

Abschlussbericht

Datum	31.12.2015
Zuwendungsempfänger (ZE)	Universität Augsburg – AMU Anwenderzentrum Material- und Umweltforschung
Förderkennzeichen	03MAI01L
Vorhabensbezeichnung	MAI Plast – Entwicklung kosteneffizienter Verarbeitungstechno- logie zur automatisierten Prozessierung von thermoplastischen Hochleistungsverbundwerkstoffen für Großserienanwendungen
Laufzeit des Vorhabens	01.07.2012 – 31.06.2015
Berichtszeitraum	01.07.2012 – 31.06.2015





0 Inhalt

0	Inh	alt		2
1	Kur	zdarstellung		3
	1.1	Aufgabenstel	ung	3
	1.2	Voraussetzur	gen	3
	1.3	Planung		4
	1.4	Ausgangspur	kt	5
	1.5	Zusammenar	beit mit anderen Stellen	6
2	Ein	gehende Darst	ellung	8
	2.1	Ergebnisse d	es Forschungsvorhabens	8
	2.1	1 Integrale	Betrachtung der Herstellungs-Eigenschaftsbeziehung	8
	2.1	2 Langzeite	eigenschaften	40
	2.1	3 Lokal ver	stärkte Strukturen	53
	2.2	Voraussichtlic	her Nutzen und Verwertbarkeit	55
	2.3	Fortschritt aut	dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen	55
	2.4	Veröffentlichu	ngen des Ergebnisses	55





1 Kurzdarstellung

1.1 Aufgabenstellung

Für den Einsatz modifizierter Thermoplastsysteme zur Herstellung von Prepregsystemen besteht grundlegender Bedarf in der Charakterisierung der mechanischen und thermophysikalischen Eigenschaften der Halbzeuge. Darüber hinaus bestehen Defizite in der Kenntnis der Wechselwirkung der Prozessparameter bei der Herstellung der Prepregsysteme mit den erzielbaren mechanischen Eigenschaften des CFK. Bei der Fertigung der Endbauteile mit verschiedenen Herstellverfahren fehlt eine eindeutige Korrelation der Prozessparameter mit den erreichbaren mechanischen Eigenschaften. Im Rahmen des Projekts soll die Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften als Funktion der Prozessbedingungen (Abkühlgeschwindigkeit, Aufheizrate, Umformparameter) erarbeitet werden. Als Referenzwerte dienen insbesondere die Kriechbeständigkeit, das Verhalten unter Hochgeschwindigkeitsimpacts sowie die Degradation der matrixdominierten Kennwerte bei thermischer Belastung. Durch Modifikation der verfügbaren thermoplastischen Matrixsysteme lässt sich eine gezielte Anpassung an die geforderten Eigenschaften erreichen. Die im Teilvorhaben geplante vollständige Charakterisierung des Materialsystems hinsichtlich der thermophysikalischen und mechanischen Eigenschaften, der Medienbeständigkeit und den Langzeitfestigkeiten ermöglicht dabei die Nachweisführung zum Einsatz in Struktur - und Crashbauteilen. Zusätzlich soll die mechanische Prüfung von lokal verstärkten Strukturen durch Schallemissionsanalyse begleitet werden.

Das AMU unterstützt die Materialauswahl von carbonfaserverstärkten Thermoplasten für den Einsatz in Struktur- und Crashbauteilen. Auf Basis der Bestimmung mechanischer Materialkennwerten, von Kriecheigenschaften und der Temperaturbeständigkeit soll die Funktionalität des Materials bewertet werden und eine Korrelation der Materialeigenschaften mit den Prozessbedingungen bei der Herstellung bestimmt werden. Im Fokus stehen dabei die Einflüsse der Temperaturhistorie des Bauteils, sowie die Einflüsse des Fertigungsverfahrens.

1.2 Voraussetzungen

Voraussetzung für die erfolgreiche Durchführung des Projektes MAI Plast ist die Abdeckung der kompletten Prozesskette "vom Tape zum Bauteil": Beginnend von der Bereitstellung der thermoplastischen Matrixsysteme und Carbonfasern als Ausgangsmaterialien, über die Herstellung entsprechender Halbzeuge (Tapes und Organobleche) bis hin zur Verarbeitung der





Halbzeuge zu entsprechenden Bauteilen. Eine Bewertung der Qualität der Zwischen- und Endprodukte auf Basis von mechanischen und thermophysikalischen Kennwerten muss parallel erfolgen. Ebenso ist eine detailliert Prozessbewertung sowie eine anschließende Entwicklung eines Automatisierungskonzeptes Grundlage für den Erfolg des Projektes.

Im Projekt MAI Plast sind diese Voraussetzungen durch das gewählte Partnerkonsortium auf ideale Weise gegeben. Während die Materialhersteller SGL Carbon GmbH (SGL), BASF SE (BASF) und Thermoplast Composite GmbH (TCG) die Bereitstellung und Weiterentwicklung carbonfaserverstärkter Tapes garantieren, sind die Legetechnologien der Fraunhofer Projektgruppe "Funktionsintegrierter Leichtbau" des Fraunhofer ICT (Fraunhofer ICT) und Lehrstuhls für Carbon Composites der Technischen Universität München (LCC) geeignet eine Weiterverarbeitung zu Organoblechen in endkonturnaher Geometrie zu gewährleisten. Eine Umformung zu entsprechenden Demonstratorbauteilen erfolgt anschließend im Bereich des Automobilbaus bei den Partner KraussMaffei Technologies GmbH (KraussMaffei), BMW AG (BMW) und AUDI AG (AUDI). Funktionsintegrierte luftfahrtspezifische Strukturen entstehen unter Zusammenarbeit vom Zentrum für Leichtbauproduktionstechnologie – Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR), Fraunhofer ICT, Premium Aerotec GmbH und Eurocopter Deutschland GmbH (EADS Helicopters). Das Anwendungszentrum für Material- und Umweltforschung der Universität Augsburg (AMU) begleitet den kompletten Prozess im Rahmen von Materialuntersuchungen und Qualitätsbeurteilung. Die Projektpartner Fraunhofer IWU - Projektgruppe Augsburg Ressourceneffiziente mechatronische Verarbeitungsmaschinen (Fraunhofer RMV), DLR, Siemens AG (Siemens) und KUKA Systems AG bewerten die Prozesskette und entwickeln ein Automatisierungskonzept für die Umsetzung der Prozessroute für Stückzahlen, wie sie in der Automobilbranche üblich sind.

1.3 Planung

Die zeitliche Planung des Projektes ist in Abbildung 1 dargestellt. Das Projekt startete im Juni 2012 und endet Juli 2015.

Die Ressourcenplanung der Universität Augsburg sieht eine Mitarbeit in AP1, AP2 und AP7 vor, wobei der Arbeitsschwerpunkt in AP2 liegt. Die entsprechenden Meilensteine wurden fristgerecht erfüllt.

Das Abbruchkriterium von Meilenstein M0, das gelieferte Material entspricht nicht den Anforderungen, wie sie in AP1 definiert sind, ist nicht eingetreten. Die Charakterisierung zeigt, dass die Materialien der Materialzulieferer vergleichbare Eigenschaften wie ein kommerziell

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





lfd. Nr.	Aufwand		2	012			20)13			20)14			20)15	
Arbeitspaket	MM	I	11	Ш	IV	I.	Ш	III	IV	1	П	Ш	IV	I		Ш	IV
AP 1	1																
1.1.3	0,5				0,5		N	/ 1.3									
1.3	0,5	,		0,5		•			0								
AP 2	34							2.1				_					
2.1	2				0,5	1,5		2.1			MO	МО					
2.2.1	11,5			1	1	1	2	2	1 .	1	1 1	1	0,5	0.		M 2.2	
2.2.2	9,5				0,5	1	1	1	2 '	1	1	1	0,5	0,5		2.2	
2.3	6						0,5	1	1 4	1	1	0,5	0,5	0,5		2.3	
2.4	4						e			1	1	1	1	0	0		
2.6	1	Ĵ							0	0	0	0	1	0			
AP 7	1																170
7.4	1			23							3				1 ♦		17.9
Σ =	36	Σ =		4		Σ =		15		Σ =		15		Σ =		2	

verfügbares Benchmarkmaterial von Ticona haben. Die Materialien der Projektpartner wurden dementsprechend in den Weiterverabreitungs- und Umformprozessen verwendet.

Abbildung 1: Gantchart Projektplanung

1.4 Ausgangspunkt

Eine Reduzierung des Einsatzes fossiler Energieträger führt unweigerlich zur E-Mobilität und Ressourceneffizienz, die sich nur über eine konsequente Ausnutzung verfügbarer Leichtbau-Techniken realisieren lassen. Besonders der Einsatz modernen Faserverbundwerkstoffe wie carbonfaserverstärkter Kunststoffe birgt hohes Leichtbaupotential: geringes Gewicht und hohe Steifigkeit, sowie die Möglichkeit einer hohen Funktionalisierung, machen CFK zu einem idealen Leichtbaumaterial.

Während im Flugzeugbau der Einsatz von CFK auf breiter Basis schon Stand der Technik ist, ist im Automobilbau der Einsatz von CFK wenigen Nischenanwendungen, wie im Rennsport oder im Luxussegment, vorbehalten. Um die Stückzahlen und Zykluszeiten, wie sie im Automobilbau typisch sind, zu realisieren muss die moderne Faserverbund-Produktionstechnologie auf eine ganzheitliche, integrierte Fertigungskette zurückgreifen können. Es ist notwendig hohe Stückzahlen unter gleichbleibender Qualität, kostengünstig und ressourcenschonend herzustellen.

Ein Großteil der aktuellen Bauteile aus CFK basiert auf einem duroplastischen Matrixsystem, das während des Herstellungsprozess über eine chemische Reaktion aushärtet. Aktuell auf dem Markt erhältliche Harzsysteme erfüllen allerdings nicht die gewünschten Anforderungen bezüglich Zykluszeit, Energieverbrauch, Lagerfähigkeit und Recyclingfähigkeit. Die Verarbei-





tung ist gekennzeichnet durch einen niedrigen Grad der Automatisierung und Wartezeiten, die durch die Aushärtereaktion des Harzes vorgegeben ist.

Thermoplastische Matrixsysteme bieten hier den Vorteil, dass die Bauteilherstellung nicht an die Aushärtereaktion geknüpft ist. Die Entstehung eines biegesteifen Bauteils ist alleinig an ein Abkühlen des Bauteils unterhalb der Schmelztemperatur bzw. Glasübergangstemperatur geknüpft und somit deutlich schneller. Zusätzlich bieten Thermoplaste die Möglichkeit Schweißprozesse als Fügeprozesse einzusetzen und sind somit prädestiniert für die Integralbauweise.

Aktuell verfügbare thermoplastische Matrixsysteme sind vor allem für die Luftfahrt entwickelt und zugelassen. Hohe Anforderungen an die thermische Beständigkeit beschränken die Auswahl der Matrixsystem hier größtenteils auf hochpreisige Hochleistungspolymere (PEEK, PPS, PEI, …). In anderen Anwendungsgebieten könnten preisgünstigere Thermoplastsysteme, wie Polyamide, jedoch einen guten Kompromiss zwischen Preis und Performance darstellen.

MAI Plast verfolgt die Zielsetzung für die Großserienanwendung von Faserverbundwerkstoffen eine optimale Werkstoffkombination und Halbzeugstufe zu entwickeln, die den Anforderungen der Fertigungsprozesse gerecht werden. MAI Plast konzentriert sich in den verarbeitungsrelevanten Arbeitspaketen auf Polyamid-6 als Matrixwerkstoff für carbonfaserverstärkte Gelege. Eine Berücksichtigung von Geweben ist nicht vorgesehen. Arbeitspakete, die die Fügetechnologie als Schwerpunkt haben, betrachten auch Hochleistungspolymere als Matrixmaterial, um den Anforderungen der Luftfahrt gerecht zu werden.

