanischen Verriegelungen kommen, wodurch eine Rissausbreitung verhindert wird. Dieser Effekt wird in der Arbeit von Kim et al. [116] und bei [114] beschrieben.

Nach Prüfung der bruchmechanischen Eigenschaften kann die Materialkonfiguration mit zusätzlicher GFV-Zwischenschicht als Favorit der Versuche gewertet werden. Mit den Ergebnissen aus Langzeitauslagerung und potentiodynamischer Korrosionsmessung wird diese Bewertung gestützt. Die Grenzfläche zwischen Aluminium und CFK-Lagen erhält durch die GFV-Zwischenschicht einen erhöhten Korrosionsschutz und verlängert damit die Lebensdauer von

FML-Bauteilen. Zudem wurde die Haftung der Materialpartner durch die Silanisierung optimiert. Die verwendeten Prüfverfahren zur Ermittlung der Energiefreisetzungsraten unter Modus I- und Modus II-Belastung zeigen eine hohe Verbindungsgüte der Materialpartner.

4.5 Erweiterung der Auswertetechnik von Tiefungsversuchen nach Nakajima

Für die im folgenden Kapitel beschriebenen Versuche wurde der am Lehrstuhl Hybride Werkstoffe/Mechanical Engineering entwickelte Messaufbau aus den gemeinschaftlichen Arbeiten innerhalb der Projekte MAI CC4 Hybrid und MAI CC4 HybCar genutzt. Der Aufbau lässt Messungen bis zu 250 °C zu und kann in eine Universalprüfmaschine (Kappa DS, Zwick/Roell GmbH) integriert werden (Kapitel 3.5). Er entspricht den genormten Abmessungen aus der Norm ISO 12004-2 [19] für die zeitabhängige Auswertemethodik, bei der Dehnungsmessungen mit einer Bildrate von 10 Hz und mehr erforderlich sind. Für die Messung der Dehnungen wurde das optische Dehnungsmesssystem ARAMIS der Firma GOM GmbH eingesetzt. Um den Aufbau auf seine Funktionalität zu testen, wurden zunächst Messreihen mit dem im Hybridlaminat genutzten Aluminium 1050 bei Raumtemperatur und bei der Zieltemperatur von 240 °C durchgeführt (Kapitel 4.5.1). Die werkstoffabhängige Umformbarkeit sowie unterschiedliches Versagensverhalten von Metallen gegenüber FML erfordern die Anpassung der Auswertemethoden und die Entwicklung neuer Bewertungsstrategien, welche im folgenden Kapitel vorgestellt werden.

4.5.1 Vorversuchsreihe Aluminium bei Raumtemperatur

Für die Messungen mit Aluminium bei Raumtemperatur sowie bei 240 °C wurden Probekörper aus dem Projektmaterial Al 1050A mit einer Blechdicke von d = 0,3 mm hergestellt. Als Stegbreite wurden S_b = 30/50/70/90 mm sowie ein Vollkreis gewählt. Je Geometrie standen drei Proben zur Verfügung, aufgrund von teilweise außermittig versagenden Proben konnte jedoch keine vollständige dreier-Statistik bei erhöhten Temperaturen mit Aluminium durchgeführt werden. Als Stempelgeschwindigkeit wurde 1 mm/s gewählt.

Das korrekte Versagen der Proben (15 mm um die Probenmitte) wird maßgeblich durch die Reibung zwischen Stempel und Probe beeinflusst. Kann die Probe nicht am Stempel entlanggleiten, so kommt es zu einem außermittigen Versagen der Probe. Insbesondere bei erhöhten Temperaturen werden die Schmiereigenschaften der verwendeten Systeme verschlechtert. Durch die Kombination von Grafitgleitfolie mit Grafitgleitspray konnte eine Verbesserung der

Schmierung erreicht werden, so dass auch bei erhöhten Temperaturen mittiges Probeversagen erreicht werden konnte.

Dennoch konnten für Aluminiumproben keine vollständigen Statistiken erstellt werden. Der Grund hierfür wird neben einer nicht idealen Schmierung bei hohen Temperaturen auch bei der Blechdicke vermutet, welche mit den im Projekt verwendeten Aluminiumblechen mit 0,3 mm die untere Grenze der Empfehlung nach Norm ISO 12004-2 darstellt. Die hohe Dehnung im Randbereich bei unzureichender Schmierung ist in Abbildung 57 dargestellt.

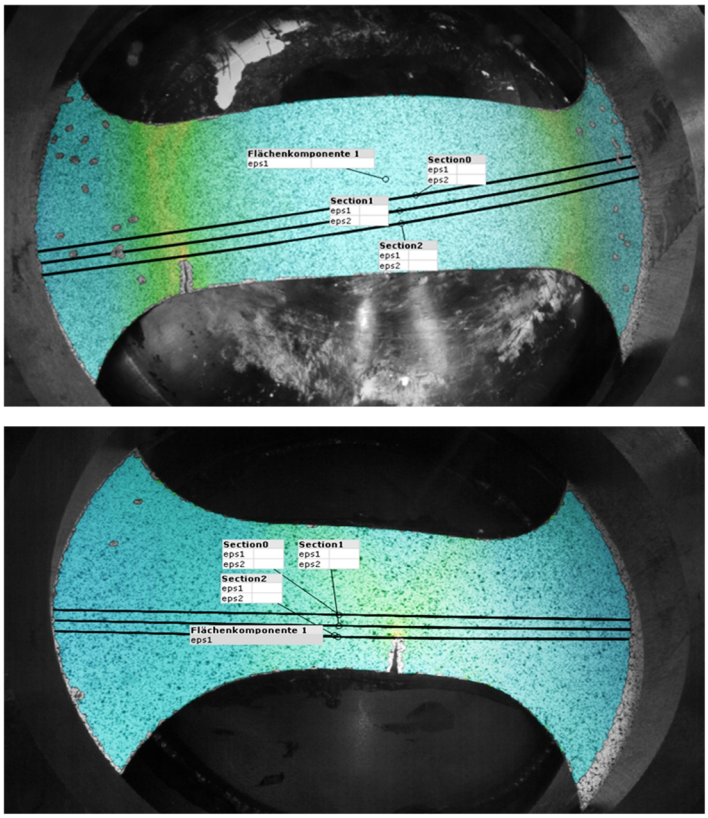

Abbildung 57: Bei erhöhter Reibung kann die Probe in der Stempelmitte nicht ausreichend gleiten und Versagen im Randbereich wird begünstigt (Schmiersystem: Grafitgleitspray, oberes Bild). Die Schnittlinien werden von der Auswertesoftware nicht mehr parallel zum Probensteg ausgerichtet. Versagen in der Stempelmitte in einem Bereich von +/- 15 mm ergibt einen gültigen Versuch (Schmiersystem: Grafitgleitspray+Grafitgleitfolie).

Für die ortsabhängige Auswertemethode nach ISO 12004-2 wird mit der Schnittlinienmethode die Dehnungsverteilung mit drei Schnitten über der Einschnürung bzw. am Riss in der Probe gemessen. Für die Aluminiumproben bei Raumtemperatur konnten für Proben mit 30/50/70 mm Stegbreite je zwei Versuche nach Norm ausgewertet werden, für die Vollkreisprobe konnte eine Probe ausgewertet werden.

In Abbildung 58 wird die Auftragung des Umformgrads über die Probenlänge dargestellt. Zur Auswertung wurde das Modul zur Berechnung der Grenzformänderungskurve nach ISO 12004 der Software GOM Correlate genutzt.

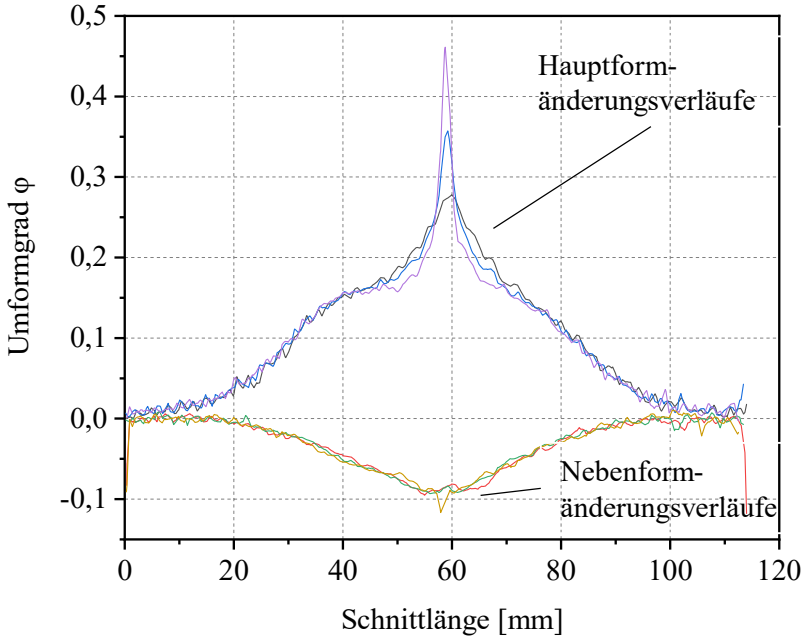

Abbildung 58: Auswertung einer Aluminiumprobe (30 mm Stegbreite) mittels Schnittlinienverfahren. Haupt- und Nebenformänderung werden aus drei verschiedenen Geraden senkrecht zum Riss ausgewertet.

Weicht der ausgewertete Dehnungspfad von der Probenmitte ab, so wird bei der Auswertung in der Regel nur ein kleinerer Teil der Nebenumformgrade abgedeckt, zudem sinkt das Grenzformänderungsvermögen der untersuchten Proben. Eine Auswertung von Dehnpfaden im Randbereich ähnelt der Belastung bei ebener Dehnung des Werkstoffs. Unzureichendes Gleiten kann diesen Effekt auch bei mittigem Versagen der Probe erzeugen, in der Auswertung der Dehnpfade führt dies zu einem insgesamt reduzierten Grenzformänderungsvermögen und einem kleineren Anteil an Nebenformänderungen. In der Arbeit von Kuppert [18] wird der Einfluss der Reibung auf die Lage der ermittelten Grenzformänderungswerte genauer untersucht. Es wird darauf eingegangen, dass Aluminium-Proben aus 6000er-Legierungen besonders im biaxialen Belastungszustand häufig nicht durch Einschnürung versagen und die Messwerte beim Versagen durch einen duktilen Bruch stark schwanken können. Abbildung 57 zeigt den Einfluss des Schmiersystems bei einer Aluminium-Probe (Stegbreite 30 mm).

In Abbildung 59 ist das Ergebnis der ersten Messreihe von Al 1050A bei Raumtemperatur mit dem optimierten Schmiersystem (Grafitgleitspray und Grafitgleitfolie) zu sehen. Für die

Probengeometrie mit einer Stegbreite von 90 mm konnte mit der ortsabhängigen Schnittlinienmethode keine gültige Auswertung durchgeführt werden, da das Versagen der Proben außerhalb des vorgegebenen Bereichs lag. Es fällt auf, dass im Bereich des biaxialen Streckziehens der Vollkreisprobe ein deutlich höherer Anteil der Hauptformänderung (φ_1 = 0,33; φ_2 = 0,13) vorliegt. Die weiteren Ergebnisse der Schnittlinienauswertung streuen stark, liegen jedoch im erwarteten Bereich mit leicht negativen Nebenformänderungen.

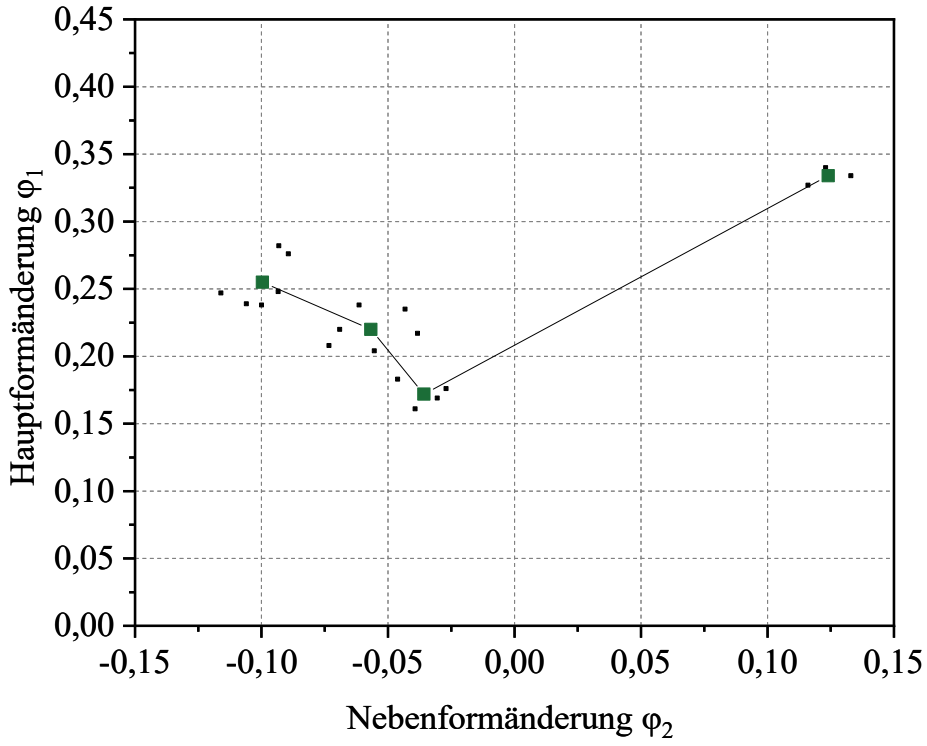

Abbildung 59: Grenzformänderungskurve von Al 1050A bei Raumtemperatur. Probengrößen v.l.n.r.: 30/50/70 mm Stegbreite und Vollkreisgeometrie.

4.5.2 Vorversuchsreihe Aluminium bei erhöhten Temperaturen

Für die anschließenden Warmumformversuche an Aluminium wurde in einem ersten Schritt die Temperaturführung an Probe und Werkzeug überprüft. Die Temperaturverteilung hat einen großen Einfluss auf den Tiefungsversuch und muss innerhalb der Probe möglichst konstant bleiben. Da der Aufbau in einen Umluftofen integriert wurde, wird eine nahezu konstante Lufttemperatur von 250 °C erreicht. Durch die Werkzeuge aus Edelstahl und deren große Wärmeleitfähigkeit wird jedoch ein Großteil dieser Temperatur nach außen abgeben und kühlt das Werkzeug somit unter die vorgegebene Mindesttemperatur von 230 °C, welche zum Schmelzen von PA-6 der FML benötigt wird. In den Arbeiten von Kuppert [18], Hecht und Merklein sowie Krauer et al. [117, 118] wird auf die Wichtigkeit einer homogenen Temperaturverteilung für gültige Versuche hingewiesen.

Zum Erreichen der notwendigen Umformtemperatur wurden wie in Kapitel 3.5 beschrieben zusätzlich vier Heizpatronen in das Klemmwerkzeug integriert. Mit dieser zusätzlichen Temperatursteuerung konnten mittels Thermoelementen an Probe und Werkzeug gezielt Temperaturen angesteuert werden. Die Proben wurden zunächst in den Versuchsaufbau im Ofen eingebaut und eine Zieltemperatur von 230 °C wurde gewählt. Bei Versuchsstart im kalten Ofen wurde diese Temperatur nach etwa 60 Minuten erreicht. Abbildung 60 zeigt diesen Temperaturverlauf beim Aufheizvorgang. Um das Risiko des Ausziehens der Probe aus dem Werkzeug beim Versuch zu minimieren, wurde der Ofen nach Erreichen der Zieltemperatur geöffnet um die Klemmschrauben nachzuziehen. Der Einfluss auf den Temperaturverlauf blieb dabei gering und die Zieltemperatur konnte nach 20 Minuten erneut erreicht werden.

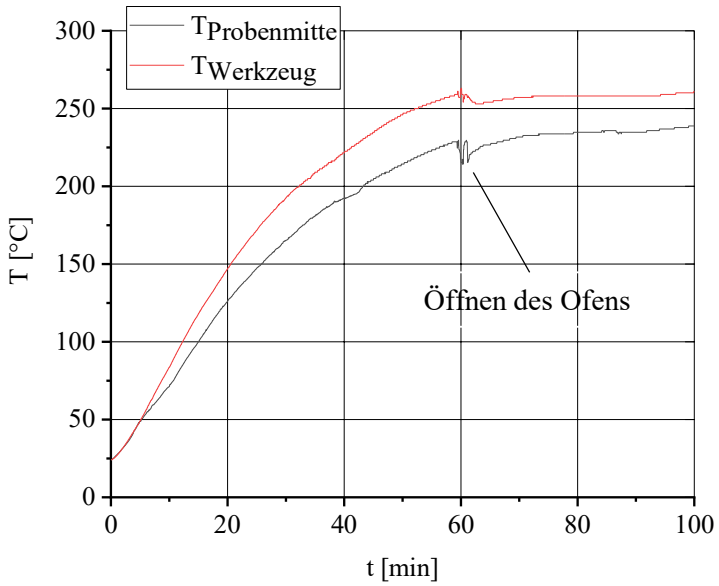

Abbildung 60: Temperaturverlauf beim Aufheizvorgang. Die Signatur in beiden Temperaturverläufen zeigt das Absinken der Temperatur beim Öffnen des Ofens zum Nachziehen der Klemmschrauben.

Die Temperaturdifferenz zwischen Werkzeug und Probe erreicht bei Maximaltemperatur einen Unterschied von bis zu 20 °C, dies führt zu einem Temperaturgradienten hin zur Probenmitte. Die Höchsttemperatur von 260 °C wird dabei im geklemmten Bereich der Probe gemessen. Das Thermoelement hat hierbei keinen Luftkontakt, sondern berührt die Edelstahlvorrichtung. Durch den heißeren Klemmbereich wird die Probe durch den Kontakt auf die Zieltemperatur erhitzt, welche in der Probenmitte gemessen wurde. Dabei wurde die Zieltemperatur mit zunehmender Größe der Probe schneller erreicht. Als Grund hierfür wird der bessere Wärmefluss durch die geringeren Probenausschnitte bei Proben mit breiterem Steg bzw. dem Vollkreis gesehen. Des Weiteren kann die aufgeheizte Luft bei breiteren Proben besser gestaut werden,

bzw. schlechter nach oben abfließen. Es konnte zudem beobachtet werden, dass die FML-Proben mit einer Dicke von 4,0 mm bei gleicher Heizleistung heißer wurden als die Aluminiumproben mit einer Dicke von 0,3 mm. Generell ist ein möglichst schneller Aufheizvorgang wünschenswert, um Oberflächenlackierung und Schmierstoffsystem möglichst wenig zu belasten. Um den Aufheizvorgang zu beschleunigen, wurde der Werkzeugstempel möglichst nah an die Probe gefahren, und so Luftverwirbelungen und daraus resultierende Kühlung zu minimiert.

Für den Abkühlvorgang wurde zunächst die Dauer der passiven Kühlung untersucht. Insbesondere für die Messungen an FML-Proben ist das Sinken der Temperatur unter die Glasübergangstemperatur notwendig, um die Probe beim Ausbau nicht zu verformen. Durch die hohe Masse der Werkzeuge kommt es wie im Diagramm in Abbildung 61 nur zu einer sehr langsamen Abnahme der Temperatur. Die Abnahme ist sowohl an der Probe als auch am Werkzeug sehr gleichmäßig, hat 20 Minuten nach Entfernen des Ofens jedoch noch mindestens 170 °C an der Probe und über 200 °C am Werkzeug.

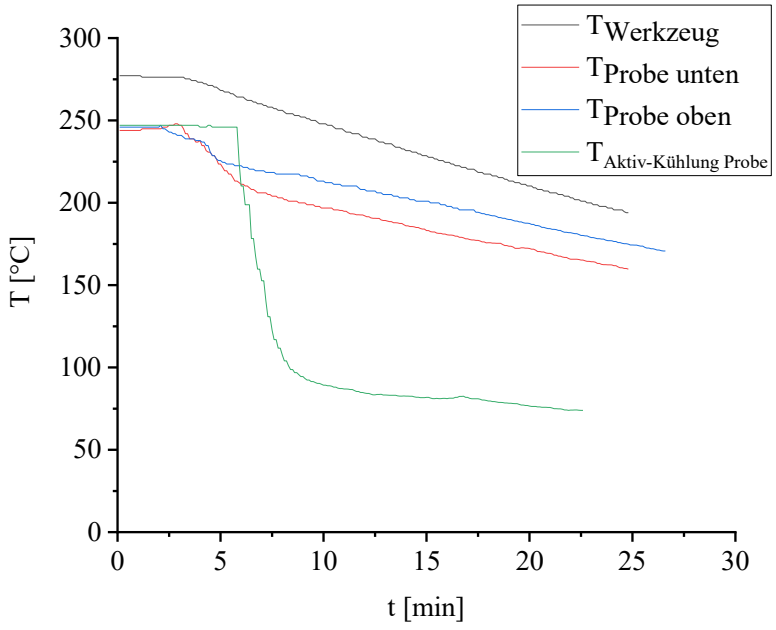

Abbildung 61: Temperaturverlauf beim Abkühlvorgang von FML-Proben bei passiver und aktiver Kühlung mittels Kühlerventilatoren.

Zur aktiven Kühlung für eine Verkürzung der Abkühlphase wurde zunächst händisch mittels Ausblasdruckpistole gekühlt. Eine noch höhere Abkühlrate wurde mit zwei Kühlerventilatoren erreicht, welche wie in Abbildung 62 zu sehen positioniert wurden. Durch das Ansaugen von Umgebungsluft konnte durch die schräge Positionierung ein Luftstrom direkt in die Werkzeugmitte geleitet und ein rasches, reproduzierbares Abkühlen der Probe erreicht werden. Der Temperaturverlauf ist in Abbildung 61 grün dargestellt. Die Temperatur sinkt nach drei Minuten unter 100 °C.

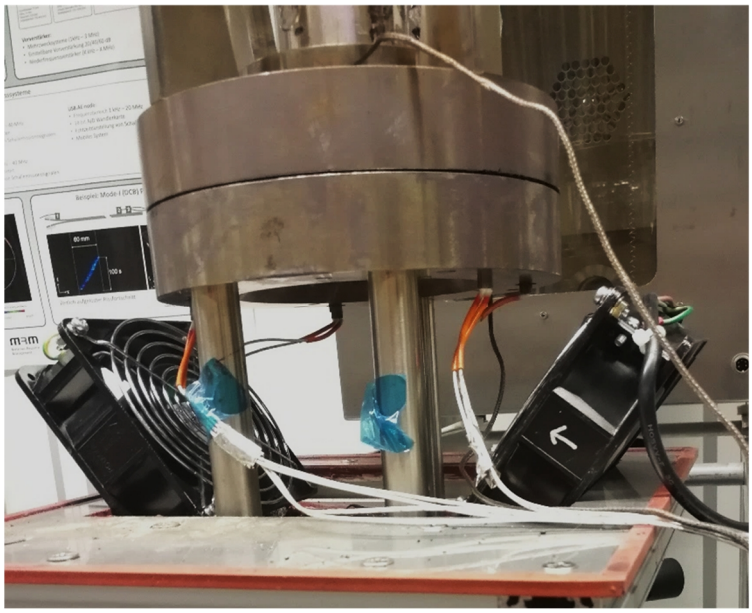

Abbildung 62: Aktivkühlung der eingebauten Probe mittels 24 V-Kühlerventilatoren.

Mit den beschriebenen Prozessen wurden Al 1050A-Proben mit fünf verschiedenen Geometrien getestet. Die Blechdicke betrug dabei 0,3 mm und es wurden drei Probenkörper je Geometrie bei einer Stempelgeschwindigkeit von 1 mm/s geprüft. Für die Proben mit Stegbreite 70 mm und 90 mm konnten mit dem Schnittlinienverfahren keine gültigen Auswertungen durchgeführt werden, da die Proben zu stark außermittig versagten bzw. am Innenradius des Halterings abgeschert wurden. Für die restlichen Proben wurde der Auswertebereich auf 30 mm um den Kuppenpol erweitert (nach Norm 15 mm), um eine Auswertung mittels Schnittlinienmethodik zu ermöglichen. Es ist bekannt, dass diese Erweiterung das Verhältnis von Haupt- zu Nebenformänderung verändern kann, was zu gestauchten Grenzformänderungskurven in der Breite führt. Im Diagramm in Abbildung 63 ist das Ergebnis der Nakajima-Versuche an Aluminium sowohl für Raumtemperatur als auch bei 240 °C dargestellt. Die roten Punkte bilden die Grenzformänderungskurve bei erhöhter Temperatur, die Streuung der Ergebnisse der einzelnen Geometrien wird durch die blauen Punkte angezeigt. Zusätzlich ist die Grenzformänderungskurve bei Raumtemperatur als Referenz eingezeichnet.

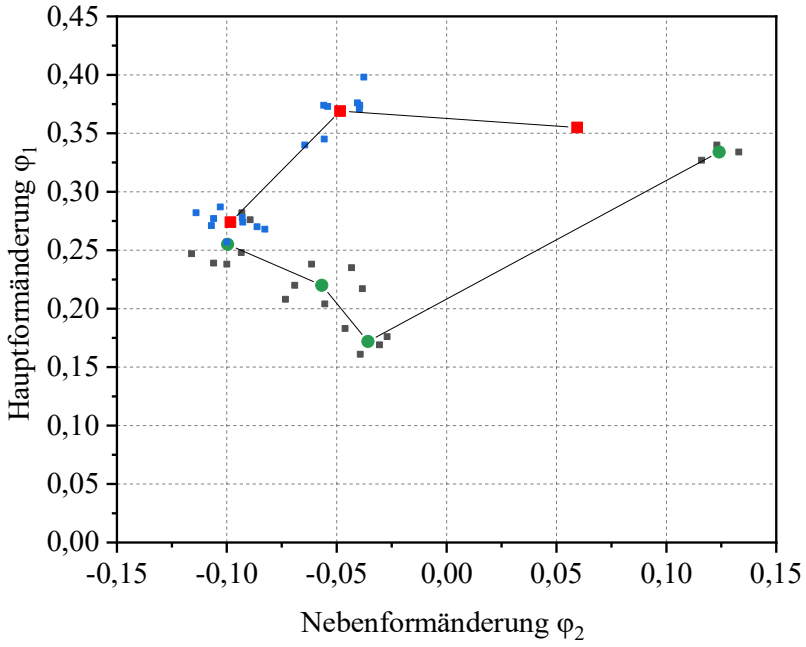

Abbildung 63: Grenzformänderungskurve für Al 1050A bei Raumtemperatur (grün) sowie 230 °C (rot). Als Folge zu starker Reibung kommt es zu nicht-linearen Dehnungspfaden, welche nur einen kleinen Bereich von Nebenumformgraden abdecken.

Die Grenzformänderungskurve liegt für die erfolgreich ausgewerteten Proben für Aluminium bei erhöhten Temperaturen erwartungsgemäß höher. Im Bereich der reinen Hauptumformung konnten wie bei den Versuchen bei Raumtemperatur keine gültigen Proben nach Versagen der Proben mittels Schnittlinienmethodik ausgewertet werden. Wird die lineare Verbindung zwischen Vollkreisauswertung und nächster Geometrie in Abbildung 63 als Näherung genommen, so kann von einer Steigerung von 0,2 auf 0,36 des Hauptumformgrades ausgegangen werden. Eine ähnliche Steigerung des Hauptumformgrades wird in [18] bei der Aluminiumlegierung AA5182 erreicht, der Hauptumformgrad wird von 0,2 bei Raumtemperatur auf 0,42 bei 200 °C angehoben. Im Fall der in Abbildung 63 vorgestellten Grenzformänderungskurven muss jedoch von einem größeren Fehler ausgegangen werden, da die Vollkreisproben nicht biaxial versagen. Dies ist insbesondere bei erhöhten Temperaturen auf eine zu große Reibung zwischen nicht erhitztem Stempel und Probe zurückzuführen. Dies verstärkt die Umformung im Probenbereich ohne Stempelkontakt und begünstigt außermittiges Versagen mit einem ungleichmäßigen Dehnungsverhältnis zwischen Haupt- und Nebenumformgrad. Für die Proben mit 70 mm und 90 mm Stegbreite kam es neben außermittiger Belastung zu Abscherungen im Klemmbereich der Probe. In Abbildung 64 ist diese Problematik hervorgehoben.

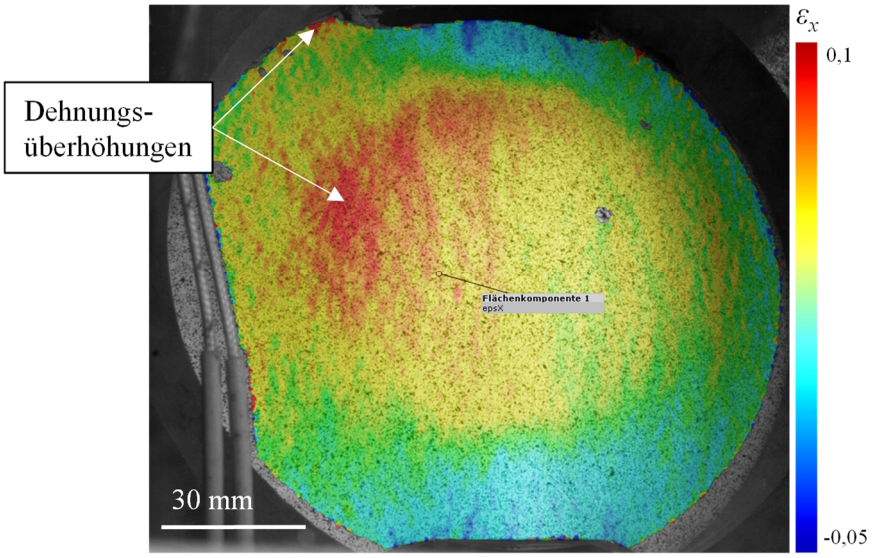

Abbildung 64: Probekörper mit 90 mm Stegbreite. Zu erkennen sind Dehnungsüberhöhungen ε_x parallel zum Steg im Klemmbereich, diese führen bei Proben mit 70 mm/90 mm teilweise zu Abscherungen.

Insgesamt konnte bei der Versuchsreihe mit Aluminium ein wiederholbarer Prozessablauf für Proben bei Raumtemperatur generiert werden. Die Ergebnisse für Proben mit Stegbreiten von 30/50/70 mm sowie Vollkreise konnten erfolgreich getestet werden und führten zu einer geringen bis mittleren Streuung bei der Auswertung mittels ortsabhängigem Schnittlinienverfahren. Bei Versuchen mit erhöhten Temperaturen hatte die erhöhte Reibung bzw. das Schmierstoffsystem einen größeren Einfluss auf die Ergebnisse und führte vermehrt zu außermittigem Versagen, wodurch eine Auswertung nach Norm nicht möglich ist. Problematisch ist auch das nicht biaxiale Versagensverhalten der Vollkreisproben sowohl bei Raum- als auch bei erhöhter Temperatur zu bewerten. Die gültig ausgewerteten Proben zeigen eine Steigerung der Grenzformänderungskurve bei erhöhten Temperaturen und bewegen sich für die Al 1050A Proben im vergleichbaren Bereich von Literaturwerten wie sie in der Arbeit von Kuppert beschrieben werden [18].

In einem weiteren Schritt wird eine zusätzliche Auswertemethodik angewendet, welche für die Bewertung der FML im folgenden Kapitel genutzt wird. Dabei werden die Haupt- und Nebenformänderungsverläufe der Probe über die Dauer des Versuchs aufgenommen. Zur Auswertung wird der nach Norm vorgesehene Bereich um die Probenmitte genutzt. Da mit zunehmendem Stempelkontakt die Dehnungsmaxima in den Randbereich der Proben wandern, bildet eine Auswertung der Probenmitte zum Zeitpunkt des Materialversagens die maximalen Formänderungen nicht genau ab, sondern bewertet diese unter dem realen Umformvermögen. Daher ist diese Auswertemöglichkeit nur als eine Variante zu verstehen, welche deutlich konservative

Bewertungen des Umformvermögens der betrachteten Werkstoffe liefert. In Abbildung 65 ist das entsprechende Diagramm für Aluminiumproben bei erhöhter Temperatur zu sehen.