Ein Aufgabenschwerpunkt wird neben der Entwicklung von Tapes als mögliches Halbzeug auch die Herstellung sogenannter Organobleche mit angepasstem Lagenaufbau sein. Organobleche sind mögliche Ausgangsmaterialien für Umformprozesse. Ein entscheidender Parameter für die Qualität aber auch den Preis dieser Halbzeuge ist der Konsolidierungsgrad.

Die Großserientauglichkeit wir anhand einer übergreifenden Prozessbeurteilung industrierelevanter Demonstratorbauteile nachgewiesen werden und eine Beurteilung der iterativen Prozesse auf Wirtschaflichkeit der Gesamtfertigungskette wird erfolgen.

1.5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Das AMU der Universität Augsburg hat im Rahmen des Projektes MAI Plast Schnittstellen mit einem Großteil der Partner von MAI Plast. Das AMU unterstützt die Materialhersteller bei der Qualitätsbeurteilung ihrer Tapes durch umfassende thermophysikalische und mikrostruk-





turelle Charakterisierung. Sie begleitet die Herstellung der Organobleche mit Hilfe der Tapelegetechnologien FiberForge, Coriolis und T-AFPT mittels mechanischer Kennwertermittlung. Auch bei der Charakterisierung der entsprechenden Demonstratoren unterstützt das AMU mit Hilfe von mikroskopischer Verfahren sowie mechanischer Versuche.

Das AMU übernimmt die Aufgabe einer Erstellung von Prozess-Eigenschafts-Korrelationen in Zusammenarbeit mit allen verarbeitenden Partnern. Wo dies erwünscht ist, gibt das AMU entsprechende Kennwerte an die Partner weiter, die sich mit der Prozessbeurteilung beschäftigen.





2 Eingehende Darstellung

2.1 Ergebnisse des Forschungsvorhabens

Die Ergebnisse, die im Folgenden dargestellt werden, sind durch die Mitarbeit in AP1 Spezifikation und Bedarfserhebung, AP2 Werkstoffentwicklung und Charakterisierung sowie AP7 Technologie- und Ressourceneffizienz erarbeitet worden. Hauptbestandteile der Arbeiten sind dabei in AP2 angefallen.

2.1.1 Integrale Betrachtung der Herstellungs-Eigenschaftsbeziehung

Die Ermittlung charakteristischer Zusammenhänge zwischen Fertigungsparameter und Bauteileigenschaften sind zentrale Zielsetzung von AP2. Dabei ist eine Untersuchung des Ausgangsmaterials – hier den Polyamid-6 Tapes – über die gelegten Halbzeuge bis hin zum Endbauteil notwendig. Kritischen Fertigungsparameter müssen identifiziert und in ausreichendem Umfang dokumentiert werden.

Beginnend mit einer detaillierten Untersuchung der von den Projektpartnern bereitgestellten Tapes und einem kommerziell verfügbaren Tape des Herstellers Ticona (Benchmarktape), wird im Folgenden zunächst der Konsolidierungsprozess durch eine systematische Variation der Prozessparameter Pressdruck- und Temperatur im manuellen Legeprozess untersucht. Die Ergebnisse dienen als Anhaltspunkt für die Optimierung der Legeparameter in automatisierten Prozessen und nachfolgender Konsolidierungsprozesse. Die abschließende Bewertung möglicher Bauteile erfolgt mit Hilfe dreier Demonstratoren, die jeweils spezifische Schikanen für die Fertigung beinhalten.

Eine Dokumentation der Material-, Prozessparameter und Ergebnisse erfolgt mittels einer Microsoft Access basierter Datenbank, die im Weiteren als Materialdatenbank bezeichnet wird und den Projektpartnern zur Verfügung steht.

Eingangscharakterisierung der Tapes

Im Laufe des Projektes stellten die Partner SGL, BASF und TCG zum Teil mehrere Tapegenerationen zur Verfügung, die hinsichtlich ihrer Eigenschaften charakterisiert wurden. Während von BASF eine Variante für die Weiterverarbeitung bereitgestellt wurde, lieferten SGL 4 Tapegenerationen und TCG 3 Tapegenerationen. Parallel dazu wurde das kommerziell erhältliche Tape von Ticona als Benchmark untersucht.





Dynamische Differenzkalorimetrie

Die Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) hat sich im Bereich der thermophysikalischen Charakterisierung von Polymeren als eine Standardmethode etabliert. Üblicherweise lassen sich für teilkristalline Thermoplaste Glasübergangstemperatur, Schmelztemperatur und Rekristallisationstemperatur bestimmen. Für Polyamide, insbesondere Polyamid-6, ist die Auswertung der DSC-Daten kritisch, da hier zwischen T_g und T_m ein großer Temperaturbereich liegt in dem stille Kristallisation stattfinden kann und diese häufig durch weitere Effekte, wie Wasserfreisetzung, Auslagerungspeaks und sub-T_m Relaxationspeaks überlagert wird [4].

Den Empfehlungen von Khanna et. al folgend wurden für die DSC Untersuchungen jeweils ca. 10 mg Tape für mindestens 24 h im Vakuumofen in einem gelochten Alutiegel bei 50°C getrocknet und anschließend in Alu-Tiegel bei einer Heizrate von 10 K/min in einem Temperaturbereich von -30°C – 280°C untersucht. Die Proben haben vor der Messung eine Auslagerung von 5 min bei 50°C in der DSC erfahren. Die Untersuchungen erfolgten in einer Netzsch DSC (204 F1 Phoenix).



Abbildung 2: DSC Signale der Messungen an ausgewählten Tapes

Die Temperaturabhängigkeit des Wärmeflusses ("DSC") während des Aufheizens ist für ausgewählte Tapes in Abbildung 2 gezeigt. Der Kurvenverlauf zeigt ab etwa 50°C eine verschmierte Stufe die durch den Glasübergang erklärbar ist. Anschließend durchläuft das Material die oben aufgeführten Prozesse und schmilzt bei etwa 220°C. Für die Datenreduktion wurde die Schmelzwärme als Fläche zwischen der Messkurve und einer linearen Baseline





	T _{max} [°C]	Kristallinität [%]
T1TIC	224,4 ± 0,8	68 ± 5
T1BASF	$224,2 \pm 0,5$	74 ± 6
T1SGL	224,1 ± 0,7	83 ± 2
T2SGL	223,9 ± 0,2	85 ± 3
T4SGL	224,2 ± 1,5	79 ± 6
T1TCG	221,7 ± 1,5	72 ± 13
T2TCG	221,8 ± 1,0	73 ± 5
T3TCG	222,2 ± 1,9	73 ± 10

zwischen 50°C und 250°C bestimmt, das Maximum des Schmelzpeaks, sowie der Quotient aus Schmelzwärme und Kristallisationswärme bei der Abkühlung als Kristallinität.

Tabelle 1: Übersicht der Auswertung der DSC Messungen

Die Auswertung der Schmelzwärme und damit der Kristallinität ist aufgrund der Baselinebestimmung kritisch zu betrachten. Dennoch wurden diese Parameter bestimmt, um eventuelle Korrelation mit anderen Eigenschaften zu untersuchen. Die Parameter sind in Tabelle 1 aufgeführt. Der Tapename setzt sich dabei aus "T"-Tapegeneration und dem jeweiligen Herstellername zusammen.

Röntgendiffraktion

Als alternative Methode zur Charakterisierung der Mikrostruktur wurde die Röntgendiffraktion (XRD) herangezogen. Dazu wurden die Tapes in einem Seiffert Pulverdiffraktometer in θ -2 θ -Geometrie untersucht und die Diffraktionsprofile zwischen 15° und 35° aufgezeichnet. Als Röntgenstrahlung wurde Cu-K_a Strahlung verwendet.

Polymorphes Polyamide-6 zeigt neben einer amorphen Phase unter üblichen Prozessbedingungen Anteile an α- und γ-Phase. Anhand von Intensitätsbeiträgen an unterschiedlichen Winkelpositionen aufgrund unterschiedlicher Abstände zwischen den Diffraktionsebenen lassen sich die Phasenanteile mit Hilfe einer Multipeakanalyse abschätzen. Ein Beispiel für eine Multipeakanalyse ist in Abbildung 3 zu sehen. Die Kristallinität des Polymers berechnet sich aus dem Verhältnis der Fläche der kristallinen Peaks zur Gesamtfläche der Polymerpeaks.









Abbildung 3: Multipeakanalyse zur Bestimmung der Phasenzusammensetzung aus XRD Profilen

Für die untersuchten Tapes ergeben sich die Kristallinitäten wie in Tabelle 2 aufgeführt. Im Vergleich zu den anderen im Projekt untersuchten Tapes, zeigen die SGL-Tapes eine hohe Kristallinität. Eine weitere Besonderheit der SGL Tapes spiegelt sich nicht in den Kristallinitätsdaten wieder, lässt sich jedoch an den gezeigten XRD Profilen zeigen. Während das Tapes des Herstellers Ticona, wie auch die anderen im Projekt untersuchten Tapes hauptsächlich eine kristalline γ -Phase zeigen, sind die Tapes des Herstellers SGL in α -Phase kristallisiert. Dies lässt auf niedrigere Kühlraten während des Produktionsprozesses schließen (vgl. [5]).

Таре	Kristallinität [%]	Таре	Kristallinität [%]
T1SGL	43,2 ± 3,9	T2SGL	32,2 ± 0,7
T1BASF	26,9 ± 1,6	T4SGL	33,5 ± 2,8
T1TIC	19,7 ± 0,8	T2TCG	18,4 ± 11,2
T1TCG	16,4 ± 2,8	T3TCG	17,9 ± 4,5

Tabelle 2: XRD Analyse an den PA-6 Tapes

Oberflächenrauheit

Ein augenscheinlicher Unterschied zwischen den Tapes besteht hinsichtlich der Oberflächenrauheit. Insbesondere die Tapes des Herstellers SGL zeigen eine auffällige periodische Strukturierung der Oberfläche, die Einflüsse auf die Konsolidierung [9] oder auch Lichtabsorption haben kann. Für die Bestimmung der Oberflächenrauheit wurde ein Dektak 6M

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





Stylus Profilometer verwendet. Aus den Oberflächenprofilen wurden die Rauheitsparameter R_a und R_q bestimmt, wobei ein Spline niedriger Wellenlänge als Hintergrundwelligkeit von den Höhenprofilen subtrahiert wurde. Exemplarisch zeigt Abbildung 4 die vom Background bereinigten Höhenprofile der Tapes.



Abbildung 4: Höhenprofile ausgewählter Tapes

Die Rauheitsprofile zeigen herstellerspezifische Charakteristiken: während das Ticona Tape relativ geringe Oberflächenrauheit aufweist, zeigt das BASF Tape eine größere Rauheit und das SGL Tape eine periodische Struktur. Die ermittelten Rauheitsparameter sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Таре	Ra [µm]	R _q [μm]	Таре	R _a [µm]	R _q [μm]
T1SGL	8,36 ± 0,5	6,75 ± 0,44	T2SGL	14,63±0,68	12,06 ± 0,62
T1BASF	$4,95 \pm 0,7$	3,80 ± 0,52	T4SGL	9,74±1,16	8,01±1,53
T1TIC	2,21 ± 0,49	1,77 ± 0,43	T2TCG	7,79 ± 3,18	6,37 ± 2,8
T1TCG	6,93 ± 1,44	5,50 ± 1,21	T3TCG	13,2 ± 1,51	$10,49 \pm 4,8$

Tabelle 3: Rauheitsparameter der Oberflächenprofile

Mikroskopie

Schliffe der bereitgestellten Tapes wurden erstellt und im Lichtmikroskop hinsichtlich ihrer Mikrostruktur untersucht. Ausgehend von der Annahme, dass eine homogene Faservertei-

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





lung innerhalb des Tapes und Porenfreiheit als ideal angesehen wird, zeigen sich in den Tapes in unterschiedlicher Ausprägung Abweichungen vom Ideal. Das Ticona Benchmarkmaterial (Abbildung 7) wird hier als Maßstab für ein hochwertiges Tape angesehen. Abbildung 5 zeigt eine inhomogene Faserverteilung aufgrund einer ungenügenden Spreizung der Ausgangsrovings. Neben Bereichen mit sehr hoher Faserdichte ("Rovings") liegen stark ausgeprägte matrixreiche Bereiche vor. Eine unzureichende und nur teilweise Konsolidierung des Tapes ist in Abbildung 6 zu sehen. Die Imprägnierbedingungen sind nicht ausreichend, um ein vollständig porenfreies Tapes zu erzeugen. Eine weitere Abweichung vom Ideal ist in Abbildung 8 zu sehen. Hier liegt einseitig eine matrixreiche Randschicht vor.











Abbildung 5: Roving Struktur

Abbildung 6: Unvollständige Konsolidierung



Abbildung 7: Homogene Faserverteilung



Abbildung 8: Matrixreiche Randzone

Die Dicke der Tapes variiert je nach Hersteller und zeigt zum Teil eine große Schwankung. Die entsprechenden Dickenwerte sind in Tabelle 4 aufgeführt. Die Tapedicke muss für den weiteren Projektverlauf berücksichtigt werden, falls Platten eines vorgegebenen Lagenaufbaus und einer gewünschten Dicke gefertigt werden sollen.





Таре	Dicke [µm]	Таре	Dicke [µm]
T1SGL	227 ± 47	T2SGL	188 ± 28
T1BASF	161 ± 17	T4SGL	206 ± 18
T1TIC	140 ± 3	T2TCG	224 ± 9
T1TCG	260 ± 8	T3TCG	227 ± 5

Tabelle 4: Dicke der Tapes aus der Mikroskopie

Eigenspannung

Auf Wunsch der Projektpartner wurden die Eigenspannungen der Tapes subjektiv auf einer Skala im Schulnotensystem beurteilt. Dazu wurden 30 cm lange Tapestreifen auf einer ebenen Oberfläche mit einem Klebestreifen fixiert und hinsichtlich ihrer 3-dimensionalen Verformung auf einer Schulnotenskala bewertet.





Abbildung 9: Tape mit niedrigen Eigenspannungen

Abbildung 10: Tape mit hohen Eigenspannungen

Das Verfahren ist in Abbildung 9 und Abbildung 10 anhand eines Tapes mit geringer Eigenspannung und eines Tapes mit hohen Eigenspannungen gezeigt. Eine Übersicht über die so ermittelten subjektiven Eigenspannungsnoten ist in Tabelle 5 zu sehen.







Таре	Eigenspannung	Таре	Eigenspannungen
T1SGL	2,5 ± 0,5	T2SGL	1 ± 0,5
T1BASF	$3,5 \pm 0,5$	T4SGL	1,5 ± 0,5
T1TIC	2 ± 0,5	T2TCG	$4 \pm 0,5$
T1TCG	2 ± 0,5	T3TCG	4 ± 0,5

Tabelle 5: Subjektive Einschätzung der Eigenspannungen im Schulnotensystem

Faservolumengehaltsbestimmung

Der Faservolumengehalt und die Porosität der Tapes wurden mit Hilfe der Nasschemie ermittelt. Dazu erfolgt eine Bestimmung der Dichte und Masse des Composites. Anschließend wird das Polymer in Schwefelsäure aufgelöst und die Masse der verbleibenden Fasern bestimmt. Unter Berücksichtigung des Literaturwertes für die Dichten von Faser und Matrix lassen sich so der Fasergehalt und die Porosität des Composites bestimmen. Eine Übersicht über die entsprechenden Parameter ist in Tabelle 6 zu finden.

	Faservolumengehalt	Matrixvolumengehalt	Porenvolumengehalt
T1SGL	45,0 ± 2,1%	54,6 ± 2,6%	0,4 ± 0,6%
T1BASF	44,1 ± 1%	53,7 ± 1,6%	$2,2 \pm 0,6\%$
T1TIC	47,6 ± 1,0%	53,5 ± 0,6%	-1,1 ± 0,6%
T1TCG	38,5 ± 1,6%	60,9 ± 1,8%	$0,6 \pm 0,5\%$
T2SGL	45,8 ± 1,2%	54,0 ± 2,5%	0,2 ± 1,3%
T4SGL	40,2 ± 0,5%	59,4 ± 0,3%	$0,3 \pm 0,2\%$
T2TCG	46,3 ± 4,6%	53,7 ± 3,9%	0,0 ± 0,6%
T3TCG	46,4 ± 0,5%	53,6 ± 0,2	0 ± 0,3%

Tabelle 6: Ergebnisse der Faservolumengehaltsbestimmung

Diskussion

Die Methoden zur Charakterisierung der Tapes haben sich als aussagekräftig erwiesen um Unterschiede zwischen den Tapes hinsichtlich Mikrostruktur, Eigenspannung und Dicke herauszuarbeiten. Tendenziell hat sich das Benchmarktape des Herstellers Ticona als herausragend hinsichtlich der Homogenität und niedriger Toleranzen gezeigt. Allerdings kann dies





auf die Tatsache zurückzuführen sein, dass keine 50k Rovings als Ausgangsbasis für die Tapes benutzt wurden und somit vermutlich kein vergleichbar günstiger Preis realisiert werden kann.



Abbildung 11: Scatterplot-Matrix zur Untersuchung an den Tapes

Um Korrelationen zwischen den einzelnen Parametern zu untersuchen, wurde eine sogenannte Scatterplot-Matrix erstellt, siehe Abbildung 11. Die Korrelationen lassen einen Zusammenhang zwischen Eigenspannung – Schmelztemperatur – Kristallinität vermuten. Dies deutet an, dass die Eigenspannungen ein Resultat zu hoher Kühlraten und damit thermischer Gradienten während des Herstellungsprozess darstellen, was auch zu einer reduzierten Kristallinität und Schmelztemperatur führt.

Tapelegetechnologie - Konsolidierungsparameter

Um optimale Versuchsparameter für die im Projekt automatisiert zu produzierenden Organobleche zu finden, wurde mit den Projektpartnern Siemens und Voith eine systematische

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





Untersuchung der Organoblechqualität in Abhängigkeit von Aufheiztemperaturen und Pressdrücken durchgeführt. Hierzu wurden Tapestacks mit [(0/90)₃]_{sym} Aufbau im Umluftofen erwärmt und anschließend in eine Heizpresse transportiert. Die Gelege wurden händisch mit Schweißpunkten versehen und mit Thermoelementen ausgestattet. Die nachfolgende Charakterisierung der Organobleche erfolgte im 4-Punkt Biegeversuch (DIN EN ISO 14125). Die Konsolidierung wurde mittels Röntgen-Computertomographie untersucht.



Abbildung 12: Virtueller Schnitt senkrecht zur Plattenebene – P22VOS



Abbildung 13: Virtueller Schnitt parallel zur Plattenebene - P22VOS



Abbildung 14: Virtueller Schnitt senkrecht zur Plattenebene – P30VOS

Abbildung 15: Virtueller Schnitt parallel zur Plattenebene P30VOS

Man sieht in den Abbildungen 12-15 jeweils einen Schnitt senkrecht und parallel zur Plattenebene. Während die Platte P30VOS eine sehr gute Konsolidierung aufweist, das heißt kaum Porosität zeigt, ist die Konsolidierung der Platte P22VOS mangelhaft. Einzelne Lagen sind nur mangelhaft miteinander verbunden und auch innerhalb der Lagen tritt gehäuft Porosität auf.

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





Entsprechend verhalten sich die Proben auch in der mechanischen Prüfung. P22VOS zeigt in der 4-Punkt-Biegung ein Modul von 37,1 \pm 4,1 GPa und eine Festigkeit von 221 \pm 44 MPa während die Probe P30VOS mit einem Modul von 50,2 \pm 1,3 GPa und einer Festigkeit von 406 \pm 24 MPa um 35% bzw. 83% höhere Kennwerte liefert. Entsprechende Spannungs-Verformungsdiagramme sind in Abbildung 16 bzw. Abbildung 17 gezeigt.



Abbildung 16: 4-Punkt-Biegung P22VOS



Das Prüfprogramm umfasste insgesamt 31 Organobleche in einem geplanten Parameterraum von 200°C – 250°C und 5 – 40 bar. In der Praxis hat sich jedoch gezeigt, dass die geplanten Sollwerte nicht immer einzuhalten waren und so wurden die Temperatur-/Druckbestimmung anhand der aufgezeichneten Prozessdaten für jeden Versuch im Anschluss individuell ermittelt.

Die Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen in Abhängigkeit von Druck und Temperatur sind in Abbildung 18 und Abbildung 19 zusammengefasst. Es zeigt sich, dass sowohl das Modul als auch die Festigkeit stark von der Herstellungsparametern abhängen. Insgesamt ist herauszulesen, dass besonders die Temperatur einen maßgeblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Platte hat. Insbesondere sind Temperaturen unterhalb 230°C nicht ausreichend, um Organobleche in der Heizpresse zu fertigen, obwohl die DSC-Messungen an den Tapes zeigen, dass der Schmelzvorgang schon deutlich früher beginnt.





Während der Versuche hat sich gezeigt, dass bei einem 2-stufigen Konsolidierungsverfahren (Aufheizen + Verpressen) der Temperaturverlust des Organoblechs während des Transferprozesses eine entscheidende Rolle für die Konsolidierung spielen kann und eine Verwendung von isolierenden Transferhilfen die Qualität der späteren Organobleche deutlich erhöhen kann.



Abbildung 18: Übersicht des Biegemoduls in Abhängigkeit der Prozessparameter



Abbildung 19: Übersicht der Biegefestigkeit in Abhängigkeit der Prozessparameter

Tapelegetechnologie - Tapeeinfluss

Aufbauend auf den Ergebnissen der Untersuchungen zur Bestimmung geeigneter Prozessparameter wurden zur Bestimmung des Tapeeinflusses auf die Organobleche vom Projektpartner Fraunhofer FIL im FiberForge-Verfahren Platten mit unidirektionalem Aufbau und ca. 2 mm Dicke gelegt und anschließend unter Verwendung eines Transferbleches in einem 2-stufigem Verfahren konsolidiert.

Neben eine Charakterisierung der Mikrostruktur (Mikroskopie, DSC, Nasschemie) dienen mechanische Kennwerte (Querzugmodul, Querzugfestigkeit, interlaminare Schubfestigkeit) als Qualitätsmerkmale der einzelnen gelegten und konsolidierten Platten.

Als Charakterisierungsmethode für die Bestimmung der interlaminaren Schubfestigkeit war der ILSS Test angedacht. Aufgrund umfangreicher plastischer Deformation und der hohen Bruchzähigkeit der Matrix liefert der ILSS Versuch keine sinnvolle Auswertemöglichkeit selbst unter Einsatz von Schallemissionsanalyse sowie lokaler Dehnungsauflösung durch digitale Bildkorrelation. Dies bestätigt die Ergebnisse von Bothelo et al. [3].







Als alternative Methode für die Charakterisierung der interlaminaren Schubeigenschaften wurde ein Kompressionsversuch an doppelt asymmetrisch gekerbten Probe (siehe Abbildung 20) durchgeführt. Bei der Versuchsdurchführung zeigt sich hier ein abrupt einsetzendes Versagen in der Mittelebene des Laminats zwischen beiden Kerben.



Abbildung 20: Kompressionsversuch an doppelt asymmetrisch gekerbter Probe (b=10 mm, L=4 mm)

Eine typische Spannungs-Weg-Kurve ist in Abbildung 21 gezeigt. Zu Beginn des Versuchs zeigt der Kurvenverlauf ein Einlaufverhalten, dass aufgrund der Kontaktausbildung und Spiel im Versuchsaufbau nicht-linear verläuft, anschließend kommt es zu einem linearen Spannungs-Weg Verlauf bis schließlich das Maximum eintritt und die Probe anschließend versagt. Da Versagensbild in Abbildung 22 zeigt, dass der Bruch wie zu erwarten in der mittleren Ebene des Laminats eintritt. Je nach Probenqualität sind zum Teil trockene Fasern im Bereich der Bruchflächen zu erkennen, was auf eine mangelhafte Konsolidierung zurückzuführen ist.