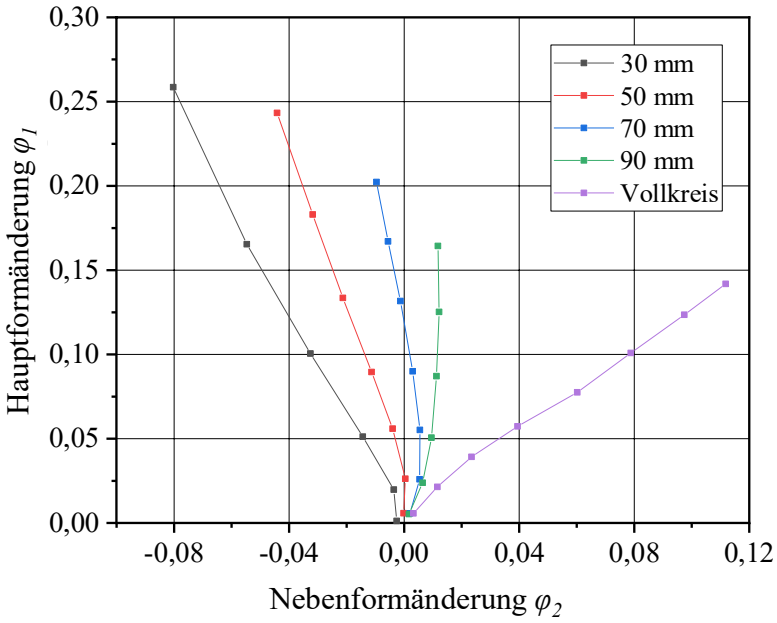

Abbildung 65: Zeit-(Tiefungs-)abhängige Haupt- und Nebenformänderungsverläufe von Al 1050A während des Nakajima-Versuchs bei erhöhten Temperaturen.

Im Vergleich zur ortsabhängigen Auswertung mittels Schnittlinienmethodik entsprechen die Verhältnisse der Haupt- und Nebenformänderungen zueinander hier den Erwartungswerten der Probengeometrien. Die Nebenformänderung ändert sich von negativen Werten für die Proben mit Stegbreiten 30/50 mm bis hin zu einer nahezu uniaxialen Belastung bei Proben mit 70/90 mm Stegbreite sowie zu einer annährend biaxialen Formänderung bei der Vollkreisprobe im Diagramm von Abbildung 65. Insbesondere die Hauptformänderungswerte aller Proben liegen jedoch deutlich unter dem Niveau der Auswertung mittels Schnittlinienmethodik. Die Problematik, mittels Schnittlinienmethodik auch Probenversagen außerhalb der vorgegebenen 15 mm um den Kuppenpol auszuwerten, führt zu einer geringeren Nebenformänderung insbesondere für den biaxialen Formänderungszustand. Bei einer reinen Fokussierung auf den vorgegebenen Bereich nach Norm werden die Verhältnisse von Haupt- und Nebenformänderung realistisch abgebildet, durch das Versagen der Probe außerhalb dieses Bereichs bilden sie jedoch nicht das maximale Grenzformänderungsvermögen des Werkstoffs ab.

4.5.3 Versuchsreihe Hybridlaminate

Für die Versuchsreihe an FML wurden Probekörper mit der Konfiguration Al - $[0_2, 90_2, 0_2, 90_2]_{sym}$ - Al mittels Wasserstrahlschneider aus Platten herausgetrennt. Die Platten wurden mittels Heißpressverfahren hergestellt, die Dicke beträgt 4,1 mm. Es wurden die

gleichen Stegbreiten wie bei den Messreihen für Aluminium verwendet. Die Versuchstemperatur betrug 240 °C, die Umformung wurde mit einer Stempelgeschwindigkeit von 1 mm/s durchgeführt. In Abbildung 66 ist ein FML-Nakajima-Probekörper mit 30 mm Stegbreite zu sehen.

Im kalten Zustand beeinflusst die Faserorientierung im Laminat die mechanischen Kennwerte wie Schub- und Elastizitätsmodul. Da die C-Fasern sich während des Tiefungsversuchs jedoch in der deutlich über T_G schmelzflüssigen PA-6-Matrix befinden, wird davon ausgegangen, dass der Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Probe verhältnismäßig gering ist.

Abbildung 66: Wassergestrahlter Nakajima-Probekörper mit 30 mm Steg.

Da für FML-Proben kein Versagen im Sinne der Norm ISO 12004-2 zu erwarten ist, sondern komplexere Versagenszustände durch die CFK-Lagen entstehen können, wurde der Versuchsaufbau genutzt, um mit einer neuen Herangehensweise Informationen zur Umformbarkeit von FML zu erhalten. Abbruchkriterien zum Versuch können dabei nicht nur das Versagen durch einen Bruch mit einem damit verbundenen Kraftabfall sein, sondern auch intrinsische Defekte wie Faserbrüche, Delaminationen und Verschiebungen der Faserlagen. Um das Formänderungsvermögen der FML genauer bewerten zu können, wurde somit zwischen je 5 mm Umformung eine CT-Messung durchgeführt, welche volumetrische Informationen über die Probe erfasst. Ziel dieser Versuchsreihe ist es, die volumetrischen Informationen aus Defekt- und Porenanalyse mit den DIC-Daten zusammenzuführen, um während der Umformversuche erweiterte Einblicke in den Prozess zu erhalten.

Die Probe wird sukzessive um 5 mm verformt. Es werden die Daten aus Prüfmaschine und DIC-System sowie die Temperatur überwacht. Im Anschluss wird die Probe gekühlt, entnommen und im CT-System untersucht. Der Wiedereinbau in den Versuchsaufbau an gleicher Position wird durch drei Nutensteine gewährleistet, welche im Klemmbereich der Probe vom Matrixmaterial leicht umschlossen werden und so als Anschlag fungieren.

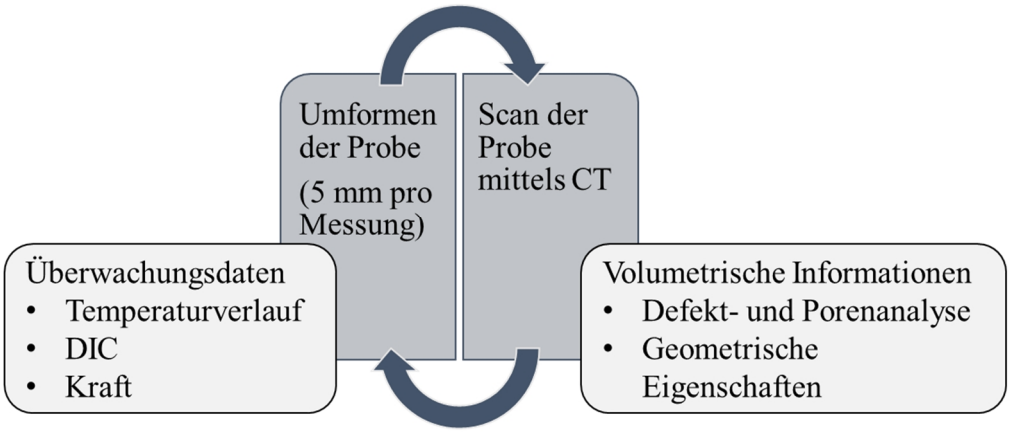

Abbildung 67: Schematischer Ablauf der Messreihe.

Nach jeder Messung im CT-System wird die Probe im Aufbau eingebaut und erneut aufgeheizt. Ist die Schmelztemperatur erreicht, so wird die Klemmung verstärkt und wieder bis zur Zieltemperatur geheizt. Die Zieltemperatur ist nach 10 Minuten wieder erreicht und der Versuch kann durchgeführt werden. Die Probe wird so lange um weitere 5 mm umgeformt, bis es zu einem Kraftabfall kommt. Dieser wurde bei den FML-Proben durch ein Versagen der stempel-abgewandten Aluminiumschicht ausgelöst. Die Auswertungen mittels CT haben zum Ziel, den Einfluss von inneren Defekten auf das finale Versagen der Probe zu zeigen. Für die Parameter zur Auswertung mittels Röntgen-CT wurden die Parameter wie in Tabelle 13 zu sehen verwendet. Um die ganze Probe auf dem Detektor abbilden zu können, wurde die Vergrößerung reduziert. Dies führt zu einer Kantenlänge der Voxel von 62 µm.

Tabelle 13: Aufnahmeparameter des CT-Systems.

Messparameter	Wert
Röhrenspannung	100 kV
Röhrenstrom	120 µA
Integrationszeit	2 s
Bildanzahl	1000
Kantenlänge Voxel	62 µm

Für eine bessere Sichtbarkeit der Entwicklung von Haupt- und Nebenformänderungen wurden diese in der Probenmitte an einem kleinem repräsentativen Bereich ausgewertet und wie in Kapitel 4.5.2, Abbildung 65 dargestellt. Fünf Proben wurden getestet, wobei durch die Unterbrechungen durch CT-Messungen insgesamt 24 Tiefungsversuche durchgeführt wurden. Die Dehnungen wurden dabei auf die vorherigen Werte des Versuchs addiert. Jede Umformung hatte dabei eine eigene Referenzstufe, diese entsprach dem Endzustand der vorhergehenden Umformung.

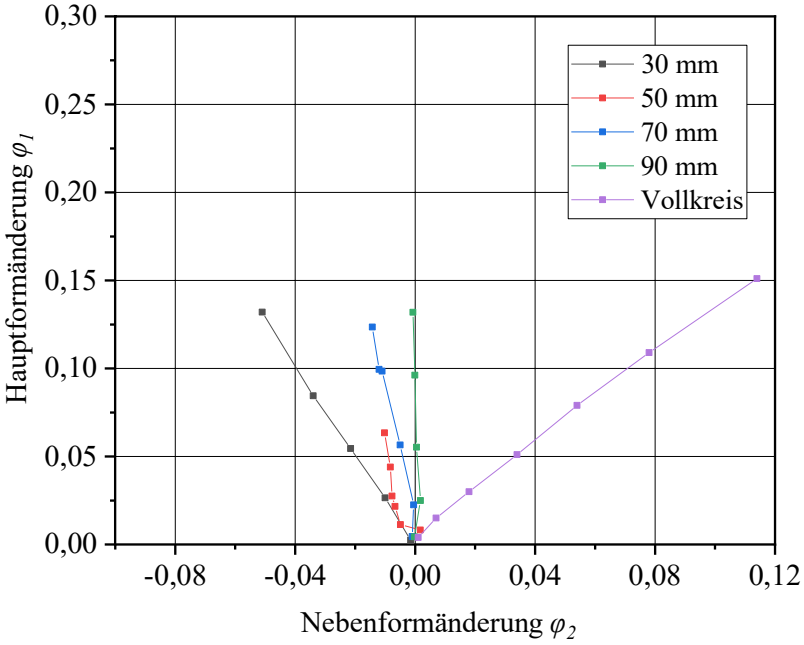

Abbildung 68: Auswertung des zeitlichen Verlaufs von Haupt- und Nebenformänderung bei Al - $[0_2, 90_2, 0_2, 90_2]_{sym}$ - Al mit einer Dicke von 4,1 mm.

In Abbildung 68 ist diese Entwicklung im Diagramm zu sehen. Der Bereich des biaxialen Streckziehens ist dabei mit Werten zwischen 0,12 und 0,15 ausgeprägt, der Hauptumformgrad

bei ebener Dehnung liegt bei 0,13 und wird durch die Probe mit Stegbreite 90 mm gut abgebildet. Das finale Versagen der FML-Proben findet innerhalb des parallelen Stegs statt, jedoch außerhalb der 15 mm um die Probenmitte, weshalb bei einer Auswertung der Dehnung in diesem Bereich nicht die absolute Formänderung erfasst wird, sobald das Dehnungsmaximum sich aus diesem Bereich herausbewegt. Diese Streuung deutet auf eine leichte Dehnungsbehinderung hin, welche ein Indikator für Temperaturschwankungen oder ungenügende Schmierung sein kann. Es wird vermutet, dass die dargestellten Werte die maximale Formänderung unterschätzen.

Im Fall der Probe mit 50 mm Stegbreite (rote Linie in Abbildung 68) wurde durch ein Absinken der Temperatur unter die Schmelztemperatur von PA-6 eine fehlerhafte Dehnung aufgenommen, zusätzlich kam es zu einer Schädigung der Fasern. Diese wird bei weiteren Auswertungen ausgeklammert. Um den Einfluss der zusätzlichen CFK-Lagen und die daraus resultierende Dicke auf den Probekörper sowie eine generelle Gegenüberstellung von reinem Metall zu FML zu verdeutlichen, werden die Grenzformänderungskurven in folgendem Diagramm (Abbildung 69) gegenübergestellt.

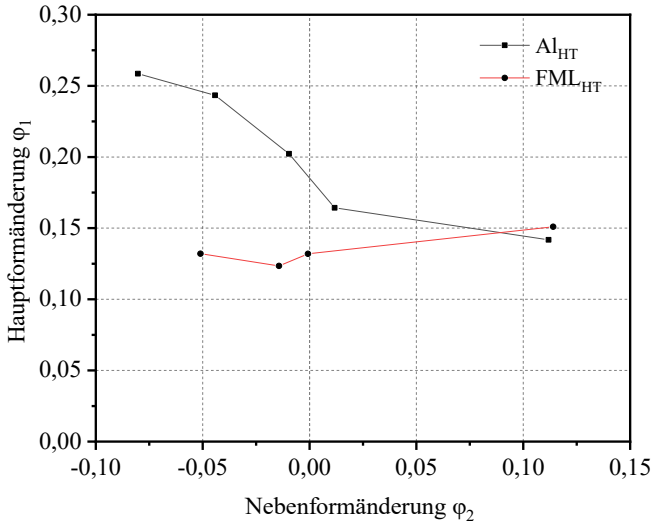

Abbildung 69: Grenzformänderungskurve von Al 1050A und FML (Al - [0₂, 90₂, 0₂, 90₂]$_{sym}$) bei 240 °C.

Die Auswertung zeigt, dass für beide Probetypen das biaxiale Streckziehen sowie die erreichbaren Hauptumformgrade im Bereich der ebenen Dehnung auf einem ähnlichen Niveau liegen. Während die Hauptumformgrade bei ebener Dehnung um den Wert 0,15 schwanken, liegen die Werte für biaxiales Streckziehen nahe im Bereich von 0,15 für die Hauptformänderung und 0,12 für die Nebenformänderung. Für die schmaleren Stegbreiten liegt das Niveau der Dehnungen von reinem Aluminium deutlich über dem der FML-Proben. Da die optische Dehnungsmessung lediglich die Dehnungen auf der Probeoberfläche messen kann, können keine

Informationen über die Verformung im Probeninneren gewonnen werden. Bei der Krümmung einer Probe durch die Umformung entsteht ein Dehnungsgradient über die Dicke der Probe. Da die PA-6-Matrix im schmelzflüssigen Zustand durch den Stempeldruck teilweise verdrängt wird, ist davon auszugehen, dass die Krümmung der stempelseitigen Aluminiumlage verhältnismäßig höher ist. Diese ungleiche Belastung in Dickenrichtung der Probe erhöht die Wahrscheinlichkeit eines vorzeitigen Kraftabfalls durch Versagen der Probe.

Die Komplexität des Versagens erschwert eine vollständige Bewertung mittels DIC und soll im folgenden Kapitel durch zusätzliche Auswertetechniken der Computertomografie ergänzt werden.

4.5.4 Erweiterung der Auswertetechnik

In den weiteren Auswertungen wurden die durchgeführten computertomografischen Messungen bei den verschiedenen Umformgraden rekonstruiert und einzeln einer Poren- und Defektanalyse unterzogen. Die Herangehensweise hierfür wird in Kapitel 3.7.5 näher erläutert.

Für die Untersuchung auf Lufteinschlüsse und Defekte wurden die rekonstruierten Proben mittels Schwellwertverfahren (Faktorisierungsmethode basierend auf dem Otsu-Kriterium [93]) von der umgebenden Luft gelöst und die segmentierten Volumen anschließend anhand der Grauwerte weiter segmentiert. Nach erfolgreicher Segmentierung der Proben über den gesamten Probenbereich wurden sogenannte Regions-of-Interest (ROI) erstellt, um den Bereich der jeweiligen Probe auszuwerten, welcher für die in der Norm DIN EN ISO 12004-2 zur Auswertung zugelassen ist. Der Bereich wurde auf 30 mm um den Kuppenpol erweitert, um den gleichen Ausschnitt wie bei der Anwendung der Schnittlinienmethode in Kapitel 4.5.2 zu nutzen. Dieser Ausschnitt ist in Abbildung 70 und Abbildung 71 zu sehen.

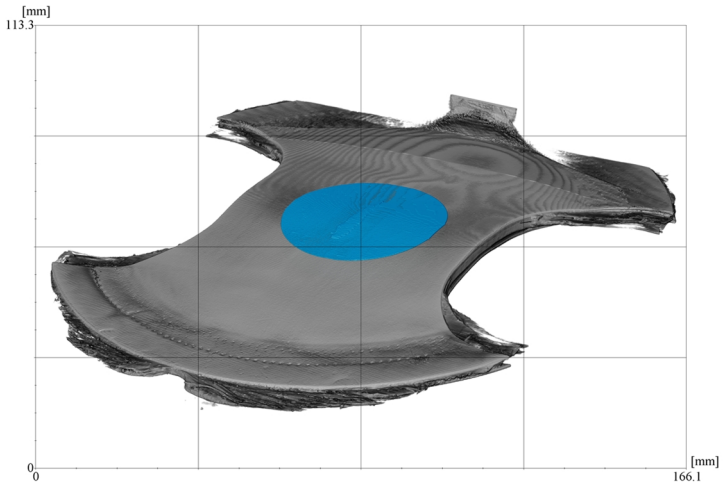

Abbildung 70: Gerenderte Probe mit Stegbreite 70 mm nach 5 mm Umformung, die untersuchte Region-of-Interest ist blau gekennzeichnet.

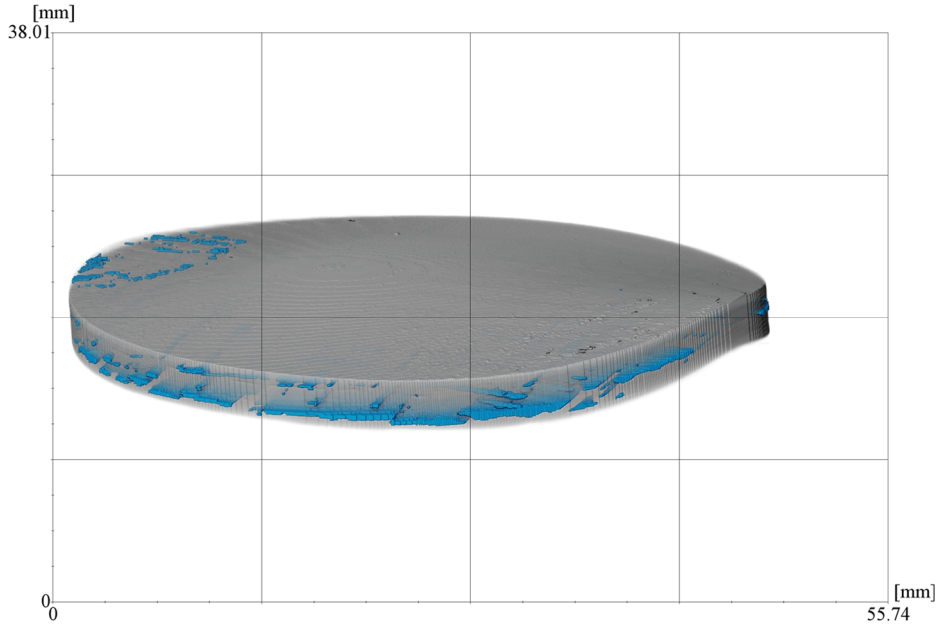

Abbildung 71: Segmentierte Lufteinschlüsse innerhalb der Region-of-Interest.

In der ROI von Abbildung 71 sind die Lufteinschlüsse blau eingefärbt, die FML-Probe ist zur besseren Sichtbarkeit der segmentierten Bereiche leicht transparent gerendert. Diese Auswertung wurde für die Proben mit Stegbreite 30/70/90 mm sowie die Vollkreisgeometrie bei allen Umformstufen durchgeführt. Anschließend wurde der Anteil der Lufteinschlüsse im gezeichneten Materialauschnitt ermittelt. Die Ergebnisse dieser Auswertung sind im Diagramm in Abbildung 72 aufgetragen.

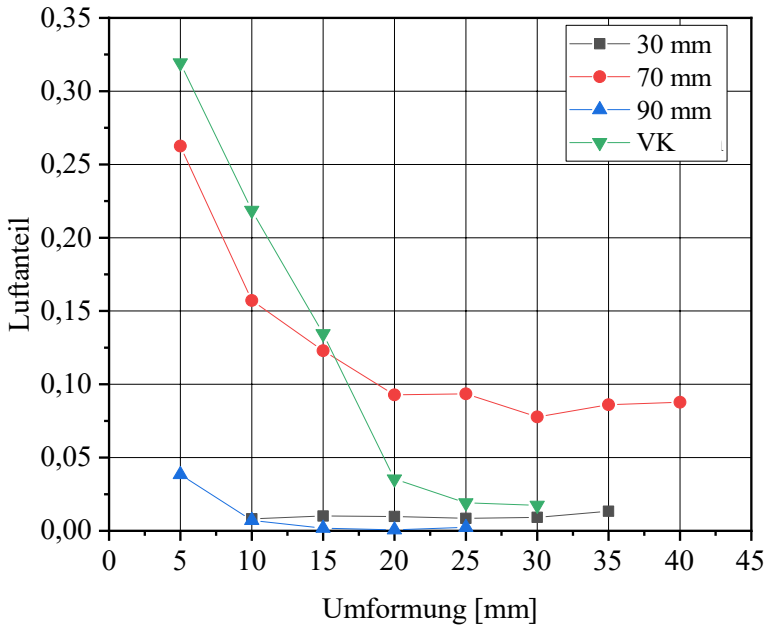

Abbildung 72: Luftanteil der ROIs in den getesteten Proben über den jeweiligen Umformgrad in mm.

Die Verläufe des Luftanteils über den Umformgrad der Vollkreisprobe sowie der Probe mit 70 mm Stegbreite unterscheiden sich bei dieser Auswertung deutlich vom Verlauf der Proben mit 30/90 mm Stegbreite. Grund hierfür ist die Ablösung der inneren Aluminiumlage im Bereich der maximalen Krümmung, also der Probenmitte. Es wird vermutet, dass es beim Abkühlprozess zum Ablösen der Aluminiumlage von den CFK-Lagen aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten kommt. Während die PA-6-Matrix bei Temperaturen unter 220 °C erstarrt, bauen sich beim weiteren Abkühlprozess Spannungen im Aluminium auf, welche im Fall der VK- und 70 mm-Probe zu teilweiser Ablösung führen. Generell ist den Proben gemein, dass es mit zunehmendem Umformgrad zu einem Absinken des Luftanteils kommt. Bei den Proben 30/70/90 mm kommt es beim finalen Versagen zu einem leichten Anstieg des Luftanteils. Das Erreichen eines Luftanteil-Minimums könnte somit als Indikator für ein bevorstehendes Versagen der Probe genutzt werden.

4.6 In-situ-Computertomografie unter Temperatureinfluss

Um die in Kapitel 3.9 beschriebene DVC-Analyse anzuwenden, wurde eine FML-Probe (3 x 10 x 20 mm) mit der Konfiguration $[0/90]_2$-GFV-Al-GFV-$[0/90]_2$ in der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Thermostage geprüft. Die Probe wurde dabei mittels thermisch leitendem Aluminiumklebeband an der Heizpatrone befestigt, um eine gute Wärmeleitung zu gewährleisten. Die Messungen wurden mit den in Tabelle 14 gezeigten Parametern bei Raumtemperatur sowie 50, 100 und 150 °C durchgeführt.

Tabelle 14: Parameter für CT-Messungen unter Temperatureinfluss.

Messparameter	Wert/Einheit
Röhrenspannung	100 kV
Röhrenstrom	120 µA
Integrationszeit	2 s
Bildanzahl	1000
Kantenlänge Voxel	3,7 µm

Abbildung 73: Thermostage im CT, rechts Ansteuerung der Heizpatrone und Regelung mittels Thermoelement.

Die DVC-Analyse wurde mit der kommerziellen Software Avizo 2020.3 und dem DVC-Erweiterungsmodul durchgeführt. Zur Durchführung der DVC-Analyse wurde zunächst eine ROI innerhalb der FML-Probe ausgewählt. Die verschiedenen Materialphasen innerhalb der Probe (Aluminium, GFK, CFK) zeigen im rekonstruierten Volumen unterschiedliche Strukturen und haben somit einen großen Einfluss auf den Erfolg einer DVC, da sich die DVC an den Grauwert-Texturen innerhalb des Volumens orientiert. Für eine erfolgreiche DVC muss in diesem Fall die mittlere Elementgröße des Netzes so gewählt werden, dass sich die durchschnittliche Elementgröße an den Volumenphasen mit gröberen Mustern richtet, beziehungsweise ein Ausschnitt innerhalb des Volumens so gewählt wird, dass genügend Texturen vorhanden sind. Generell konvergiert die DVC bei größeren Elementen schneller und genauer hinsichtlich der Ergebnisunsicherheit, die Auflösung der errechneten Verschiebung ist jedoch niedriger. Zur Ermittlung der initialen Elementgrößen zur Erstellung der Netze und um den Einfluss der einzelnen Materialphasen auf die DVC-Unsicherheiten abschätzen zu können, wurden Ausschnitte der Materialien mittels der radialen Verteilungsfunktion untersucht. In Abbildung 74 ist die Auswahl der einzelnen Materialphasen innerhalb des transparenten FML-Volumens orange dargestellt. Das Diagramm zeigt die unterschiedlichen Verläufe der radialen Verteilungsfunktion.

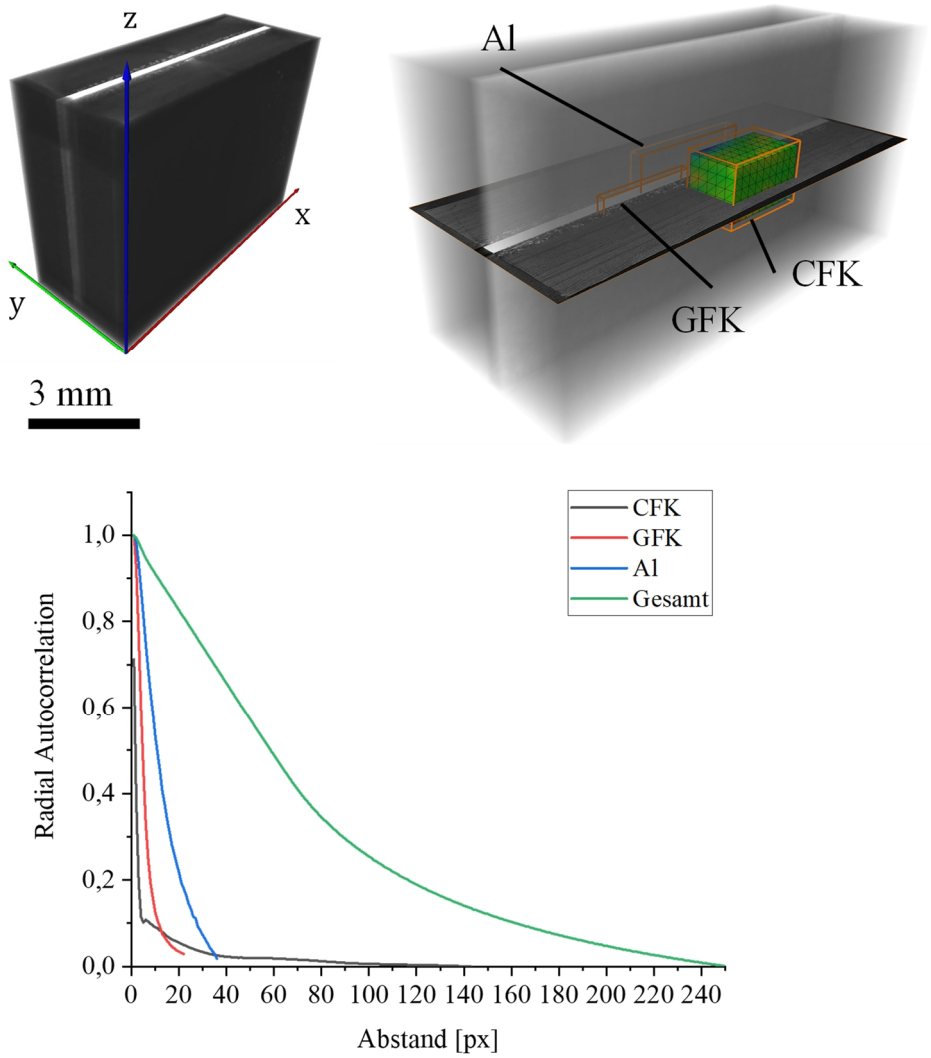

Abbildung 74: In der Thermostage gemessene FML-Probe mit ROI-Ausschnitten zur Untersuchung der einzelnen Materialphasen (oben). Durch die verschiedenen Texturen ergeben sich unterschiedliche Verläufe der radialen Verteilungsfunktion.

Die Verläufe im Diagramm von Abbildung 74 unterscheiden sich zwischen den Materialphasen deutlich. Wendet man die Verteilungsfunktion auf die gesamte Probe an, so strebt diese erst bei über 240 Pixeln Abstand gegen null. Für die besonders schmalen Materialabschnitte von Aluminium und GFK kann die Funktion nicht weiter als die maximale Materialdimension in y-Richtung ermittelt werden. Sie endet bei 21 bzw. 37 Pixeln, die optimale Elementgröße zur Netzerstellung wird anschließend geschätzt. Als Empfehlung für die Elementgröße wird vom Softwarehersteller Avizo ein drei- bis viermal höherer Wert nach Erreichen des asymptotischen Verlaufs der radialen Verteilungsfunktion angegeben. Wählt man eine kleinere Elementgröße, so besteht die Möglichkeit, dass die DVC aufgrund fehlender Texturen nicht konvergiert.

In einem ersten Schritt zur Vorbereitung der DVC wurde der Einfluss der Elementgrößen auf die Unsicherheiten hinsichtlich der Verschiebungen und den daraus resultierenden Dehnungen untersucht. Für diese Netz-Sensitivitätsanalyse wurde eine Referenzmessung bei Raumtemperatur zweimal durchgeführt. Dabei kann der Vergleich dieser beiden rekonstruierten Volumen helfen, den Einfluss von Rauschen und Strahl- bzw. Rekonstruktionsartefakten zu untersuchen. Die ausgewählten Ausschnitte mit GFK und CFK haben neben der unterschiedlichen Struktur hinsichtlich der Ausrichtung der Fasern und ihrer Größe auch eine unterschiedliche Dicke. Die GFK-Lage schwankt dabei zwischen 50 und 100 µm. Auf Basis der radialen Verteilungsfunktion wurden als feinste Elementgröße ein Mittel von 100 Voxeln gewählt. Die untersuchten Ausschnitte mit dem je gröbsten Netz sind in Abbildung 75 zu sehen.