Abbildung 22: Bruchfläche einer geprüften doppelt gekerbten Probe

Abbildung 21: Spannungs-Weg-Kurve des Kompressionsversuchs

Die Bestimmung der Querzugeigenschaften wurde nach DIN EN ISO 527-5 durchgeführt. Aufgrund von Verzug innerhalb der Prüfplatten unterlagen die Prüfkörper jedoch einer Krümmung, weshalb die Auswertung der Module und Festigkeiten hier lediglich einen Vergleich der Platten innerhalb dieser Herstellungsmethode zulassen. Die Dehnungsaufnahme erfolgte mittels optischem Extensometer (VideoXtens). Die Prüfung erfolgt im konditionierten Zustand (DIN EN 1110). Die Scherfestigkeiten liegen im Bereich 25-42,5 MPa und sind damit vergleichbar mit Scherfestigkeiten, die Bothelo et al. [3] mit einem etwas abgewandelten Scherversuch ermitteln konnte. Insgesamt sind die Scherfestigkeiten der im Projekt untersuchten Platten um bis zu 75% höher.

Die Mikroskopie zeigt, dass sich innerhalb der gelegten Organobleche Faseragglomerationen bilden können und so die Homogenität des Werkstoffes beeinträchtigt ist. Als relativ homogen zeigt sich das Organoblech aus dem Ticona Tape (siehe Abbildung 23). Auch wenn die Faserrovings teilweise zu erahnen sind und die Tapestruktur sich noch im Laminat abzeichnet, sind die Fasseragglomerationen im Vergleich zum Organoblech aus dem Entwicklungstape des Herstellers BASF weniger deutlich ausgeprägt, wie Abbildung 24 zeigt.







Abbildung 23: Mikroskopie Ticona



Um diese Verteilung quantitativ zu erfassen, wurde der Clusteralgorithmus DBSCAN (Density-Based Spatial Clustering of Applications with Noise) angewandt um Faseragglomerationen automatisiert zu identifizieren. Die Cluster wurden hinsichtlich ihrer Längen-zu-Breitenverhältnisse (dx/dy) ausgewertet und dieser Parameter dient als Maß für die Homogenität der Faserverteilung. Für die untersuchten Platten ergeben sich folgende Längen-zu-Breitenverhältnisse.

Legetechnologie	Таре	dx/dy
	T1BASF	1,75
	T1TCG	2,59
	T1SGL	4,34
	T2TCG	3,40
FiberForge	T3TCG	4,39
	T1TIC	1,52
	T4SGL	3,81
	T2SGL	5,06

Tabelle 7: Ergebnisse der Clusteranalyse zur Homogenität der Faserverteilung

Inwiefern sich die Homogenität der Mikrostruktur auf die Qualität der Platten auswirkt, kann anhand der mechanischen Eigenschaften gezeigt werden. Während die Ausprägung einer Vorzugsrichtung der Fasercluster in der Plattenebene mit den Schubfestigkeiten korreliert





(Abbildung 25) (Pearson Korrelationskoeffizient: -0,61) ist der Zusammenhang mit den Querzugfestigkeiten nicht ersichtlich (Pearson Korrelationskoeffizient: -0,25). Die Querzugfestigkeit wird vor allem durch das Vorhandensein von Poren bestimmt (Pearson Korrelationskoeffizient: -0,79) wie Abbildung 26 zeigt, der Einfluss der Faseragglomerationen ist dabei nicht signifikant (Pearson Korrelationskoeffizient: 0,28).



Abbildung 25: Korrelation Faseragglomerati- Abbildung 26: Korrelation Poren - Querzugon - Schubfestigkeit festigkeit

Um den Einfluss der verwendeten Tapes auf die Plattenqualität zu untersuchen wurden sämtliche Eigenschaften von Platte und Tapes auf Korrelationen hin untersucht. Der entsprechende Scatterplot ist in Abbildung 27 zu sehen. Dabei sind die linearen Regressionsgeraden rot markiert, falls der Pearson Korrelationskoeffizient größer als 0,5 bzw. kleiner als -0,5 ist.

Während die meisten Korrelationen naheliegend sind (z.B. Faservolumenanteil Tape – Faservolumenanteil Platte; Faservolumenanteil Tape – Querzugdehnung Platte), zeigt sich auch ein Zusammenhang zwischen der Taperauheit und der Faseragglomeration innerhalb der Tapes. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass die Oberflächenrauheit durch matrixreiche Bereiche hervorgerufen wird und so die daraus gefertigte Platte entsprechend Matrix- und Faserreiche Bereiche aufweist.

Eine abschließende Beurteilung des Tapeeinflusses auf die Eigenschaften der Organobleche kann unter Berücksichtigung der gesamten Projektergebnisse nicht erfolgen. Es hat sich gezeigt, dass die Qualität der Organobleche deutlich stärker von den Verarbeitungsparameter und insbesondere der Konsolidierung abhängen als von den Tapeeigenschaften.









Abbildung 27: Scatterplot Tape - Platten - Eigenschaften

Tapelegetechnologie – Einfluss der Tapelegetechnologie

Um den Einfluss der Legetechnologien FiberForge, Coriolis und T-AFPT auf die Plattenqualität zu untersuchen, wurden jeweils Platten aus dem BASF Tape gelegt. Die Übersicht Abbildung 28 zeigt, dass die Eigenschaften der Platten zum Teil erheblich variieren. Während die Querzugfestigkeit der Coriolis Platte und der T-AFPT Platte um 10% bzw. 23% Prozent reduziert sind, zeigt die Platte der FiberForge-Anlage die niedrigste Schubfestigkeit. Die Reduzierung der Querzugeigenschaften geht mit einem erhöhten Porengehalt einher. Der Faservolumengehalt der Platten ist nahezu identisch.









Abbildung 28: Übersicht Eigenschaften Legetechnologie

Zusammenfassend zeigen diese Versuche, dass die Tapelegetechnologien hier Vor- und Nachteile aufweisen. Besonders kritisch ist auch die Tatsache zu betrachten, dass ein nachträgliches Konsolidieren oder eventuell folgende Umform- oder Fügeprozesse die Materialeigenschaften z.T. erheblich verändern können und so der Effekt der Legetechnologie auf das Bauteil letztendlich nicht auf das Legen einer unidirektionalen ebenen Platte reduziert werden kann. Es ist festzuhalten, dass alle Legetechnologien geeignet sind unidirektionale Platten zu produzieren, deren Qualität ausreichend ist, um vergleichbare Querzugmodule carbonfaserverstärkter Polyamid-6 Platten, die aus der Literatur [3] bekannt sind, zu erreichen.

Um den Einfluss weiterer Prozessschritte zu verstehen wurden deshalb Schikanebauteile herangezogen, um die Einflüsse von Tape und Legetechnologie bis ins Bauteil zu verfolgen.

Demonstratorbauteil "Sandwichplatte"

Das Demonstatorbauteil "Sandwichplatte" zeigt eine Möglichkeit den Leichtbaugrad über die Sandwichbauweise weiter zu erhöhen, als dies lediglich über die Verwendung von Leichtbaumaterialien möglich ist. Hierzu wurde von AUDI ein Demonstratorbauteil entwickelt, das aus zwei Decklagen carbonfaserverstärktem Polyamid-6 besteht, zwischen denen ein Kern aus glasfaserverstärktem Polyamid-6 eingebracht ist. Die Rippenstruktur wird an die untere Decklage (Bodenlaminat) angespritzt, während die obere Decklage (Decklaminat) über einen thermisch aktivierten Fügeprozess aufgebracht wird. Abbildung 29 zeigt den Aufbau schematisch. Details zur Geometrie und technischen Umsetzung des Herstellungsprozess finden sich in der Abschlussdokumentation von AUDI.









Abbildung 29: Konzeptskizze Sandwichplatte (Quelle: Brymerski, AUDI)

Abgeleitet aus dem Herstellungsprozess ergeben sich folgende Fragestellungen: Zum einen soll untersucht werden, inwieweit es im Bereich der Fließkanäle der Spritzgussmasse zu Faserausschwemmungen kommt bzw. ob eine homogene Faserverteilung im Bodenlaminat vorliegt. Zum anderen ist die Anbindung des Decklaminates über den thermisch aktivierten Fügeprozess von Interesse. Beim Aufbringen des Decklaminates kann aufgrund der Rippenstruktur keine homogene Druckverteilung während der Fügung garantiert werden. Es ist daher von Interesse, ob in diesen Bereichen eine De-Konsolidierung der Laminate stattfindet. Hierzu wurden Schliffe präpariert und lichtmikroskopische Aufnahmen der Laminate erstellt. Ultraschallaufnahmen im Bereich der Boden- und Decklaminate geben einen Eindruck von der großflächigen Ausbildung der Anbindung. Die Bauteile wurden außerdem bei AUDI mechanisch über einen 4-Punkt-Biegeversuch (DIN 53293) charakterisiert.

Von besonderem Interesse ist der Zusammenhang zwischen den Prozessschritten während der Fertigung vom Tape zum Bauteil. Neben der bereits aufgeführten ausführlichen Charakterisierung der Ausgangstapes wurden die verwendeten Organobleche daher nach der Konsolidierung mittels Mikroskopie und 4-Punkt Biegung auf ihre Qualität hin untersucht. Die einzelnen Fertigungsrouten sind in Abbildung 30 aufgezeigt. Die Tapes der Hersteller BASF, TCG und Ticona werden in der FiberForge Anlage, das SGL Tape in der Coriolis Anlage bei Fraunhofer ICT gelegt und anschließend am LCC in der statischen Presse konsolidiert. TCG stellt Platten aus dem Intervallheißpressverfahren zur Verfügung, SGL aus einem statischen Pressprozess und auch die BASF stellt zusätzliche glasfaserverstärkte Organobleche bereit. Am LCC wird mittels T-AFPT Verfahren Material aus BASF Tape bereitgestellt und auch ein direktes Aufbringen der Tapelagen auf die Spritzgusskerne untersucht.









Abbildung 30: Prozessroute Sandwichplatte (Quelle: Brymerski, AUDI)

Grundsätzlich sind die Laminate aus 0° und 90° Lagen und symmetrisch aufgebaut und ca. 2mm dick, lediglich hinsichtlich der Lagenzahl bestehen Unterschiede, die sich folglich auch in den mechanischen Eigenschaften wiederfinden. Ein Vergleich der mechanischen Eigenschaften muss daher immer unter Berücksichtigung des Lagenaufbaus erfolgen.

In der Mikroskopie an den Organoblechen zeigt sich, dass die Laminate abgesehen von der T-AFPT-Route und der FiberForge-Route mit den Ticona Tapes frei von Porositäten >1µm sind. Vor allem das Laminat aus der T-AFPT-Route zeigt eine deutliche Porosität. Dies ist auf die Insitu-Konsoliderung ohne nachfolgenden Konsolidierungsschritt zurückzuführen. Bei der FiberForge-Route ist dies etwas überraschend, da das Ticona Tape bei der Untersuchung der Legetechnologien z.B. im Vergleich mit den BASF Tapes sehr gute Konsolidierungsgrade erzielt hat.

Die mechanischen Eigenschaften wurden über einen 4-Punkt-Biegeversuch nach DIN EN ISO 14125 an konditionierten Proben (DIN EN ISO 1110) bestimmt. Das Biegemodul und die Festigkeit wurden bestimmt und sind in

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





Abbildung 31 zusammengefasst. Die mechanischen Eigenschaften der FiberForge Laminate mit [(0/90)₃]_{sym}-Aufbau zeigen im Vergleich mit den Untersuchungen der Konsolidierungsparameter einen hohen Konsolidierungsgrad. Die Festigkeit der [(0/90)₃]_{sym}-Laminate fällt mit zunehmender Porosität von 540 MPa auf 275 MPa ab. Die mechanischen Eigenschaften der [(0/90)₃/0]_{sym}-Laminate zeigen im Rahmen des Fehlers identische mechanische Eigenschaften. Das Glasfasergewebe der BASF-Route zeigt erwartungsgemäß ein deutlich kleineres Modul. Es liegt bei etwa 1/3 der carbonfaserverstärkten Laminate.