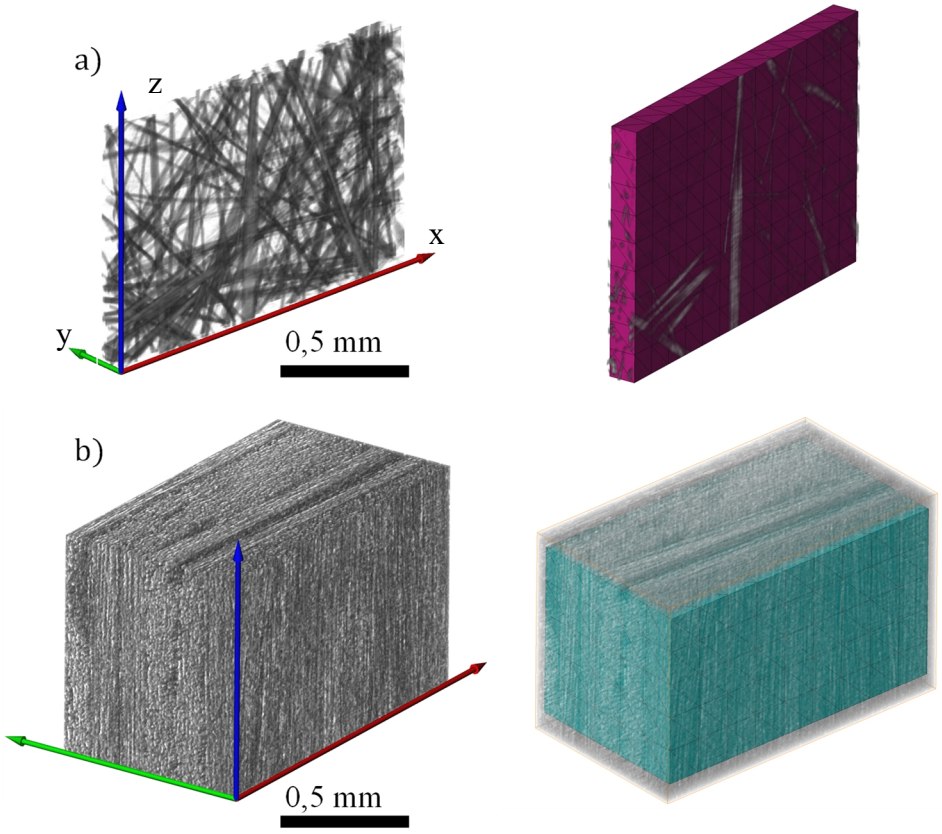

Abbildung 75: a) ROI mit GFK und grobem Netz (lila eingefärbt), b) CFK-Lagen mit grobem Netz rechts in türkis.

Die Unsicherheiten für die Verschiebungen bzw. Dehnungen der DVC wurden anschließend für die in Abbildung 75 dargestellten Ausschnitte ermittelt. Dabei wurden je Materialphase vier Netze erstellt und eine mittlere Elementgrößen zwischen 100 und 250 Voxeln Kantenlänge genutzt.

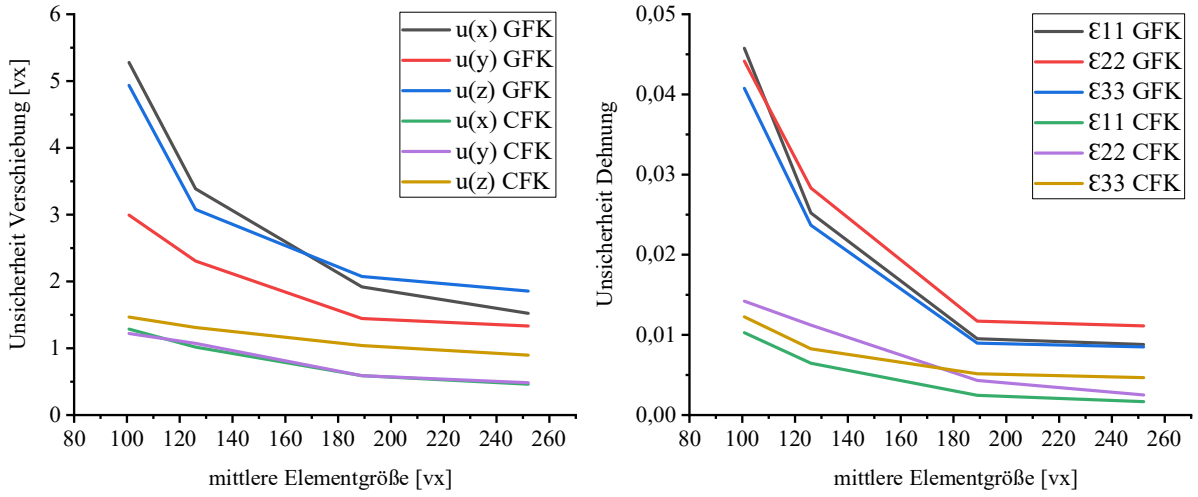

Abbildung 76: Verläufe der Dehn- bzw. Verschiebungsunsicherheit mit zunehmender Elementgröße.

Die Unsicherheit der Verschiebung beträgt für GFK bis über fünf Voxel, wie in Abbildung 76 links zu sehen ist. Mit steigender Elementgröße sinkt die Unsicherheit, bleibt jedoch auf einem Niveau zwischen ein und zwei Voxeln sowohl für x-, y- und z-Ausrichtung. Für den Ausschnitt mit CFK können hier niedrigere Werte von unter 0,5 Voxeln bei einer Elementgröße von 250 Voxeln erreicht werden. Insgesamt ist das Unsicherheitsniveau für CFK deutlich unter dem von GFK. Es wird angenommen, dass die geringe Dicke in y-Richtung bei GFK eine genauere DVC mit geringeren Unsicherheiten verhindert. Für die Aluminiumlage konnte keine Analyse durchgeführt werden, da hier die Texturen innerhalb der Materialphase nicht ausreichen, um eine Korrelation erfolgreich abzuschließen.

Bei den Unsicherheiten der Dehnungen zeigt sich ein ähnliches Bild wie bei den Verschiebungen. Diese sinken mit zunehmender Elementgröße, jedoch ist das Niveau der Unsicherheit mit 0,1–0,12 % auch bei groben Netzen zu hoch, um sich von der erwarteten Dehnung abzuheben. Um die Unsicherheiten weiter zu senken, wurde in einem weiteren Schritt die CFK-Phase inklusive der GFK-Phase segmentiert. Dabei wurde eine Hälfte der FML-Probe genutzt, dieser Ausschnitt wurde zum Reduzieren der Rechenzeit verkleinert. In Abbildung 77 ist dieser Ausschnitt sowie die gröbste Netz-Variante für die Sensitivitätsanalyse dargestellt.

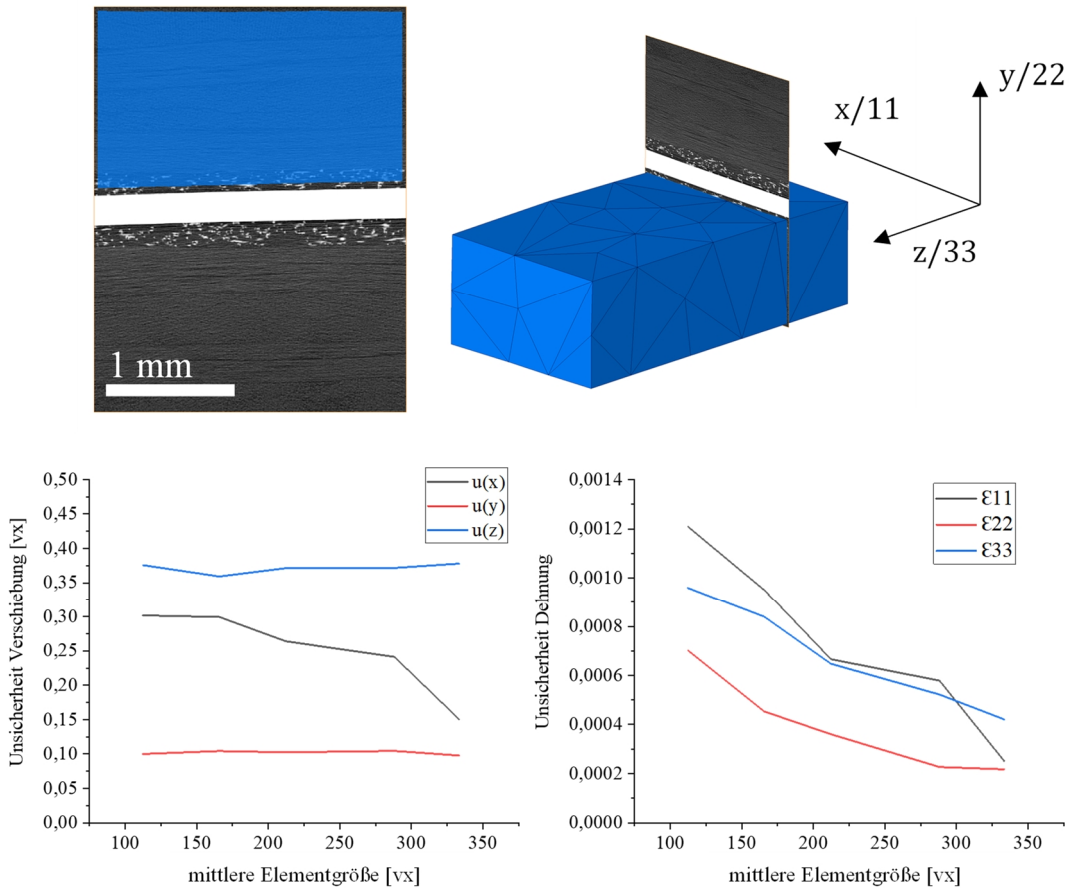

Abbildung 77: Gemeinsames Segmentieren der CFK- und GFK-Phase (oben links) und Vergrößerung der Elemente führt zu einer deutlichen Verbesserung der Unsicherheit von Verschiebung und Dehnung.

Die Hinzunahme der GFK-Lage führt zu einer deutlichen Senkung der Unsicherheiten. Hinsichtlich der Verschiebung werden in *y*-Richtung kontinuierlich Unsicherheiten von 0,1 Voxeln erreicht, in *x*- und *z*-Richtung sind die Werte unter 0,4 Voxeln. Insbesondere bei der Dehnung konnte durch das Zusammenführen der Materialphasen eine deutliche Verbesserung erreicht werden. Bei mittleren Kantenlängen von 330 Voxeln der Elemente für die gröbste Netzeinstellung werden für die Dehnungsunsicherheit Werte von unter $0{,}5*10^{-3}$ in alle Ausrichtungen erreicht. Dies entspricht einem Dehnungsfehler von 0,05 %.

Im Anschluss wurde die bei Raumtemperatur gemessene Probe mit den Messungen bei 50, 100 und 150 °C mittels DVC untersucht. Für den gewählten Ausschnitt der Probe konnte die DVC bei einer Konvergenzgrenze von 0,001 bei den Temperaturstufen 50 und 100 °C nach unter 77 bzw. 266 Iterationen erreicht werden. Für die Temperaturstufe 150 °C konvergierte die DVC nicht. Als Grund dafür werden leichte Bewegungsartefakte in der *xy*-Ebene vermutet. Durch ein Heraufsetzen der Konvergenzgrenze auf 0,005 konnte die DVC nach 500 Iterationen konvergieren. Die Ergebnisresiduen sowie die Standardabweichung sind dabei jedoch schlech-

ter als bei den anderen beiden Stufen. Aufgrund der schwankenden Grauwerte und leicht unterschiedlicher dynamischer Umfänge der Bilder schwankt die Standardabweichung der Korrelationsresiduen der 50 und 100 °C DVC zwischen 11 und 13 Voxeln, was bei 8-bit-Datensätzen einem Rauschniveau von 4,3–5,0 % entspricht. In Bezug auf röntgenbasierte CT-Datensätze sind diese Werte leicht erhöht, jedoch im Rahmen der Erwartungswerte [119]. Für die Temperaturstufe 150 °C und die erhöhte Konvergenzgrenze liegt die Standardabweichung bei 21 Voxeln, was einem Rauschniveau von 8,2 % entspricht. Die Ergebnisse dieser Stufe werden im Anschluss mitbetrachtet, die erhöhte Konvergenzgrenze sowie das erhöhte Rauschen lassen allerdings keinen direkten Vergleich der Verschiebungs- und Dehnungswerte zu.

Nach erfolgreicher Korrelation der Datensätze werden zunächst die Verschiebungsfelder visualisiert, indem die Verschiebungswerte achsenabhängig mit entsprechender Farbskalierung transparent über die Grauwertbilder gelegt werden. Um die skalaren Verschiebungswerte zu visualisieren, werden Vektoren genutzt, die mit Richtung, Länge und Farbskalierung Informationen über die Verschiebungen geben können. In Abbildung 78 werden diese Abbildungsmöglichkeiten zusammengeführt, indem ein Schnittbild der FML-Probe mit dem Verschiebungsfeld in *y*-Richtung überblendet wird, die Verschiebungsvektoren visualisieren zusätzlich die *x*- und *z*-Anteile.

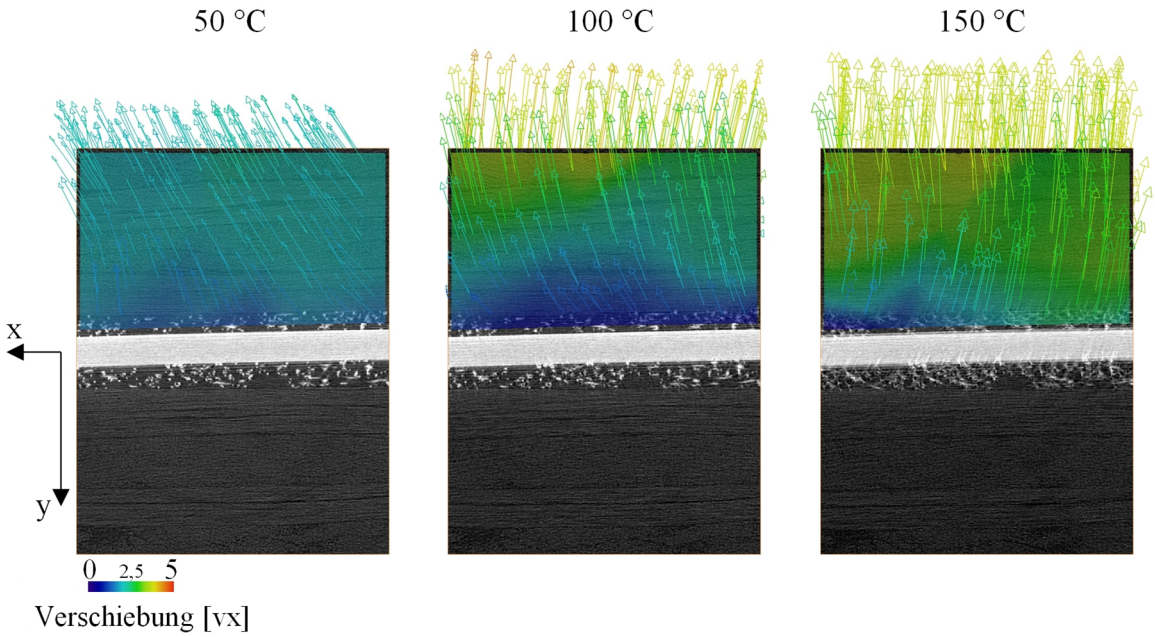

Abbildung 78: Verschiebungsfelder der FML-Probe bei 50, 100 und 150 °C.

Bei 50 °C kommt es zunächst zu einer leichten Verschiebung in negativer *y*-Richtung, welche gleichmäßig in der *xy*-Ebene verteilt ist. Diese *y*-Verschiebung wird bei 100 und 150 °C verstärkt und es bildet sich ein zum Rand hin größer werdender Gradient aus. Die maximal detektierten Verschiebungen im Randbereich sind dabei fünf Voxel, was einer Verschiebung

von 18,5 µm entspricht. Der untersuchte Ausschnitt aus CFK-Lagen mit dem Anteil GFK-Vlies-Schicht hat dabei in y-Richtung eine Länge von 4 mm. Der Einfluss der C-Fasern auf die Verschiebung bzw. Dehnung ist in *y*-Richtung am geringsten, da die Fasern in *x*- bzw. *z*-Richtung verlaufen. Die durchschnittlichen Verschiebungen werden in Tabelle 15 aufgeführt.

Tabelle 15: Mittelwerte der Verschiebungen und Standardabweichungen bei 50, 100 und 150 °C.