Abbildung 31: Ergebnisse der 4-Punkt-Biegeversuche an den Organoblechen

Abbildung 32: Vergleich Modul der Organbleche und Steifigkeit der Sandwichplatten

Nach dem Anspritzen der Rippenstruktur und dem Anbringen der Decklagen wurden die Sandwichplatten im 4-Punkt-Biegeversuch nach DIN 53293 bei AUDI mechanische geprüft. Details dazu sind im Abschlussbericht von AUDI aufgeführt. Abbildung 32 zeigt, dass ein starker Zusammenhang zwischen der Steifigkeit der Sandwichbauteile und den Moduln der Ausgangsorganobleche besteht. Auffällig hoch ist die Steifigkeit des Sandwiches aus Laminaten des TCG Tapes aus der FiberForge-Anlage. Eine mögliche Erklärung dafür ist die Dicke des Ausgangslaminates, das um etwa 18% dicker ist, als die Laminate aus den anderen Prozessrouten.

Es zeigen sich deutliche Unterschiede hinsichtlich der Festigkeit der Sandwichplatten. Dies ist unter anderem auch auf unterschiedliche Versagensformen zurückzuführen: Kernversagen unterhalb der Krafteinleitung, Delamination des Decklaminates und Bruch des oberen Decklaminates. Eine Korrelation von Versagensart und Festigkeiten der Sandwichplatten ist nicht gegeben, da dies mitunter auf die Anhaftung des Organobleches mit dem Wabenmate-







rial zurückgeführt werden kann und damit nicht nur über die Eigenschaften des Organobleches bestimmt ist.

Die Ultraschall- und Lichtmikroskopie zeigt eine große Bandbreite an qualitativen Unterschieden zwischen den Sandwichplatten aber auch zwischen oberer und unterer Decklage innerhalb eines Sandwiches. Typische auftretende Defekte sind Delaminationen innerhalb der Decklaminate, ein Ablösen der innersten Faserlage der oberen Decklage, Porositäten innerhalb des Steges im Bereich der Fügung oder auch Ausschwemmen von Fasern aus dem Fügebereich (siehe Abbildung 35 und Abbildung 36).

Auffällig ist besonders der Unterschied in der Laminat- und Anbindungsgüte zwischen unterer und oberer Deckschicht. Während die Unterseite im Allgemeinen eine gute Konsolidierung und Anbindung aufweist zeigen sich an der Oberseite Porositäten im Bereich der Anbindung und Ablösungen der innersten Laminatlage. Beispielhaft ist dies für die FiberForge Route und das Ticona Tape gezeigt. Abbildung 33 und Abbildung 35 zeigen die untere Decklage. Im Ultraschallbild (Abbildung 33) sieht man das Rückwandecho im Bereich der Fügezone. Da es aus diesem Bereich an den Rippen kaum Reflexionen gibt, ist von einer guten und homogenen Anbindung über den kompletten Prüfbereich auszugehen. Die Mikroskopiebilder zeigen ein porenfreies Laminat und auch im Bereich des Steges sind keine Poren zu sehen. Im Gegensatz dazu zeigt die Ultraschallaufnahme in Abbildung 34 lediglich eine teilweise Anbindung der Rippenstruktur an das Decklaminat. In der Mikrokopieaufnahme Abbildung 36 wird deutlich, dass die Rippenstruktur nicht vollständig angebunden ist bzw. Porositäten im Fügebereich auftreten. Es ist auch gut die Ablösung der innersten Decklage zu erkennen.









Abbildung 33: Ultraschall Anbindung untere Decklage



Abbildung 34: Ultraschall Anbindung obere Decklage



Abbildung 35: Mikroskopie Anbindung untere Decklage



Der Unterschied zwischen Deck- und Bodenlaminat zeigt deutlich, dass während des Aufheizens und Abkühlens ein von außen aufgebrachter Druck auf das Laminat ausschlaggebend für eine gute Laminatqualität ist. Ohne einen entsprechenden Gegendruck kommt es zur Delamination und Lagenablösung.







Abbildung 37: Untere Decklage aus der LCC Route

Eine Untersuchung des Sandwichbauteils aus der LCC-Route zeigt, dass hier Porositäten innerhalb der Decklaminate vorliegen, die so nicht in anderen Sandwichbauteilen gefunden werden. In Abbildung 37 ist deutlich zu erkennen, dass die Poren nicht durch eine nachträgliche Delamination hervorgerufen wurden. Unter Berücksichtigung der Schliffbilder am Ausgangslaminat ist der Porengehalt des Ausgangslaminates unter den gewählten Prozessbedingungen entscheidend für den Porengehalt in der verarbeiteten Sandwichplatte und somit eine vorgeschaltete möglichst vollständige Konsolidierung für eine hohe Probenqualität notwendig.

Demonstatorbauteil "Umformkörper"

Das Demonstratorbauteil "Umformkörper" soll die Umsetzbarkeit eines Tiefziehprozesses mit hohem Umformgrad für Organobleche aus carbonfaserverstärktem Polyamid-6 nachweisen. Dazu arbeitete BMW ein entsprechendes Bauteilkonzept aus und setzte den Tiefziehprozess zusammen mit dem LCC um. Begleitet wurden die Versuche durch Umformsimulationen innerhalb des MAI Design Projektes.







Abbildung 38: Konzeptskizze Umformkörper (Quelle: Brymerski, AUDI)

Eine Skizze des Demonstrators ist in Abbildung 38 zu sehen. Dabei handelt es sich um ein Organoblech, dass in der Mitte mit einer Mulde und einer pyramidenförmigen Schikane versehen ist. In der Skizze ist bereits der Faltenwurf aus der Simulation berücksichtigt. Als für die Fertigung kritische Stellen werden die Flanken der Mulde betrachtet, da hier die der Anpressdruck am geringsten ist, und der untere Radius der Schikane.

Für die Untersuchungen stellte BASF entsprechende Tapes und carbonfaser- bzw. glasfaserverstärkte Organobleche bereit, die von Fraunhofer ICT mittels FiberForge und Coriolis gelegt wurden. Anschließend erfolgen ein optionaler Konsolidierungsschritt und die Umformung. Eine Übersicht der untersuchten Prozessrouten ist in Abbildung 39 gegeben. Die Bauteile werden von BMW mittels Röntgentomographie zerstörungsfrei geprüft und anschließend an der Universität Augsburg hinsichtlich Faservolumengehalt und Mikrostruktur geprüft. Die Faservolumengehaltsbestimmung erfolgt an Flanke und Bodenfläche mittels nasschemischer Verfahren. Die Laminatqualität wird an diesen Positionen durch Röntgencomputertomographie untersucht, an der Schikane mittels Mikroskopie.







Abbildung 39: Übersicht der Prozessrouten zum Umformkörper (Quelle: Brymerski, AUDI)

Die Untersuchungen des Faservolumengehaltes zeigen keine signifikanten Unterschiede bezüglich des Fasermassengehaltes von Boden- und Seitenfläche. Sehr wohl findet sich in den Bodenflächen jedoch eine um bis 3% höhere Porosität. Dies spiegelt sich auch in den Röntgen-CT Aufnahmen wieder. Abbildung 40 zeigt die Seitenfläche im Schnitt eines Probekörpers aus Bond Laminat Gewebe. Es ist im Vergleich zu Abbildung 41 der deutlich geringere Porenanteil zu erkennen.



Abbildung 40: CT-Aufnahme Seitenfläche



Abbildung 41: CT-Aufnahme Bodenplatte

Eine mögliche Ursache für die erhöhte Porosität in der Bodenplatte kann ein ungleiche Temperaturführung während des Umformprozess sein: Die Temperatur an der Bodenplatte ist nicht bis zum Aufbringen des Druckes ausreichend, so dass die Erstarrung bereits vorzeitig erfolgt und so keine ausreichende Konsolidierung erfolgt. Dabei müssen Poren nicht zwangsläufig im ursprünglichen Organoblech enthalten sein. Das Dekonsolidieren während





des Aufheizvorgangs ist ausreichend, um entsprechende Poren einzubringen. Wie auch aus Modellen zur De-Konsolidierung von glasfaserverstärkten Thermoplasten, beispielweise von Ye et al. [10], abgeleitet werden kann, tritt dieser Effekt bei den Geweben besonders stark auf.

Im Bereich der Krümmung der zentralen Nase zeigen sich erhebliche Unterschiede bezüglich der Laminatqualität. Während es am Außen- und Innenradius der Mehrwinkelverbunde zu massiven Faserbewegungen und Oberflächendefekten kommt, wie Abbildung 42 zeigt, zeigen sich beim unidirektionalen Verbund vor allem matrixreiche Bereiche an den Außenradien und eine gute Oberflächenqualität in den Innenradien (siehe Abbildung 43). Teilweise zeigen sich Poren innerhalb des Laminates, die auf eine zu niedrige Temperatur während des Aufbringens des Drucks hinweisen oder bereits im Organoblech enthalten waren.





Abbildung 42: Faserverschiebung im Mehrlagenverbund

Abbildung 43: Matrixansammlung im Außenradius

Demontratorbauteil "Universalprüfkörper"

Um die Umsetzung eines vollständig automatisierten Prozesses inklusive Aufheizen, Umformen und Hinterspritzen an cabonfaserverstärktem Polyamid-6 zu untersuchen hat Krauss-Maffei das Demontratorbauteil "Universalprüfkörper" im Rahmen des Projektes umgesetzt. Der Demonstrator besteht aus angespritzten Krafteinleitungselementen, die über einen Steg aus carbonfaserverstärktem Polyamid verbunden sind, wie in Abbildung 44 dargestellt. Für die Probekörper zur Untersuchung der Laminatqualität wurden lediglich die Stege gefertigt.







Abbildung 44: Konzeptskizze Demonstratorbauteil "Universalprüfkörper"

Bei der Auswahl der Ausgangslaminate wurden unterschiedliche Aufbauten und Tapehersteller berücksichtigt. Der Konsolidierungsgrad ist bis auf wenige größerer Poren im Laminat aus SGL Tape (Abbildung 45) recht hoch. Die Faserverteilung ist über die Probendicke bei Laminaten aus BASF und TCG Tape nicht homogen, die Rovingstruktur, die auch schon in den Tapes erhalten war, ist gut zu erkennen, wie Abbildung 46 am Beispiel des BASF Tapes zeigt.





Abbildung 45: Ausgangslaminat aus SGL Tape

Abbildung 46: Ausgangslaminat aus BASF Tape

Durch das Umformen werden einige Veränderungen im Laminat hervorgerufen. Aufgrund des Polymerfließens beim Umformen kommt es im Bereich der Außenradien zu einem Aufdicken der 0°-Laminatschichten, während es im Bereich der Innenradien zu einer Abnahme der Schichtdicke kommt (Abbildung 47). Insgesamt nimmt die Dicke des Laminats an diesen Stellen zu. Dies kann zu einer Änderung im Faservolumengehalt führen, wie Abbildung 48 zeigt. Die Homogenität der Faserverteilung ist in diesen Bereichen häufig gestört.









Abbildung 47: Untere Krümmung

Abbildung 48: Obere Krümmung

Neben der Verschiebung der Fasern innerhalb der 0° Lagen, kommt es in Abhängigkeit der Prozessparameter zu Delaminationen bzw. De-Konsolidierung innerhalb der Krümmung. So



zeigt das Laminat in Thomas Schlech

Krümmuna oben

Abbildung 49 Porosität innerhalb und zwischen den Lagen, sowie eine erhöhte Oberflächenrauheit im Bereich des Außenradius. Der Innenradius zeigt gute Oberflächeneigenschaften. Es ist daher naheliegend, dass das Material auf der Innenseite im schmelzflüssigen Zustand Kontakt zur Werkzeugoberfläche hatte, während das Material auf der Oberseite schon deutlich kühler war.