Temperatur-stufe [°C]	Mittelwert µ und Standardab-weichung σ	u(x) [vx]	u(y) [vx]	u(z) [vx]
50	μ_u^{50}	-0,21	-0,48	0,30
	σ_u^{50}	0,20	0,20	0,23
100	μ_u^{100}	-0,04	-2,35	0,03
	σ_u^{100}	0,64	1,30	0,50
150	μ_u^{150}	0,40	-2,86	0,10
	σ_u^{150}	0,50	0,73	0,73

Es zeigt sich, dass die Verschiebungen insbesondere in Dickenrichtung (*y*) mit steigender Temperatur zunehmen, wobei die Werte bei der 150 °C Messung nur noch leicht (u(y) = 0,5 vx) steigen und die Standardabweichung leicht zurückgeht. Mit einer Unsicherheit von 0,1 Voxel in *y*-Richtung (siehe Diagramm Abbildung 77) können hier die verlässlichsten Aussagen getroffen werden. Die Unsicherheiten für *x*- bzw. *z*-Richtung befinden sich im gleichen Bereich wie die ermittelten Verschiebungen, eine sichere Auswertung ist somit nicht möglich. Da die C-Fasern in der Probe ebenfalls in *x*- bzw. *z*-Richtung verlaufen, wird eine geringe Verschiebung der Probe erwartet. In allen Fällen ist die Standardabweichung jedoch höher als die ermittelte durchschnittliche Verschiebung, wodurch die Auswerteproblematik für diese Anteile nochmals verdeutlicht wird. Für die Dehnungen zeichnet sich ein ähnliches Ergebnis ab, wie in Tabelle 16 zusammengefasst wird.

Tabelle 16: Mittlere Dehnungen und Standardabweichungen bei 50, 100 und 150 °C

Temperatur-stufe [°C]	Mittelwert μ und Standardab-weichung σ	ε_{xx}	ε_{yy}	ε_{zz}
50	μ_ε^{50}	-0,00034	0,0013	0,00021
	σ_ε^{50}	0,00077	0,0014	0,001
100	μ_ε^{100}	0,0010	0,0080	0,00051
	σ_ε^{100}	0,0013	0,0038	0,0030
150	μ_ε^{150}	0,00044	0,0051	0,0020
	σ_ε^{150}	0,0012	0,067	0,0031

Für ε_{yy} -Dehnungen liegen die ermittelten Werte deutlich oberhalb der Unsicherheit. Diese steigen mit zunehmender Temperatur, wobei das Maximum μ_ε^{100} bei 100 °C erreicht wird. Bei dieser Temperaturstufe überwiegt die durchschnittliche Dehnung ε_{xx} ε_{zz} deutlich, bei 150 °C kehrt sich dies jedoch um. Beide Werte liegen aber im Bereich der Unsicherheit, wodurch eine genauere Auswertung verhindert wird.

Auf Basis der Auswertung von CFK und GFK wurde in einem weiteren Schritt ein Netz über alle drei Materialphasen gelegt. Die mittlere Kantenlänge der Elemente betrug dabei 240 Voxel, die Unsicherheit wurde für die Verschiebungen mit 0,5 Voxel in *x*- bzw. *y*-Richtung und 0,8 Voxel in *z*-Richtung ermittelt. Die DVC konvergierte bei 50 und 100 °C bei 224 bzw. 214 Iterationen, für die Korrelation mit 150 °C wurde nach 500 Iterationen eine Konvergenz von 0,01 erreicht, dies ist erneut auf das hohe Rauschniveau und die Bewegungsartefakte zurückzuführen. Die Verschiebung in *y*-Richtung sowie die Verschiebungsvektoren werden in Abbildung 79 dargestellt.

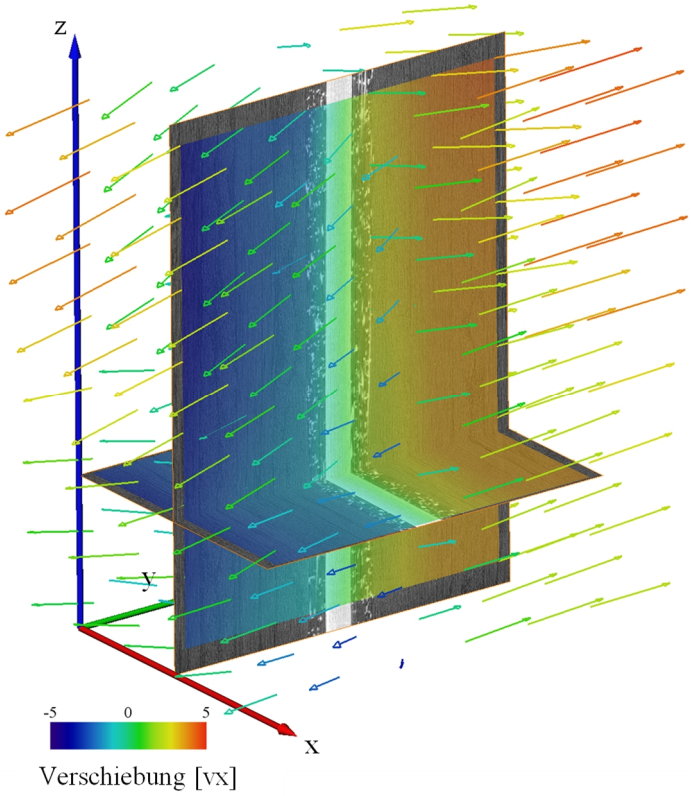

Abbildung 79: Verschiebungsfeld eines Probenausschnittes mit allen Materialphasen.

Der größte Verschiebungsanteil befindet sich in *y*-Richtung. Als Zentrum ist die Aluminiumlage zu erkennen, von hier aus wölben sich die Laminatlagen in positiver und negativer *y*-Richtung auf. Die Verschiebungen nehmen erwartungsgemäß zu den Probenrändern hin zu. Die *x*- und *z*-Anteile sind dabei verhältnismäßig gering. Die Dehnungsunsicherheiten vergrößern sich im Vergleich zu dem Ausschnitt mit CFK und GFK auf 0,09 % in *y*-Richtung und 0,12 % in *x*- und *z*-Richtung.

An einer identischen Probe wurde als Referenz eine Dilatometer-Messung in *z*-Richtung durchgeführt. Die Proben wurden nach der Plattenherstellung zugesägt und zunächst bei Raumtemperatur gemessen. Beim anschließenden Erwärmen über die Glasübergangstemperatur von PA-6 wurde bei beiden Versuchen eine negative Dehnung ε_{zz} der Probe beobachtet. Die Messungen in Abbildung 80 beziehen sich auf die Probe im Zustand vor dem ersten Erwärmen und zeigen so im Mittel zunächst eine negative Dehnung in *z*-Richtung. Die Werte im Diagramm von Abbildung 80 für ε_{zz} zeigen den Mittelwert der DVC über das gesamte Netz und seine Standardabweichung bzw. die globale Dehnung, welche per Dilatometer ermittelt wurde. Die Dehnungsunsicherheit wird dabei nicht berücksichtigt.

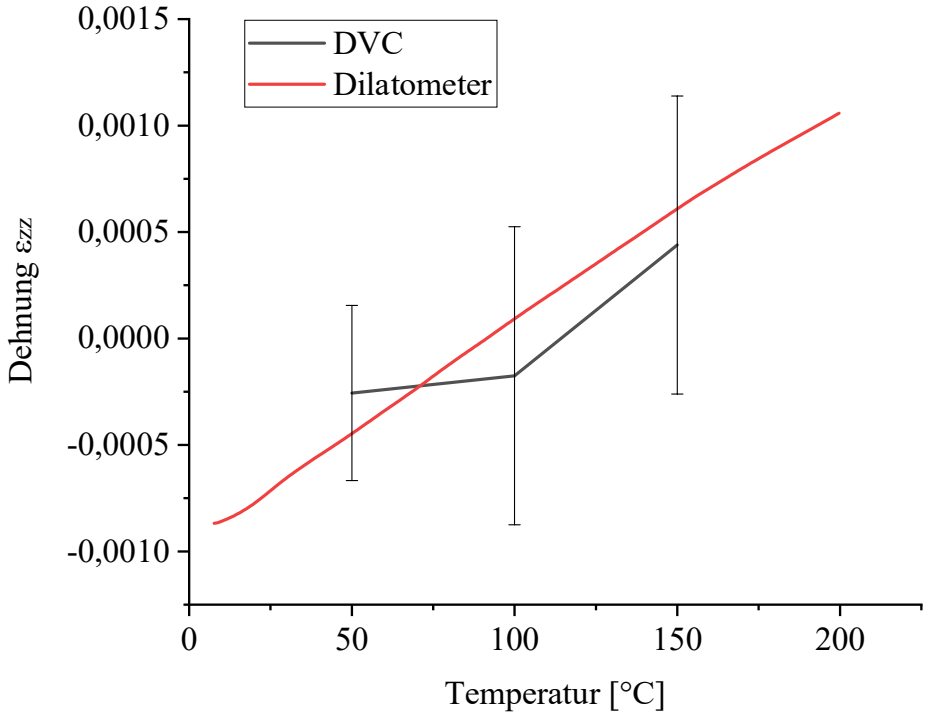

Abbildung 80: Dehnung in z-Richtung gemessen mit Dilatometer und mittels DVC bei 50, 100 und 150 °C.

Wertet man die in Abbildung 79 gezeigte Probe mit allen Materialphasen aus, so kann die DVC bei genügend grober Netzeinstellung konvergieren. Die Unsicherheiten der ermittelten Dehnungen liegen jedoch annähernd auf dem gleichen Niveau. Stellt man die mittleren Dehnungen ε_{zz} den Dilatometer-Messungen gegenüber, so befinden sich diese auf einem ähnlichen Niveau und zeigen einen ähnlichen Kurvenverlauf im Bereich von -0,0003–0,0004 zwischen 50 und 150 °C. Für eine genauere Bewertung der DVC besteht die Möglichkeit, weitere Messungen in Form von Zwischenstufen und höheren Zieltemperaturen durchzuführen.

4.7 Ergebnisse und Diskussion der digitalen Volumenkorrelation

Die Auswertung der Dehnungen mittels DVC in Verbindung mit der Beobachtung der Dilatometer-Messung zeigt, dass in-situ-Versuche mit kommerziellen CT-Systemen möglich sind und eine Quantifizierung der räumlichen Dehnungsmuster erfolgen kann.

Durch die Verfügbarkeit kommerzieller DVC-Software sind ex-situ- und immer häufiger auch in-situ-Versuche zu einem wachsenden Bereich der Materialwissenschaften geworden. In den meisten der bisher vorgestellten Ergebnisse wurde die DVC wie in dieser Arbeit verwendet,

um Verschiebungsfelder zu messen und daraus entstehende Dehnungsfelder abzuleiten [120–122]. Für die vorliegende Arbeit wurde zur Validierung der DVC eine Dilatometermessung durchgeführt, welche Vergleichswerte für die Dehnungen ε_{zz} liefert. In der Arbeit von Li et al. [121] werden bei in-situ Aluminiumzugversuchen mit einem kommerziellen CT-System Verschiebungsfelder ermittelt und die abgeleiteten globalen Dehnungen und Spannungen mit dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Zugversuchs verglichen. Die Verschiebungsunsicherheiten schwanken je nach Netzeigenschaften bzw. durchschnittlicher Elementgröße zwischen 0,21–0,71 Voxel, was in einem ähnlichen Bereich wie den in dieser Arbeit erzielten Werten von 0,1–0,4 Voxel entspricht. Die Dehnungsunsicherheiten bei Li et al. werden mit 0,2 % angegeben, die maximal gemessenen Dehnungen des Zugversuchs liegen bei 1,18 %. Der Einfluss der Unsicherheit ist auch hier nicht zu vernachlässigen, und mit den ε_{yy} -Dehnungen der Messungen mit der Thermostage vergleichbar, welche Dehnungen bis zu 0,8 % bei einer Unsicherheit von 0,1 % ergaben. Für die deutlich geringeren ε_{zz} -Dehnungen bis lediglich 0,2 % hat die Unsicherheit von 0,12 % in dieser Richtung einen sehr hohen Anteil. Die mittlere Dehnung liegt dennoch im Bereich der Erwartungswerte (vgl. Abbildung 80).

Die Validierung der Ergebnisse bzw. der Abgleich mit alternativen Messmethoden stellt nach wie vor eine große Herausforderung dar. Neben dem Abgleich mit experimentellen Werten von Dilatometer-Messungen bei Temperaturversuchen oder klassischen Zug-/Druckversuchen bei mechanischer Kennwertermittlungen können Verschiebungsfelder mit FE-Simulationen validiert werden, wie in den Arbeiten [123–125] beschrieben.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen des Projekts MAI CC4 Hybrid wurde die Neuentwicklung eines Faserverbund-Metall-Laminates auf Basis von Aluminium und Thermoplast-Halbzeugen geplant und durchgeführt. Ziel war es, die Materialklasse der Faser-Metall-Laminate um eine kosteneffiziente Variante zu erweitern, welche durch die Verwendung von thermoplastischem Matrixmaterial Vorteile bei der automatisierten Fertigung durch den Einsatz vorkonsolidierter Halbzeuge mit sich bringt. Eine gute Haftung der Materialpartner durch geeignete Oberflächenvorbehandlungen sowie Schutz vor galvanischer Korrosion durch den Einsatz geeigneter Zwischenlagen wurde bei der Herstellung der FML untersucht. Die mechanische Belastung der Grenzfläche wurde mittels adaptierter Prüfverfahren getestet, wobei Kurzbalkenbiegeversuche (*ILSS*) zum Vergleich der Oberflächenvorbehandlungen, sowie rissöffnende Belastungen (Modus *I*) und Schubbelastungen (Modus *II*) für weitere Materialcharakterisierungen untersucht wurden. Auf Basis der Nakajima-Prüfnorm wurde ein Versuchsaufbau entwickelt, der Tiefungsversuche bis 250 °C zulässt und die Bestimmung der erzielbaren Umformgrade und damit die Vorhersage der Prozessierbarkeit der FML-Halbzeuge untersucht. Die Auswertemöglichkeiten dieses Tiefungsversuchs wurden durch den Einsatz von CT-Messungen erweitert, um Aussagen über die Verbindungsgüte der Lagen innerhalb der Probe zu evaluieren. Um den Einfluss von unterschiedlichen Temperaturen auf den Verbund zu bewerten und Dehnungen zu visualisieren, wurde mittels in-situ Prüfung im Computertomografen digitale Volumenkorrelation an einer FML-Probe angewandt.

Innerhalb eines umfangreichen Material-Screenings wurden unterschiedliche Oberflächenvorbehandlungen, Zwischenlagen sowie Aluminiumlegierungen kombiniert und zu symmetrischen FML-Halbzeugen mit innerer Aluminiumlage verarbeitet. Dabei wurde die Aluminiumoberfläche mittels Laserstrukturierung und Korundstrahlen mechanisch aufgeraut, darüber hinaus kamen verschiedene Haftvermittler und DVC-Beschichtungen zum Einsatz. Anschließend wurde die Haftung der Materialpartner mittels Kurzbalkenbiegeversuch untersucht. Dabei wurde das für monolithische FVK etablierte Prüfverfahren zur Ermittlung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit genutzt, um die Qualität der Grenzfläche zu quantifizieren und damit die unterschiedlichen Materialkombinationen zu vergleichen. Zusätzlich wurden die Proben in heiß-feuchter Umgebung ausgelagert, um die Medienbeständigkeit zu testen und im Va-

kuumofen getrocknet, um das hydrophile PA-6 im mechanisch idealen Zustand testen zu können. Die scheinbare interlaminare Scherfestigkeit konnte im Vergleich zu unbehandelten, gereinigten Materialpartnern um mehr als 70 % gesteigert werden. Insbesondere für die heißfeucht-ausgelagerten Proben konnte die Haftung so weit verbessert werden, dass es auch bei Langzeitauslagerung zu keinen Ablösungen kam.

In einem weiteren Schritt wurden die vorbehandelten Aluminiumlegierungen mittels potentiodynamischer Korrosionsmessung auf ihre Neigung zu galvanischer Korrosion untersucht. Durch geeignete Vorbehandlungen insbesondere durch Silan-Haftvermittler, die Kombination von Laserstrukturierung mit Silan-Haftvermittler sowie den Einsatz von Glasfaservlies mit PA-6-Matrix konnte der Korrosionsstrom stark gesenkt werden. Im Anschluss zum Material-Screening wurden zwei favorisierte Materialkombinationen gewählt, welche hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften (Modus I/Modus II) und ihres Langzeitverhaltens in heiß-feuchter Umgebung (85 °C/85 % r.F.) weiter untersucht wurden. Dabei wurde die Aluminiumlegierung Al 1050A mit dem Silan-Haftvermittler KBE 903 vorbehandelt und in einer zweiten Variante zusätzlich mit einer Zwischenschicht aus GFV-PA-6 hergestellt. Für die Untersuchung des Langzeitverhaltens hinsichtlich der Haftung der Materialpartner wurden ILSS-Proben der beiden favorisierten Materialkombinationen in heiß-feuchter Umgebung ausgelagert und im dreiwöchentlichen Abstand bis zu 30 Wochen lang getestet. Für beide Kombinationen konnte für diesen Zeitraum eine dauerhafte Anbindung der Materialpartner erreicht werden, dabei sanken die ILSS-Kennwerte der Kombination ohne GFV-Zwischenschicht mit zunehmender Auslagerungsdauer etwas schneller, wodurch die Funktion der Zwischenlage zum Schutz vor Korrosionsprozessen hervorhoben wird. Die bruchmechanischen Versuche wurden mittels DCB- und ENF-Prüfverfahren durchgeführt, um das charakteristische Versagensverhalten der Materialkombinationen zu untersuchen. Als limitierender Faktor der Verbindungsfestigkeit konnte die Zwischenschicht aus Glasfaservlies identifiziert werden, da sich hier eine interlaminare Schädigung zeigte. Bei beiden Materialkombinationen kam es zu rein kohäsivem Versagen. Dies spricht für eine gute Haftung der PA-6-Matrix an der Aluminiumlage.

Durch die Entwicklung eines Versuchsaufbaus zur Ermittlung der Grenzformänderungskurve bei erhöhten Temperaturen konnten die FML bezüglich ihrer Umformbarkeit und ihres Versagensverhaltens erweitert untersucht werden. Der Aufbau wurde dabei in eine Universalprüfmaschine mit Umluftofen integriert, für eine möglichst gleichmäßige Wärmeverteilung wurden zusätzlich Heizpatronen im Werkzeug installiert. Dieser Aufbau wurde für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten temperaturabhängigen Grenzformänderungskurven genutzt.

Bei der Untersuchung der Werkstoffklasse der FML birgt die Auswertung der Grenzformänderungskurve nach Norm mittels Schnittlinienverfahren einige Nachteile, da der Dehnungszustand direkt am Riss nicht exakt erfasst werden kann, sondern über ein Polynom interpoliert wird. Bei FML-Proben und den durch den mehrlagigen Aufbau resultierenden komplexeren Schadensmechanismen wurde darum mit einer zeitabhängigen Auswertung die mittlere Dehnung im Bereich der Probenmitte untersucht, zusätzlich wurden die Vorgänge im Probeninneren mittels Computertomografiemessungen getestet. Durch die Untersuchung der reinen Aluminiumproben bei Normklima (23 °C/50 % r.F.) sowie erhöhten Temperaturen (240 °C) konnte eine Referenz für die Grenzformänderungskurve geschaffen werden und der Prozessablauf hinsichtlich Wärmeverteilung und tribologischem System optimiert werden. Für die FML-Proben konnte der Prozess adaptiert werden und durch die erweiterte Auswertung mittels CT ein besserer Einblick in die Schädigungsmechanismen gegeben werden.

Für die Visualisierung und Quantifizierung von Verschiebungen und daraus resultierende Dehnungen im FML wurde die computertomografiebasierte digitale Volumenkorrelation erfolgreich angewandt. Für die Messungen bei verschiedenen Temperaturstufen wurde eine Thermostage entwickelt, welche für Versuche bis zu 150 °C genutzt wurde. Für die Minimierung der Korrelationsunsicherheiten wurden die Eingangsparameter so angepasst, dass eine Auswertung der Verschiebung und Dehnung senkrecht zur Laminatausrichtung möglich war. Dabei wurden Verschiebungsunsicherheiten von unter 0,4 Voxel und Dehnunsicherheiten von unter 0,05 % erreicht. Für Auswertungen mit höherer Ortsauflösung bzw. geringeren Unsicherheiten ist ein höherer dynamischer Umfang und eine höhere Vergrößerung notwendig, damit Texturen in CFK und Aluminium besser sichtbar gemacht werden können.

Aufbauend auf dieser Arbeit gilt es nun, die Prozessführung der Tiefungsversuche für erhöhte Temperaturen auf weitere Versuchsanlagen zu übertragen und zu bestätigen. Des Weiteren ist die Prüfung des Aufbaus mit weiteren Werkstoffklassen zur Analyse der Auswertemethoden und Versuchsbedingungen zu betrachten. Um komplexere Bauteilformen mit FML-Halbzeugen zu realisieren, können die experimentellen Daten als Grundlage für numerische Modelle bei Simulationen genutzt werden.

Für eine Optimierung der DVC-Analyse kann die Nutzung von Synchrotron-Strahlung eine Lösung darstellen, da damit eine Einzelfaserauflösung und ein besserer Kontrast zwischen C-Faser und Matrixmaterial realisierbar sind. Ein verbesserter Kontrast kann auch bei gleichbleibender Vergrößerung zu deutlichen Verbesserungen hinsichtlich der Korrelationsunsicherheiten führen. Als weiteres Vorgehen gilt es, ein analytisches Rechenmodell zur Validierung

der ermittelten Dehnungen zu entwickeln. Eine Herausforderung ist dabei vor allem die Faserorientierung des Laminats sowie die Ausrichtung der Glasfasern der Zwischenlage. Bei genügend hoher Auflösung und dem Segmentieren der einzelnen Materialphasen ist in einem weiteren Schritt die Ermittlung von Spannungen per DVC möglich.

Einige der oben genannten Aspekte sind bereits Gegenstand aktueller Forschungsvorhaben. Die Zusammenführung experimenteller Methoden zum Umformvermögen und zur computertomografischen Schadenscharakterisierung von FML in dieser Arbeit sowie die Nutzung von DVC als in-situ Prüfmethode sollen dabei eine Grundlage für neue Anwendungen bieten, die die Klasse der thermoplastischen FML als kosteneffiziente Leichtbaumaterialien in weiteren Konzepten etablieren.

Literatur

[1] J. W. Gunnink, „Towards technology readiness of fibre metal laminates“, University of Delft, Delft.

[2] A. Fink, *Lokale Metallhybridisierung zur Effizienzsteigerung von Hochlastfügestellen in Faserverbundwerkstoffen*, 2010.

[3] Y. Hai, R. Rongzhen, T. Chunhu und L. Hongyun, „Study on arall failure behaviour under tensile loading“, *Scripta Materialia*, Jg. 35, Nr. 12, S. 1379–1384, 1996. [Online]. Verfügbar unter: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646296003223

[4] E. C. Botelho, L. C. Pardini und M. C. Rezende, „Evaluation of hygrothermal effects on the shear properties of Carall composites“, *Materials Science and Engineering: A*, S. 292–301, 2007.

[5] W. X. Wang, Y. Takao und T. Matsubara, „Galvanic corrosion-resistant carbon fiber metal laminates“, *Proceedings of the 16th International Conference on Composite Materials, "A Giant Step Towards Environmental Awareness: From Green Composites to Aerospace"*, 2007.

[6] E. C. Botelho, R. A. Silva, L. C. Pardini und M. C. Rezende, „A review on the development and properties of continuous fiber/epoxy/aluminum hybrid composites for aircraft structures“, *Mat. Res.*, Jg. 9, Nr. 3, S. 247–256, 2006.

[7] G. Wagner, F. Balle und D. Eifler, „Ultrasonic Welding of Hybrid Joints“, *JOM*, Jg. 64, Nr. 3, S. 401–406, 2012.

[8] W. Grellmann und S. Seidler, *Kunststoffprüfung*. München: Hanser Verlag, 2011.

[9] G. Habenicht, *Kleben: Grundlagen, Technologien, Anwendungen*. Berlin: Springer, 2006.

[10] D. J. Nestler, *Beitrag zum Thema Verbundwerkstoffe - Werkstoffverbunde: Status quo und Forschungsansätze*. Zugl.: Chemnitz, Techn. Univ., Fak. für Maschinenbau, Habil.-Schr., 2013. Chemnitz, Münster: Monsenstein und Vannerdat, 2014.

[11] D. Nestler *et al.,* „Continuous Film Stacking and Thermoforming Process for Hybrid CFRP/aluminum Laminates“, *Procedia CIRP*, Jg. 66, S. 107–112, 2017.

[12] M. Biron, *Thermoplastics and Thermoplastic Composites: Technical Information for Plastics Users*. Oxford: Elsevier professional, 2007.

[13] F. Schubert, N. K. Minar, M. Sause und A. Monden, „Thermoplastische Faser- Metall-Laminate für die automatisierte Fertigung“, *Lightweight Design*, Jg. 12, Nr. 4, S. 12–17, 2019.

[14] F. Henning und E. Moeller, *Handbuch Leichtbau: Methoden, Werkstoffe, Fertigung*. München: Hanser, 2011.

[15] P. Schwarzmann, *Thermoformen in der Praxis*. München: Hanser, 2016.

[16] V. Antonelli, *Improvements of thermoforming of thermoplastic composites using a collection of rubber particles as a soft mould half: Experiments and modelling*. Delft, 2014.

[17] K. Lange, Hg., *Umformtechnik Handbuch für Industrie und Wissenschaft: Band 2: Massivumformung*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1988.

[18] A. Kuppert, „Erweiterung und Verbesserung von Versuchs- und Auswertetechniken für die Bestimmung von Grenzformänderungskurven“. Dissertation, Meisenbach, Bamberg, 2019.

[19] *DIN EN ISO 12004-2:2009-02, Metallische Werkstoffe - Bleche und Bänder - Bestimmung der Grenzformänderungskurve - Teil 2: Bestimmung von Grenzformänderungskurven im Labor: (ISO 12004-2:2008),* DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin.

[20] K. Nakazima, *Study on the formability of steel sheets*. Yawata, Japan: Technical Research Institute Yawata Works, 1968.

[21] Z. Marciniak und K. Kuczyński, „Limit strains in the processes of stretch-forming sheet metal“, *International Journal of Mechanical Sciences*, Jg. 9, Nr. 9, S. 609–620, 1967.

[22] IDDRG Congress, Hg., *A simple forming-limit curve technique and results on aluminum alloys*. Amsterdam, 1972.

[23] Proc. of the IDDRG Congress, Hg., *Effect of strain ratios on the deforming limit of steel sheet and its application to the actual press forming*. Amsterdam, 1972.

[24] M. Merklein, *Charakterisierung von Blechwerkstoffen für den Leichtbau*. Bamberg: Meisenbach, 2006.

[25] T. Hiroi und H. Nishimura, „The influence of surface defects on the forming-limit diagram of sheet metal“, *Journal of Materials Processing Technology*, Jg. 72, Nr. 1, S. 102–109, 1997.

[26] P. E. Smith und D. Lee, „Determination of Forming Limits for Aluminum Alloys“ in *International Body Engineering Conference & Exposition*, 1998.

[27] C. C. Tasan, J. P. M. Hoefnagels, E. C. A. Dekkers und M. G. D. Geers, „Multi-Axial Deformation Setup for Microscopic Testing of Sheet Metal to Fracture“, *Exp Mech*, Jg. 52, Nr. 7, S. 669–678, 2012.

[28] G. Gottstein, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Physikalische Grundlagen*. Berlin: Springer Vieweg, 2014.

[29] J. J. Burke und V. Weiss, Hg., *Advances in Deformation Processing*. Boston, MA: Springer US, 1978.

[30] H. K. Tönshoff, J. Bunte, O. Meier und L. Engelbrecht, „Deformation Behaviour of Sheet Metals in Laser Assisted Hydroforming Processes“, *Sheet Metal 2005*, S. 361–368, 2005.

[31] E. Hsu, J. E. Carsley und R. Verma, „Development of Forming Limit Diagrams of Aluminum and Magnesium Sheet Alloys at Elevated Temperatures“, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Jg. 17, Nr. 3, S. 288–296, 2008.

[32] Y. Dahan, Y. Chastel, P. Duroux, J. Wilsius und P. Hein, *Procedure for the experimental determination of a forming limit curve for Usibor 1500 P*. Györ, 2007.

[33] P. F. Bariani, S. Bruschi, A. Ghiotti und A. Turetta, „Testing formability in the hot stamping of HSS“, *CIRP Annals*, Jg. 57, Nr. 1, S. 265–268, 2008.

[34] A. Turetta, „Investigation on thermal, mechanical and microstructural properties of quenchenable high strenght steels in hot stamping operations“, University of Padova, Padova, 2008.

[35] M. Merklein, A. Kuppert und M. Geiger, „Time dependent determination of forming limit diagrams“, *CIRP Annals*, Jg. 59, Nr. 1, S. 295–298, 2010.

[36] F. L. Matthews und R. D. Rawlings, *Composite materials: Engineering and science*. Boca Raton, s.l.: CRC Press, 1999.

[37] P. Eyerer, P. Elsner und T. Hirth, *Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften*. Springer-Verlag, 2005.

[38] M. Biron, *Thermoplastics and thermoplastic composites*. Oxford, United Kingdom, Cambridge, MA, United States: William Andrew Applied Science Publishers, 2018.

[39] G. Ehrenstein, *Polymer-Werkstoffe: Struktur, Eigenschaften, Anwendung*. Carl Hanser Fachbuchverlag, 2011.

[40] S. Béland, *High performance thermoplastic resins and their composites*. Park Ridge, N.J: Noyes Data Corp, 2010.

[41] M. M. Shokrieh, Hg., *Residual stresses in composite materials*. Oxford: WP Woodhead Publ, 2014.

[42] P. P. Parlevliet, H. E. Bersee und A. Beukers, „Residual stresses in thermoplastic composites—A study of the literature—Part I: Formation of residual stresses“, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 37, Nr. 11, S. 1847–1857, 2006.

[43] T. J. Chapman, J. W. Gillespie, R. B. Pipes, J.-A. Manson und J. C. Seferis, „Prediction of Process-Induced Residual Stresses in Thermoplastic Composites“, *Journal of Composite Materials*, Jg. 24, Nr. 6, S. 616–643, 1990.

[44] R. Dietrich, *Analyse der Wärmeausdehnungs-Inkompatibilität bei Klebverbindungen aus CFK, Stahl und Aluminium bei der Fertigung einer lackierten Karosserie*. München: Dr. Hut, 2019.

[45] G. Lebrun und J. Denault, „Effect of annealing on the thermal expansion and residual stresses of bidirectional thermoplastic composite laminates“, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 41, Nr. 1, S. 101–107, 2010.

[46] F. Ostermann, *Anwendungstechnologie Aluminium*. Berlin, Heidelberg: Springer, 2014.

[47] W. Siebenpfeiffer, Hg., *Leichtbau-Technologien im Automobilbau: Werkstoffe - Fertigung - Konzepte*. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2014.

[48] E. Büchter, „Laservorbehandlung – Langzeitstabiles Kleben von Metallteilen“ in *ATZ / MTZ-Fachbuch, Leichtbau-Technologien im Automobilbau: Werkstoffe - Fertigung - Konzepte*, W. Siebenpfeiffer, Hg., Wiesbaden: Springer Vieweg, 2014, S. 76–81.

[49] L. L. Hench und J. K. West, „The sol-gel process“, *Chem. Rev.*, Jg. 90, Nr. 1, S. 33–72, 1990.

[50] Y. Dimitriev, Y. Ivanova und R. Iordanova, „History of sol-gel science and technology“, *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*, 2008.

[51] C. J. Brinker und G. W. Scherer, *Sol-gel science: The physics and chemistry of sol-gel processing*. Boston: Acad. Press, 2010.