Abbildung 49: Auswirkungen ungünstiger Abbildung 50: An Prozessparameter

Abbildung 50: Anspritzstelle Hohlkörper

Ergänzend zum Universalprüfkörper stellte KraussMaffei Proben eines Hohlkörper-Demonstrators bereit, mit dem der Einfluss von Fließfronten beim Anspritzen auf das Laminat untersucht wurde. Abbildung 50 gibt eine gute Übersicht über typische Defekte im Demonstrator. Im Bereich der Fließfront kommt es zu einem Ausschwemmen der 0°-Lage; die Fasern werden aus der Fügezone in die umliegende Bereiche gedrückt. In Bereichen, in denen der aufgebrachte Druck nicht gehalten werden kann, kommt es zu De-Konsolidierung, die hier in oberflächenahen Schichten zu beobachten ist. Insgesamt werden die Lagen komprimiert, wodurch der Faservolumengehalt lokal variiert. Um den Einfluss der Defekte, die durch das Anspritzen hervorgerufen werden auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen, wurden aus dem Höhlkörperdemonstrator 4-Punkt-Biegeprüfkörper präpariert und getestet. Eine Zusammenfassung der mechanischen Eigenschaften aus dem 4-Punkt-Biegeversuch sind in

Abbildung 51 zu sehen.









Abbildung 51: Übersicht Biegeversuch



Insbesondere die Festigkeit korreliert gut mit der Qualität des Laminates. Während es bei KM1 zu massiver Porenbildung in der Decklage und teilweise kompletter Ablösung der innersten 0°-Lage kommt, zeigt KM6 bis auf kleinere Poren im Krümmungsbereich und Variation der Lagendicke kaum Defekte. Neben dem Fließkanal ist auch der Übergang von carbonfaserverstärktem Laminat und Spritzgussmasse eine kritische Position. Wie Abbildung 52 zeigt, kann es hier bei unpassender Prozessführung zum Ausschwemmen der 0°-Lagen und Porenbildung kommen.

Vom Tape zum Bauteil

Es konnte gezeigt werden, dass der Herstellungsprozess von carbonfaserverstärkten Bauteilen ausgehend vom unidirektional verstärktem Tape über den Zwischenschritt der konsolidierten Organobleche über automatisierte Herstellungsrouten zu hochwertigen Bauteilen führen kann, wenn besondere Rücksicht auf die Prozessparameter genommen wird. Die Bauteilqualität hängt massiv von der Druck-Temperatur-Historie während des Umform- bzw. Konsolidierungsprozesses ab. Dies gilt insbesondere auch auf lokaler Ebene. Erstarrte Stellen, die bei vorzeitigem Kontakt des Laminates im schmelzflüssigen Zustand mit der kalten Werkzeugwand entstehen, verhindern eine vollständige Konsolidierung des Laminates und vermindern entsprechend die mechanischen Eigenschaften des Bauteils. Besonderes Augenmerk ist auf die Fügezonen zwischen Laminat und Spritzgussmasse zu legen: Zu hohe Scherkräfte können zu einem Ausschwemmen von Carbonfasern führen und die Homogenität des Faservolumengehalts massiv stören.

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





Es hat sich gezeigt, dass die durch die Projektpartner bereitgestellten Tapes in vielen Fällen gleichauf mit dem Benchmarktape von Ticona sind. Zum heutigen Zeitpunkt erscheint eine adäquate Prozessführung ein um ein vielfach höheren Einfluss auf die Bauteilqualität zu haben, als das eingesetzte carbonfaserverstärkte PA-6 Tape.

2.1.2 Langzeiteigenschaften

In Zusammenarbeit mit den Projektpartnern AUDI, BMW, BASF und SGL wurde für die Charakterisierung der Kriecheigenschaften von carbonfaserverstärktem Polyamid-6 ein Versuchsprogramm ausgearbeitet. Es sieht vor die statischen Querzug- und In-plane Schubeigenschaften bei -30°C, 23°C, 80°C und 120°C zu bestimmen und Anhand des Spannungs-Dehnungsverhaltens die Spannungslevels für die Kriechversuche festzulegen. Als Bezugsgröße dient hier die Festigkeit des Materials auf die jeweilige Beanspruchungsform.

Zur Herstellung der Prüfkörper stellte BASF carbonfaserverstärkte Polyamid-6 Tapes bereit. Die Tapes verarbeitete Fraunhofer FIL mit Hilfe der FiberForge Anlage und einem 2-stufigen Konsolidierungsprozess zu unidirektionalen bzw. ±45° Laminaten. Die Probekörper wurden entsprechend den Vorgaben nach DIN EN ISO 527-5 bzw. DIN EN ISO 14129 präpariert. Für die Untersuchung der Kriecheigenschaften in Faserrichtung werden unidirektionale Platten an der Universität Augsburg in einer Heizpresse gepresst.

Die Entnahme der Probekörper erfolgte mit einer wassergekühlten Diamantsäge und die Proben wurden mindestens für 72h im Vakuumofen bei 50°C getrocknet und innerhalb von 4h Stunden nach der Entnahme aus dem Ofen geprüft. Die Proben wurden mit einem Speckle-Muster versehen, um digitale Bildkorrelation zur Dehnungsmessung verwenden zu können.

Statische Versuche

Die Bestimmung der statischen Querzugeigenschaften bei -30°C, 23°C, 80°C und 120°C erfolgt nach DIN EN ISO 527-5 an den bereitgestellten unidirektionalen Laminaten. Die Prüfungen erfolgten unter Zuhilfenahme eines optischen Wegaufnehmers (VideoXtens) in einer temperaturgeregelten Klimakammer. Temperaturen unterhalb der Raumtemperaturen werden dabei mit Hilfe von kalten Stickstoffgas, Temperaturen über der Raumtemperatur durch einen Umluftofen realisiert. Es wurde bei den Versuchen auf eine ausreichende Thermalisierung der Proben geachtet.





Fertigungsbedingt zeigen die Laminate eine Krümmung, die den Dehnungsverlauf insbesondere bei der Messung über ein optisches System verzerrt. Um die Auswirkungen der Plattenkrümmung zu minimieren, wurden die Messungen mit einer Vorkraft von 2MPa durchgeführt.



Abbildung 53: Spannungs-Dehnungs-Diagramm für die Querzugeigenschaften

Die Spannungs-Dehnungsdiagramme der Querzugversuche sind in Abbildung 53 abgebildet. Es ist zu erkennen, dass die mechanischen Kennwerte E-Modul und Festigkeit mit steigender Temperatur deutlich abnehmen. Insbesondere der Sprung zwischen Raumtemperatur (23°C) und 80°C ist erheblich, da hier das Material den Glasübergang durchläuft. Eine Übersicht der Ermittelten Kennwerte ist in Tabelle 8 aufgeführt. Sie zeigt, dass das Modul von 4,8 GPa bei -30°C auf 1,0 GPa bei 120°C abfällt während die Festigkeit von 26,7 MPa auf 9,25 MPa sinkt. Bei Raumtemperatur zeigten das zur Verfügung gestellte Material eine Festigkeit von 22,8 MPa, was deutlich unter den Werten von carbonfaserverstärktem Polyamide-6 aus Ticona (32,3±1,5 MPa) bzw. SGL (31,3±1,5 MPa) Material liegt (vgl. Messungen am LCC), die in einer Heizpresse zu Organoblechen verarbeitet wurden.

Temperatur [°C]	Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]
-30	4,8±0,1	26,7±1,5
23	4,1±0,1	22,8±0,8
80	1,4±0,1	13,0±0,5
120	1,0±0,1	9,3±0,3

Tabelle 8: Übersicht der statischen Kennwerte der Querzugversuche

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





Die Bestimmung der In-plane Schubeigenschaften erfolgte nach DIN EN ISO 14129 für die Temperaturen -30°C, 23°C, 80°C und 120°C im getrockneten Zustand. Die Erfassung von Längs- und Breitendehnung erfolgt über ein optisches Extensometer (VideoXtens). Schubspannung und Schubdehnung wurden anhand der Definitionen in der Norm berechnet und sind im Schubverformungs-Schubspannungs-Diagrammen in Abbildung 54 gezeigt.





Abbildung 55: Ergebnisse AE

Wie zu erwarten war nehmen die Schubkennwerte mit steigender Temperatur und Erweichung der Matrix deutlich ab, insbesondere im Bereich der Glasübergangstemperatur ist dieser Effekt deutlich ausgeprägt. Die Kennwerte sind in Tabelle 9 zusammengefasst. Die Schubfestigkeit ergibt sich dabei aus der Schubspannung, die zu einer Schubverformung von 5% führt. Dies ist nicht zwangsläufig zeitgleich mit dem Bruch der Probe.

Temperatur [°C]	Schubmodul [GPa]	Schubfestigkeit [MPa]
-30	1,9±0,1	41,2±1,5
23	1,8±0,1	33,1±1,1
80	0,55±0,03	13,3±0,6
120	0,30±0,01	9,2±0,5

Tabelle 9: Übersicht Schubkennwerte

Um eine zeitlich aufgelöste Aussage über die Schädigungsmechanismen treffen zu können, die während einem In-Plane Schubversuch stattfinden, wurden die Tests bei Raumtemperatur unter Begleitung von Schallemissionsanalyse durchgeführt. Eine Analyse der während des Versuchs auftretenden Schallsignale lässt eine Zuordnung von Versagenmechanismen während des Versuchs zu. So zeigt sich (Abbildung 55), dass bei einem Lastlevel von 80%





der normgerechten Festigkeit das Laminat kaum Schädigungen erfährt, Lasten zwischen 80% und 110% zu Matrix und Interface Versagen führen und erst bei Spannungen über 110% erste Faserschädigungen eintreten.

Kriechversuche

Carbonfasern zeigen im untersuchten Temperaturintervall bis 120°C ein rein elastisches Verhalten und damit kein Kriechen. Es ist daher zu erwarten, dass auch ein unidirektionales Laminat in Faserrichtung kein Kriechen zeigt. Um hier einen entsprechenden Nachweis zu liefern wurden Kriechversuche bei 120°C und einer Spannung von 700MPa durchgeführt, die als Härtefall für das Kriechen identifiziert wurden.

Normgerechte Zugprüfung für unidirektionale carbonfaserverstärkte Polymere sieht eine Verstärkung der Proben im Bereich der Krafteinleitung durch Aufbringen von Aufdopplern vor, um ein homogene Lasteinleitung zu gewährleisten und eine Versagen im Prüfbereich zu forcieren. Für die Aufbringung von Aufdopplern wurden verschiedene Fügetechniken diskutiert und getestet, jedoch keine praktikable Lösung gefunden, die den anhaltenden Scherspannungen und Temperaturen beim unidirektionalen Zugversuch standhalten. Da die Prüfung jedoch unterhalb der Festigkeitswerte des Laminates stattfindet ist es für die Kriechversuche ausreichend, wenn gewährleistet ist, dass das Spannungsfeld im Prüfbereich homogen ist und die Probe während des Versuchs nicht vorzeitig im Bereich der Krafteinleitung versagt.



Abbildung 56: Spannungszustandes bei Kriechversuch mit Last in 0°-Richtung





Statische Versuche und die Auswertung der Spannungsfelder im Prüfbereich zeigen, dass sich die Probe bei 700 MPa im linearen Bereich der Spannungs-Dehnungskurve bewegen (siehe **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**) und dass das Dehnungsfeld im Prüfbereich homogen ist (siehe Abbildung 56). Eine Auswertung der Spannungs-Dehnungskurven ergibt ein Zugmodul von 97,3±6,0 GPa und eine Festigkeit von 1,61±0,08 MPa. Dies ist mit den 0° Zugversuchen bei Raumtemperatur an Ticona und SGL Material vergleichbar (vgl. Messungen des LCC). Eine Durchführung von Kriechversuchen bei 700 MPa an den Probekörpern ohne Aufdoppler ist daher gerechtfertigt.