[52] K. Burlon, „Blockcopolymere als Haftvermittler für Kunststoff-Metallverbünde“. Dissertation, TU Darmstadt, Darmstadt, 2012.

[53] M. Whelan, J. Cassidy und B. Duffy, „Sol–gel sealing characteristics for corrosion resistance of anodised aluminium“, *Surface and Coatings Technology*, Jg. 235, S. 86–96, 2013.

[54] L. Y. L. Wu und S. Nemeth, „Non-Stick and Scratch Resistant Sol-Gel Coating for Aluminum“, *MRS Online Proceedings Library*, Jg. 778, Nr. 1, 2003.

[55] L. D 'Orazio, R. Guarino, C. Mancarella, E. Martuscelli und G. Cecchin, „Isotactic polypropylene/polystyrene blends: Effects of the addition of a graft copolymer of propylene with styrene“, *Journal of Applied Polymer Science*, Jg. 65, Nr. 8, S. 1539–1553, 1997.

[56] SGL Carbon, *SIGRAFIL® Continuous Carbon Fiber Tows.* [Online]. Verfügbar unter: https://www.sglcarbon.com/en/markets-solutions/material/sigrafil-continuous-carbon-fiber-tows/ (Zugriff am: 9. März 2021).

[57] ALUJET GmbH, *Technisches Datenblatt – Aluminiumfolie.* [Online]. Verfügbar unter: https://www.alujet.de/cms/upload/Downloads_Technische-Daten/ALUJET_GmbH_Aluminiumfolie_technische_Daten.pdf (Zugriff am: 12. August 2021).

[58] Westdeutscher Metall-Handel GmbH, *Bleche und Platten aus Aluminium.* [Online]. Verfügbar unter: https://www.wmh.de/produkte/bleche-platten/ (Zugriff am: 12. August 2021).

[59] *DIN EN 2563:1997-03, Luft- und Raumfahrt- Kohlenstoffaserverstärkte Kunststoffe- Unidirektionale Laminate; Bestimmung der scheinbaren interlaminaren Scherfestigkeit; Deutsche Fassung EN 2563:1997,* Deutsches Institut für Normung, Berlin.

[60] A. Monden, M. G. R. Sause, A. Hartwig, C. Hammerl und S. Horn, Hg., *Evaluation of surface modified CFRP-metal hybrid laminates*, 2014.

[61] J. M. Whitney und C. E. Browning, „On short-beam shear tests for composite materials“, *Experimental Mechanics*, Jg. 25, Nr. 3, S. 294–300, 1985.

[62] A. Bleier, *Prüfverfahren zur Ermittlung exakter Werkstoffkennwerte einer unidirektionalen Schicht unter besonderer Berücksichtigung physikalischer Nichtlinearitäten*. Zugl.: Darmstadt, Techn. Univ., Diss., 2011. Aachen: Shaker, 2012.

[63] *Test Method for Mode I Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites,* D30 Committee, West Conshohocken, PA.

[64] J. C. Both, „Tragfähigkeit von CFK-Metall-Laminaten unter mechanischer und thermischer Belastung“. Dissertation, TU München, München, 2014.

[65] A. Monden, „Surface modified steel/epoxy-based CFRP hybrid laminates unter mode I, mode II and mixed-mode load conditions“. Dissertation, Universität Augsburg, Augsburg, 2016.

[66] M. Sause, *In situ monitoring of fiber-reinforced composites: Theory, basic concepts, methods, and applications*. Cham: Springer International Publishing, 2016.

[67] K. Kageyama und M. Hojo, Hg., *Proposed methods for interlaminar fracture toughness tests of composite laminates*. Tokyo, 1990.

[68] *Test Method for Determination of the Mode II Interlaminar Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites,* D30 Committee, West Conshohocken, PA.

[69] B. D. Davidson, *Towards an ASTM standardized test for determining G IIc of unidirectional laminated polymeric matrix composites*. Syracuse, 2006.

[70] S. W. Dean, B. D. Davidson und X. Sun, „Geometry and Data Reduction Recommendations for a Standardized End Notched Flexure Test for Unidirectional Composites“, *Journal of ASTM International*, Jg. 3, Nr. 9, 2006.

[71] S. W. Dean, B. D. Davidson und S. S. Teller, „Recommendations for an ASTM Standardized Test for Determining GIIc of Unidirectional Laminated Polymeric Matrix Composites“, *Journal of ASTM International*, Jg. 7, Nr. 2, 2010.

[72] J. A. Nairn, „On the calculation of energy release rates for cracked laminates with residual stresses“, *International Journal of Fracture*, Jg. 139, Nr. 2, S. 267–293, 2006.

[73] T. Yokozeki, T. Ogasawara und T. Aoki, „Correction method for evaluation of interfacial fracture toughness of DCB, ENF and MMB specimens with residual thermal stresses“, *Composites Science and Technology*, Jg. 68, S. 760–767, 2008.

[74] Composites United e.V., *MAI CC4 HybCar: Technologien zur effizienten Herstellung von hybriden CFK/Metall-Strukturbauteilen im Automobilbereich.* [Online]. Verfügbar unter: https://composites-united.com/projects/mai-cc4-hybcar/ (Zugriff am: 24. Mai 2021).

[75] E. Iaszenszky, „Konstruktion und Erprobung des Nakajima-Versuches zur Bestimmung der Grenzformänderungskurve von Faserverbund-Metall-Laminaten“. Masterarbeit, Institut für Materials Resource Management, Universität Augsburg, Augsburg, 2019.

[76] D. Jocham, „Bestimmung der lokalen Einschnürung nach linearer und nichtlinearer Umformhistorie sowie Ermittlung dehnungs- und geschwindigkeitsabhängiger Materialkennwerte“. Dissertation, Technische Universität München, 2018.

[77] J. R. Davis, *Corrosion of aluminum and aluminum alloys*. Materials Park, OH: ASM International, 1999.

[78] C. Vargel, *Corrosion of aluminium*. Amsterdam: Elsevier, 2004.

[79] R. Holze, *Leitfaden der Elektrochemie*. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 1998.

[80] R. Breining, *Untersuchungen zum Korrosionsverhalten und Korrosionsschutz von geschweißten Aluminium-Magnesium-Mischverbindungen*. Darmstadt: TU Darmstadt, 2012.

[81] J. Brunner, „Makro- und mikroelektrochemische Untersuchungen zum lokalen Korrosionsverhalten ultrafeinkörniger und technischer Aluminiumlegierungen“. Dissertation, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, 2012.

[82] H. Ezuber, A. El-Houd und F. El-Shawesh, „A study on the corrosion behavior of aluminum alloys in seawater“, *Materials & Design*, Jg. 29, Nr. 4, S. 801–805, 2008.

[83] S. Papavinasam, „Electrochemical polarization techniques for corrosion monitoring“ in *Woodhead Publishing in materials, Techniques for corrosion monitoring*, L. Yang, Hg., Cambridge, England, Boca Raton, FL: Woodhead Publishing, 2008, S. 49–85.

[84] B. Heine, *Werkstoffprüfung: Ermittlung von Werkstoffeigenschaften ; mit zahlreichen Tabellen*. München: Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl., 2011.

[85] W. Demtröder, *Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper,* 3. Aufl.

[86] Baker Hughes Digital Solutions, *phoenix nanotom m nanoCT 3D scanner | Inspection & NDT*. [Online]. Verfügbar unter: https://www.bakerhughesds.com/industrial-x-ray-ct-scanners/phoenix-nanotom-m-3d-metrology-nano-ct (Zugriff am: 8. Juni 2021).

[87] L. A. Feldkamp, L. C. Davis und J. W. Kress, „Practical cone-beam algorithm“, *Journal of the Optical Society of America A*, Nr. 6, 1984.

[88] A. C. Kak und M. Slaney, *Principles of computerized tomographic imaging*. Philadelphia: Society for Industrial and Applied Mathematics, 2001.

[89] S.-W. Lee *et al.,* „Effects of Reconstruction Parameters on Image Noise and Spatial Resolution in Cone-beam Computed Tomography“, *Journal of the Korean Physical Society*, Jg. 59, Nr. 4, S. 2825–2832, 2011.

[90] F. Thum, M. Zott und M. G. R. Sause, *Scan quality optimization for measuring Fiber-Metal-Laminates with X-Ray computed tomography*. Wels: e-Journal of Nondestructive Testing, 2020.

[91] D. Kiefel, „Quantitative Porositätscharakterisierung von CFK-Werkstoffen mit der Mikro-Computertomografie“. Dissertation, TU München, München, 2017.

[92] E. A. Birt und R. A. Smith, *A review of NDE methods for porosity measurement in fibre-reinforced polymer composites*. Farnborough, 2004.

[93] N. Otsu, „A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms“, *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*, Jg. 9, Nr. 1, S. 62–66, 1979.

[94] M. Segzin und B. Sankur, „Survey over image thresholding techniques and quantitative performance evaluation“, *JEI*, Jg. 13, Nr. 1, 2004.

[95] P. Iassonov, T. Gebrenegus und M. Tuller, „Segmentation of X-ray computed tomography images of porous materials: A crucial step for characterization and quantitative analysis of pore structures“, *Water Resources Research*, Jg. 45, Nr. 9, 2009.

[96] K. Parvati, B. S. Prakasa Rao und M. Mariya Das, „Image Segmentation Using Gray-Scale Morphology and Marker-Controlled Watershed Transformation“, *Discrete Dynamics in Nature and Society*, S. 1–8, 2008.

[97] D. K. Hsu und K. M. Uhl, Hg., *A Morphological Study of Porosity Defects in Graphite-Epoxy Composites*. Boston: Springer, 1987.

[98] B. Plank, G. Mayr, A. Reh, D. Kiefel und J. Kastner, *Evaluation and Visualisation of Shape Factors in Dependence of the Void Content within CFRP by Means of X-ray Computed Tomography*. Prag, 2014.

[99] F. Thum, P. Potstada und M. G. R. Sause, „Development of a 25kN In Situ Load Stage Combining X-Ray Computed Tomography and Acoustic Emission Measurement“, *Key Engineering Materials*, S. 563–568, 2019.

[100] Á. N. Bhreasail *et al.,* „In-Situ Observation of Cracks in Frozen Soil using Synchrotron Tomography“, *Permafrost and Periglacial Processes*, Jg. 23, Nr. 2, S. 170–176, 2012.

[101] T. Bormann, S. Friess, M. de Wild, R. Schumacher, G. Schulz und B. Müller, *Determination of strain fields in porous shape memory alloys using micro-computed tomography*. San Diego, 2010.

[102] B. K. Bay, T. S. Smith, D. P. Fyhrie und M. Saad, „Digital volume correlation: Three-dimensional strain mapping using X-ray tomography“, *Experimental Mechanics*, Jg. 39, Nr. 3, S. 217–226, 1999.

[103] T. S. Smith, B. K. Bay und M. M. Rashid, „Digital volume correlation including rotational degrees of freedom during minimization“, *Experimental Mechanics*, Jg. 42, Nr. 3, S. 272–278, 2002.

[104] F. Hild *et al.,* „Toward 4D mechanical correlation“, *Advanced Modeling and Simulation in Engineering Sciences*, Jg. 3, Nr. 1, S. 1–26, 2016.

[105] K. Madi *et al.,* „Computation of full-field displacements in a scaffold implant using digital volume correlation and finite element analysis“, *Medical engineering & physics*, Jg. 35, Nr. 9, S. 1298–1312, 2013.

[106] H. Leclerc, J.-N. Périé, S. Roux und F. Hild, „Voxel-Scale Digital Volume Correlation“, *Experimental Mechanics*, Jg. 51, Nr. 4, S. 479–490, 2011.

[107] T. Taillandier-Thomas, S. Roux, T. F. Morgeneyer und F. Hild, „Localized strain field measurement on laminography data with mechanical regularization“, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, S. 70–79, 2014.

[108] J. Da Quinta Fonseca, P. M. Mummery und P. J. Withers, „Full-field strain mapping by optical correlation of micrographs acquired during deformation“, *Journal of microscopy*, Pt 1, S. 9–21, 2005.

[109] G. Walz, Hg., *Lexikon der Mathematik: Band 2: Eig bis Inn*. Berlin, Heidelberg: Springer Spektrum, 2017.

[110] T. Guglhör, „Experimentelle und modellhafte Betrachtung des Konsolidierungsprozesses von carbonfaserverstärktem Polyamid-6“. Dissertation, Universität Augsburg, Augsburg, 2017. [Online]. Verfügbar unter: https://opus.bibliothek.uni-augsburg.de/opus4/frontdoor/index/index/year/2017/docId/4338

[111] A. Monden, „Adhäsion zwischen epoxidharzbasiertem CFK und oberflächenmodifiziertem Stahl: Grenzschichtversagen von Hybridlaminaten unter Mode I, Mode II und Mixed-Mode Belastung“. Dissertation, Universität Augsburg, Augsburg, 2016.

[112] A. Hartwig, „Titandioxid als Korrosionsschutz von X5CrNi18-10 Edelstahl und dessen Einsatzmöglichkeit in CFK-Metall Hybridstrukturen“. Dissertation, Universität Augsburg, Augsburg, 2016.

[113] B. Dao, J. Hodgkin, J. Krstina, J. Mardel und W. Tian, „Accelerated aging versus realistic aging in aerospace composite materials. II. Chemistry of thermal aging in a structural composite“, *Journal of Applied Polymer Science*, Nr. 4, S. 3221–3232, 2006.

[114] Y. Pan *et al.,* „Mode I and Mode II interlaminar fracture toughness of CFRP/magnesium alloys hybrid laminates“, *Composite Interfaces*, Jg. 23, Nr. 5, S. 453–465, 2016.

[115] N. S. Choi, H. Yamaguchi und K. Takahashi, „Fracture Behavior of Unidirectional Commingled-Yarn-Based Carbon Fiber/Polyamide 6 Composite under Three-Point Bending“, *Journal of Composite Materials*, Jg. 30, Nr. 7, S. 760–784, 1996.

[116] W.-S. Kim, I.-H. Yun, J.-J. Lee und H.-T. Jung, „Evaluation of mechanical interlock effect on adhesion strength of polymer–metal interfaces using micro-patterned surface topography“, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Jg. 30, Nr. 6, S. 408–417, 2010.

[117] J. Hecht und M. Merklein, „Charakterisierung des Umformverhaltens von Magnesiumblechen bei erhöhter Temperatur“, *Tagungsband XXIV. Verformungskundliches Kolloquium*, 2005.

[118] J. Krauer, P. Hora, L. Tong und B. Berisha, „Forming Limit Prediction of Metastable Materials with Temperature and Strain Induced Martensite Transformation“ in *AIP Conference Proceedings*, 2007.

[119] A. Buljac *et al.,* „Digital Volume Correlation: Review of Progress and Challenges“, *Experimental Mechanics*, Jg. 58, Nr. 5, S. 661–708, 2018.

[120] S. Lee, E. Jo und W. Ji, „Digital volume correlation technique for characterizing subsurface deformation behavior of a laminated composite“, *Composites Part B: Engineering*, 2020.

[121] Z. Li, N. Limodin, A. Tandjaoui, P. Quaegebeur, J.-F. Witz und D. Balloy, „In-situ 3D characterization of tensile damage mechanisms in A319 aluminium alloy using X-ray tomography and digital volume correlation“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 794, 2020.

[122] T. Saif *et al.,* „4D in situ synchrotron X-ray tomographic microscopy and laser-based heating study of oil shale pyrolysis“, *Applied Energy*, S. 1468–1475, 2019.

[123] M. Ren, J. Liang und B. Wei, „Accurate B-spline-based 3-D interpolation scheme for digital volume correlation“, *Review of Scientific Instruments*, Nr. 12, 2016.

[124] M. Mostafavi *et al.,* „Three-dimensional crack observation, quantification and simulation in a quasi-brittle material“, *Acta Materialia*, Nr. 16, S. 6276–6289, 2013.

[125] T. T. Nguyen, J. Yvonnet, M. Bornert und C. Chateau, „Initiation and propagation of complex 3D networks of cracks in heterogeneous quasi-brittle materials: Direct comparison between in situ testing-microCT experiments and phase field simulations“, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, S. 320–350, 2016.