Abbildung 57: Spannungs-Dehnungs-Diagramm 0°

Kriechprüfungen an unidirektionalem carbonfaserverstärktem Polyamid-6 bei 120°C und 700 MPa Spannung führen zu elastischen Dehnungen im Bereich von ca. 0,635% und Spannungsvariationen im Bereich von 0,0125% über eine Messdauer von 120 h Die statistische Fluktuation der Spannung ist mit einer Schwingung überlagert, wie in Abbildung 58 gezeigt, die in etwa einem Tag entspricht. Der Verlauf der Dehnung korreliert stark mit dem Verlauf der tageszeitabhängigen Temperatur im Labor. Die Auswertung der Kriechrate erfolgte daher unter Berücksichtigung der Temperaturschwankungen im Labor. Unter der Annahme, dass die Schwankung proportional zur Temperaturdifferenz Δ T und sich die Kriechrate linear zur Zeit t entwickelt, wurden die Kriechdehnung mittels einem Optimierungsverfahren bestimmt. Dabei wurden die Proportionalitätskonstante zwischen Temperatur und Dehnung, sowie Kriechrate und elastische Dehnung angepasst. Es ergibt sich bei 120°C und 700 MPa eine Kriechrate in Faserrichtung von 6,2±0,8 10⁻⁸ h⁻¹.









Abbildung 58: Dehnung Kriechversuch 0° (digitale Bildkorrelation)

Abbildung 59: Auswertung Kriechverhalten unter Berücksichtigung der Temperaturschwankung

Für die Belastung quer zur Faserrichtung wurde ausgehend von den statischen Versuchen die Spannungslevel mit den Projektpartner auf 65%, 75% und 85% der jeweiligen temperaturspezifischen Festigkeit festgelegt. Die Kriechversuche werden bis zum Versagen der Probe durchgeführt oder falls kein Versagen eintritt nach max. 100 h Kriechzeit abgebrochen. Die Spannungslevel wurden mit einer Genauigkeit von mindestens 0,5 MPa angefahren. Die experimentellen Werte sind in Tabelle 10 aufgeführt.

Temperatur		LEVEL 1 (65%)	LEVEL 2 (75%)	LEVEL 3 (85%)
23°C	22,8 MPa	14,40 MPa	16,65 MPa	19,23 MPa
80°C	13,0 MPa	8,35 MPa	9,75 MPa	11,03 MPa
120°C	9,25 MPa	5,98 MPa	6,80 MPa	7,82 MPa

Tabelle 10: Spannungslevels der Kriechprüfversuche in Querzugbelastung

Die Dehnungen der Kriechversuche bei 23°C sind in Abbildung 60 gezeigt. Es zeigt sich zu Beginn des Versuchs ein rascher Anstieg der Dehnung, was auf die elastische Antwort des Materials zurückzuführen ist. Wie zu erwarten nimmt die Dehnrate schnell ab und nähert sich nach einiger Zeit einem konstantem Wert. Der Versuch endet mit dem Versagen der Probe. Wie man deutlich sieht, sind die Kriechzeiten bis zum Versagen der Probe mit unter 5 h sehr gering, auch wenn Spannungen deutlich unter der statischen Festigkeit des Materials angelegt werden. Die Probe bei einer Spannung von 85% der Festigkeit versagt bereits nach etwa 40 min. Das Dehnungs-Zeit-Verhalten ist hier noch nicht im linearen Bereich und eine







Auswertung der Kriechrate somit nicht möglich. Während bei einer Laststufe von 65% das Material nach ca. 2 h versagt, zeigt das Material bei 75% eine Kriechdauer von über 4 h. Eine große Streuung der Versagenszeitpunkte bei Kriechversuchen ist jedoch nicht unüblich.



Abbildung 60: Kriechversche 23°C

Entsprechend den Versuchen bei 23°C wurden Versuche bei 80°C und 120°C durchgeführt. Die Dehnungen der Versuche sind in Abbildung 61 und Abbildung 62 gezeigt. Auch hier zeigt sich, dass die Kriechzeiten bis zum Versagen für die gewählten Zeiten im einstelligen Stundenbereich liegen. Insbesondere die Probe bei 120°C und 85% Belastung versagt bereits in Minutenbruchteilen.







46

Die Charakterisierung der Kriecheigenschaften in Querzugbelastung am unidirektionalen Verbund bringt einige Herausforderungen an das bereitgestellte Material mit sich. Zum einen kann die Spannungsverteilung über die Plattendicke inhomogen verlaufen, falls die Probe-



körper eine Krümmung aufweisen, zum anderen kommt es an Defekten oder Faseragglomerationen zu Spannungserhöhungen, die maßgeblich die Kriechdehnungen beeinflussen. Da sich bereits während den statischen Prüfungen gezeigt hat, dass die Platten eine Krümmung aufweisen ist eine homogene Kraftverteilung über die Probedicke nur eingeschränkt gegeben. Zusätzlich ist aus den Untersuchungen zur Tapelegetechnologie bekannt, dass eine inhomogene Faserverteilung zu Faseragglomerationen in den Laminaten führen kann. Insbesondere bei der Kriechprüfung kann dies zu einer lokalen Dehnungsüberhöhung und anschließendem Versagen führen. Da die Querzugproben keinen Mehrwinkelverbund darstellen können die Defekte auch nicht von angrenzenden Schichten kompensiert werden und so kommt es zum Totalversagen des Probekörpers. Ultraschallprüfung (Beispielmessung siehe Abbildung 63) während der Eingangsprüfung, sowie die reduzierten Querzugfestigkeiten bei der statischen Prüfung unterstützen diese These.







Die Kriechprüfungen in in-Plane Schubkonfiguration wurden bei den Laststufen 80%. 100% und 110% der Schubspannungslevels bei einer Schubdehnung von 5% durchgeführt. Diese Werte wurden aufgrund der Schallemissionsanalyse bei der statischen Kennwertermittlung gewählt. Die tatsächlich experimentell erreichten Schubspannungen sind in Tabelle 11 zusammengefasst.







Temperatur	80%	100%	110%
23°C	26,7MPa	33,4MPa	36,8MPa
80°C	10,6MPa	13,2MPa	14,5MPa
120°C	7,3MPa	9,1MPa	10,0MPa

Tabelle 11: Übersicht Schubkennwerte

Die zeitabhängige Dehnung bei den unterschiedlichen Spannungslevel ist für 23°C in Abbildung 64 gezeigt. Die mechanische Antwort der Laminate auf konstante Spannungen lässt sich untergliedern in eine anfängliche elastische Dehnung, anschließend einen Bereich in dem die Dehnrate kontinuierlich abfällt bis sie schließlich einen konstanten Wert annimmt. In den Versuchsdaten ist dies nach etwa 10 h der Fall. Gerade zu Beginn des Kriechversuchs sind die Dehnraten sehr hoch, so dass die Dehnung die aus den statischen Versuchen erwartete Dehnung bei weitem übersteigt.



Abbildung 64: Kriechdehnung Raumtemperatur

Das Kriechverhalten bei 80°C und 120°C lässt sich phänomenologisch in die gleichen Abschnitte einordnen (siehe Abbildung 65 und Abbildung 66), wie beim Kriechen bei Raumtemperatur: zunächst erfolgt eine elastische Antwort, gefolgt von einer abnehmenden Kriechrate, die nach etwa 10 h einen konstanten Wert annimmt. Im Vergleich zu den Raumtemperaturversuchen sind die absoluten Spannungen deutlich geringer gewählt, weshalb die Dehnungen deutlich geringer ausfallen. Es ist anzumerken, dass die relativen Spannungswerte für die Spannungslevels aus den Versuchen für Raumtemperatur abgeleitet wurden, da eine Schallemissionsanalyse unter erhöhter Temperatur bei den statischen Versuchen nicht vorgesehen war.









Abbildung 65: Kriechdehnung 80°C

Abbildung 66: Kriechdehnung 120°C

Die Kriechraten in In-plan Schubversuchen betragen selbst bei Raumtemperatur und Schubspannungen um den Bereich 25-35 MPa zwischen 2,6 10⁻⁴ h⁻¹ und 8,0 10⁻⁴ h⁻¹ und sind damit um 4 Zehnerpotenzen höher als in Faserrichtung.

Neben den Kriechversuchen zur Bestimmung der Kriechdehnung anhand von ausgewählten Umwelt- und Lastbedingungen, wurden Modellen zur Langzeitvorhersage von Kriecheigenschaften – insbesondere das Zeit-Temperatur-Überlagerungsprinzip (TTS) – untersucht.

Für eine Anwendung des TTS ist Voraussetzung, dass das Material linear viskoelastisches Materialverhalten zeigt. Ein Nachweis linearer Viskoelastizität erfolgt mit Hilfe sogenannter isochroner Spannungs-Dehnungsdiagramme. Hierbei ist die Dehnung bei gleichen Zeiten für verschiedene Spannungslevels aufgetragen. Lineare Viskoelastizität liegt dann vor, wenn sich die Dehnungen für unterschiedliche Spannungen linear verhalten. Am Beispiel der Schubversuche ist ein solches Diagramm mit linearem Spannungs-Dehnungsverlauf bei 120°C und 20 min Kriechzeit gezeigt. Die Annahme eines linear viskoelastischen Materialverhaltens ist daher bis mindestens 3,25 MPa gerechtfertigt.







Abbildung 67: Isochores Spannungs-Dehnungsdiagramm für 120°C und 20 min

Das TTS zeichnet sich dadurch aus, dass sich durch eine Erhöhung der Versuchstemperatur die Dynamik der Umlagerungsprozesse im Polymer beeinflussen lässt und so durch höhere Versuchstemperaturen Aussagen über längere Zeiträume möglich sind. Ein typisches Versuchsprogramm sieht Kriechversuche bei unterschiedlichen Temperaturen für einen kurzen Zeitraum vor und eine anschließende Verschiebung der Kriechnachgiebigkeit hinsichtlich der Zeitskala. Anschließend kann die Vorhersage des TTS mittels eines Langzeitkriechversuches verifiziert werden.

Die Kriechnachgiebigkeiten für die Querzugversuche sind von 70°C bis 120°C in Abbildung 68 gezeigt. Die Versuche wurden bei einer Spannung von 3,25 MPa durchgeführt, da bis zu diesem Spannungswert linear viskoelastisches Materialverhalten nachgewiesen wurde. Die Versuchsdauer betrug dabei jeweils 30 min. Durch Verschiebung der Kriechnachgiebigkeit auf der Zeitachse lässt sich eine Masterkurve für 70°C erstellen, wie sie in Abbildung 69 gezeigt ist. Die Überlagerung ergibt eine Vorhersagedauer von ca. 10¹⁰ min, was einer Zeit von einigen tausend Jahren entspricht. Die Verschiebungsfaktoren zeigen eine Abhängigkeit von der Temperatur, die der Arrhenius-Gleichung folgt. Ein Vergleich zwischen Masterkurve und Langzeitkriechversuch (ca. 48 h) zeigt jedoch nur zu Beginn des Versuchs eine Überlappung der Kriechnachgiebigkeit. Die Vorhersagekraft des TTS ist daher für diesen Lastfall stark beschränkt.







Abbildung 68: Kriechnachgibigkeiten Quer- Abbildung 69: Masterkurve und Langzeitzugversuch für das TTS Prinzip kriechversuch

Analog zu den Querzugversuchen wurden Versuche für das TTS in In-plane Schubversuche bei einer Spannung von 3,25 MPa durchgeführt. Die Kriechnachgiebigkeit sind in Abbildung 70 gezeigt. Auch hier wurde durch Verschiebung der Kriechnachgiebigkeit eine Masterkurve für 70°C erstellt. Die Überlagerung eines Kriechversuches über 3 Tage zeigt eine sehr gute Übereinstimmung mit der Vorhersage des TTS Prinzips, wie Abbildung 71 zeigt. Die Verschiebungsfaktoren folgen dabei einer Arrhenius-förmigen Temperaturabhängigkeit.







Für die praktische Anwendung ist die Kriechneigung bei Raumtemperatur ausschlaggebend. Es wurden daher Kriechversuche zwischen 30°C und 70°C durchgeführt, die jedoch eine besondere Herausforderung für die Klimabedingungen innerhalb des Prüfraumes darstellen, da hier die Luftfeuchtigkeit möglichst weit reduziert werden muss, um eine Wasseraufnahme

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





des Prüfkörpers während der Prüfung zu verhindern. Dies wurde mit einer Stickstoffspülung erreicht. Für diese zusätzlichen Versuche standen am Ende des Projektes keine Prüfkörper aus ±45° Laminaten mehr zu Verfügung.

Die Kriechnachgiebigkeiten lassen sich für die Temperaturen von 30°C bis 70°C für eine Spannung von 6 MPa zu einer Masterkurve vereinen. Die Temperaturabhängigkeit der Verschiebungsfaktoren zeigt wie zu erwarten war im Bereich der Glasübergang eine Änderung in der Aktivierungsenergie der Umlagerungsprozesse. Allerdings ist auch hier die Überlagerung zwischen Langzeitversuch (ca. 72 h) und den Vorhersagen des TTS nur im Bereich weniger Stunden erfolgreich.





Abbildung 72. Zeit-Temperatur-Superposition zur Erstellung einer Masterkurve für Raumtemperatur

Abbildung 73: Arrheniusplot der Verschiebungsfaktoren

Ausgehend von den Ergebnissen des Prüfprogramms erscheint eine Anwendung des TTS für die Versuche in In-Plane Schubkonfiguration plausibel, während die Ergebnisse der Querzugversuche deutlich die Vorhersagekraft des TTS in Zweifel ziehen. Erwartungsgemäß sollten matrixdominierten Kennwerte, wie die Querzugeigenschaften, eher durch das TTS beschreibbar sein, als faserdominerte, da das TTS bereits ein einer Vielzahl von Polymersystemen erfolgreich angewandt wurde. Die erzielten Ergebnisse widersprechen diesen Erwartungen und so liegt die Schlussfolgerung nahe, dass eventuelle Abweichungen der Langzeitversuche von den Vorhersagen des TTS auf die hohe Defektdichte in den unidirektionalen Laminaten zurückzuführen ist. Die erhöhte Kriechneigung der Langzeitversuch lässt sich durch Spannungsüberhöhungen im Bereich der Defekte erklären, die auf längerer Zeitskala

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast

_





zu überproportionalem Kriechen führen. Innerhalb eines multiaxialen Geleges werden überproportionale Dehnungen durch die anliegenden Laminatschichten abgemildert.

2.1.3 Lokal verstärkte Strukturen

In AP2.6. hat die Universität Augsburg unterstützende Aufgaben vor allem im Bereich der Mikroskopie übernommen. Insbesondere war hier der Fokus auf der Darstellung der Gefügezusammensetzung zwischen Epoxid-Matrix und aufgebrachten Thermoplastschichten um spätere Fügeprozesse zu ermöglichen. Im Rahmen von Licht-, Rasterkraft- und Elektronenmikroskopie und entsprechender phasensensitiver Ätzprozesse konnte gezeigt werden, dass sich immer Bereich der Thermoplast-Epoxid-Grenzfläche eine Durchmischungszone entwickelt. Innerhalb der Diffusionszone ändern sich das Modul der Matrix sukzessive, wie mittels Nanoindentaion gezeigt werden konnte (Abbildung 74). Eine Abschätzung der Dicke der Interphase ist somit möglich. Ausgehend vom Expoxidsystem nimmt die Größe der Thermoplastausscheidungen zur die Thermoplastschicht hinzu. Vergleichbare Effekte wurden bereits von Ramos et al. [6] für Grenzflächen zwischen Epoxidharz und Thermoplast (aPS, sPS und PPS) aufgezeigt. Es zeigt sich, dass die Carbonfasern dabei als Diffusionsbarriere wirken können, wie in Abbildung 75 zu sehen ist.



Abbildung 74: Entwicklung der mechanischen Eigenschaften der Interphase



Abbildung 75: Interphase Thermoplast -Duroplast

Ein Anwendungsfall für die Thermoplastschichten ist die Aufbringung von thermoplastischen Krafteinleitungskomponenten mittels Vibrationsschweißen. Ein entsprechender Probekörper ist in Abbildung 76 dargestellt. Man sieht oben das thermoplastische Krafteinleitungselement das auf dem carbonfaserverstärktem Grundlaminat samt Thermoplastfolie aufbracht ist. In

Abschlussbericht des Verbundvorhabens MAI Plast





der Fügezone ist etwas Überschuss der Thermoplastmasse zu erkennen. Im Querschnitt (Abbildung 77) ist zu erkennen, dass die Fügezone nicht über die komplette potenzielle Kontaktfläche ausgebildet ist. Die Fügezone beschränkt sich auf einen Ring im Außenbereich. In Abhängigkeit von der Dicke der Thermoplastfolie und den Prozessparametern variiert die Qualität der Fügung, wie im Schlussbericht von EADS Innovation Works aufgeführt ist.

Die Röntgencomputertomographie hat sich hierbei als Methode der Wahl etabliert, um die Laminatgüte, die Thermoplastschichtdicke und die räumliche Ausdehnung der Fügezone zu untersuchen.



Abbildung 76: 3D-Ansicht eines Krafteinleitungselement aus der Röntgen-Computertomographie



Abbildung 77: Querschnitt durch die Fügezone







2.2 Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit

Das AMU der Universität Augsburg stärkt durch die erhaltenen Untersuchungsergebnisse seine Kompetenzen auf dem Gebiet der Materialanalyse und Prozesstechnologie von Faserverbundwerkstoffen und vergrößert damit seine Kooperationsfähigkeit mit regionalen Firmen der Luft- und Raumfahrt, Automobilindustrie und des Maschinenbau. Die Nutzung der erarbeiteten Prüfmethoden geht dabei in die weitere wissenschaftliche Arbeit ein.

Durch die systematische Erforschung der Materialeigenschaften thermoplastischer Prepregsysteme wird ein erheblicher Beitrag in der Grundlagenforschung der Faserverbundwerkstoffe geliefert. Durch die Erschließung der Zusammenhänge von Prozessbedingungen, mechanischen und thermophysikalischen Werkstoffeigenschaften lassen sich Produktionsprozesse von interessierten Anwendungspartnern optimieren. Durch die enge Vernetzung von Forschungseinrichtungen und Industrieunternehmen ist damit ein direkter Transfer dieser Erkenntnisse nach Projektende möglich. Langfristig wird durch die Anpassung von Matrixsystemen an schnellere Prozesszeiten erst ein wirtschaftlicher Einsatz der Materialklasse thermoplastischer Faserverbundwerkstoffe ermöglicht.

2.3 Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Neben den im Projekt untersuchten Herstellungsrouten für die Tapeherstellung (Filmstacking, Pulverimprägnierung und Pultrusion) zeigen aktuelle Forschungsergebnisse, dass es möglich ist Fasern mittels VARTM (Vacuum Assisted Resin Transfer Moulding) und In-Situ Polymerisation von epsilon-Caprolactam zu imprägnieren und porenarme Composite herzustellen [1,2].

Aktuelle Literatur [8] zeigt, dass auf dem Gebiet des Fügens Epoxy-Thermoplast im Bereich des Ultraschallfügens weiterhin Fortschritte gemacht werden, Eine aktuelle Übersicht über die Entwicklung in diesem Forschungsbereich gibt das Review von Shigiang et al. [8].

2.4 Veröffentlichungen des Ergebnisses

Teilweise wurden Ergebnisse für MAI Plast im Rahmen von an der Universität Augsburg betreuten Abschlussarbeiten erzielt. Hierbei sind folgende Arbeiten zu nennen:

 A. Manski: Untersuchung des Kriechverhaltens von carbonfaserverstärkten Thermoplasten durch Anwendung des Zeit-Temperatur-Superpositionsprinzips an CF/PA6. Masterarbeit, Universität Augsburg, Augsburg 2015







- M. Müller: Charakterisierung des Langzeitverhaltens des Faser-Kunststoff-Verbunde aus Kohlenstofffasern und Polyamid 6. Masterarbeit, Universität Augsburg, Augsburg 2015
- 3. S. Umbrich: Ermittlung der interlaminaren Scherfestigkeit carbonfaserverstärkter PA 6-Organobleche. Bachelorarbeit, Universität Augsburg, Augsburg 2015
- 4. T. Schlech: Rauheitsuntersuchung zur Charakterisierung der Mikrostruktur von Polyamid-6. Bachelorarbeit, Universität Augsburg, Augsburg 2014
- 5. M. Korkisch: Bestimmung der Kristallinität von carbonfaserverstärktem Polyamid-6 mittels XRD und DSC. Bachelorarbeit, Universität Augsburg, Augsburg 2014

Des Weiteren wurden die Projektergebnisse im Rahmen von internationalen Tagungen veröffentlicht:

Guglhoer, T., Manger, F., Sause, M.G.R.: *Quantification of local fiber distribution for optimization of tape laying techniques* In: ECCM16- 16th European conference on composite materials. pp. 1–9., Sevilla, Spain (2014).

Guglhoer, T., Korkisch, M., Sause, M. G. R.: *Influence of carbon fibres on the crystallinity of Polyamide-6* In: ICCM20 - 20th International conference on composite materials. Pp. 1-7., Copenhagen, Denmark (2015).

Guglhoer, T., Sause, M.G.R.: *Deconsolidation and reconsolidation of carbonfiber reinforced Polyamide-6* In: ECCM17- 17th European conference on composite materials, Munich, Germany (2016). (abstract accepted)

Es ist außerdem geplant, Ergebnisse die im Rahmen des MAI Plast Projektes entstanden sind in einer Dissertation (T. Guglhoer) zu verwenden.

Schutzrechte sind während des Projektes beim AMU keine entstanden bzw. genehmigt worden.







Literatur:

[1] Ben, Goichi; Hirabayashi, Akiko; Sakata, Kazuhiro; Nakamura, Koichi; Hirayama, Norio (2015): Evaluation of new GFRTP and CFRTP using epsilon caprolactam as matrix fabricated with VaRTM. In: *Science and Engineering of Composite Materials* 22 (6).

[2] Ben, Goichi; Sakata, Kazuhiro (2015): Fast fabrication method and evaluation of performance of hybrid FRTPs for applying them to automotive structural members. In: *Composite Structures* 133, S. 1160–1167.

[3] Botelho, E. C.; Figiel, Ł.; Rezende, M. C.; Lauke, B. (2003): Mechanical behavior of carbon fiber reinforced polyamide composites. In: *Composites Science and Technology* 63 (13), S. 1843–1855.

[4] Khanna, Y. P.; Kuhn, W. P. (1997): Measurement of crystalline index in nylons by DSC: Complexities and recommendations. In: *J. Polym. Sci. B Polym. Phys.* 35 (14), S. 2219–2231.

[5] La Carrubba, V.; Brucato, V.; Piccarolo, S. (2002): Phenomenological approach to compare the crystallization kinetics of isotactic polypropylene and polyamide-6 under pressure. In: *J. Polym. Sci. B Polym. Phys.* 40 (1), S. 153–175.

[6] Ramos, Jose Angel; Blanco, Miren; Zalakain, Iñaki; Mondragon, Iñaki (2009): Nanoindentation study of interphases in epoxy/amine thermosetting systems modified with thermoplastics. In: *Journal of Colloid and Interface Science* 336 (2), S. 431–437.

[7] Shiqiang Deng; Luke Djukic; Rowan Paton; Lin Ye (2015): Thermoplastic—epoxy interactions and their potential applications in joining composite structures – A review. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 68, S. 121–132.

[8] Villegas, Irene Fernandez; Rubio, Pablo Vizcaino: HIGH-TEMPERATURE HYBRID WELDING OF THERMOPLASTIC (CF/PEEK) TO THERMOSET (CF/EPOXY) COMPOSITES. In: 20th International Conference on Composite Materials, S. 1–9.

[9] Yang, F.; Pitchumani, R. (2001): A fractal Cantor set based description of interlaminar contact evolution during thermoplastic composites processing. In: *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE* 36 (19), S. 4661-4671.

[10] Ye, L.; Lu, M; Mai, Y. (2002): Thermal de-consolidation of thermoplastic matrix composites – I. Growth of voids. In: Composites Science and Technology 62 (16), S. 2121-2130

