

# IVW - Schriftenreihe Band 41

Institut für Verbundwerkstoffe GmbH - Kaiserslautern

---

Andreas Wöginger

Prozesstechnologien zur Herstellung  
kontinuierlich faserverstärkter  
thermoplastischer Halbzeuge

Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Herausgeber: Institut für Verbundwerkstoffe GmbH  
Prof. Dr.-Ing. Alois K. Schlarb  
Erwin-Schrödinger-Straße  
TU Kaiserslautern, Gebäude 58  
67663 Kaiserslautern

Verlag: Institut für Verbundwerkstoffe GmbH

Druck: Technische Universität Kaiserslautern  
ZBT – Abteilung Foto-Repro-Druck

D 386

© Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, Kaiserslautern 2004

Alle Rechte vorbehalten, auch das des auszugsweisen Nachdrucks, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe (Photographie, Mikroskopie), der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und das der Übersetzung.

Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany.

ISSN 1615-021X  
ISBN 3-934930-37-9

**Prozesstechnologien zur Herstellung kontinuierlich faserverstärkter  
thermoplastischer Halbzeuge**

Beim Fachbereich für Maschinenbau und Verfahrenstechnik  
der Universität Kaiserslautern  
am 09.04.2003 eingereichte Dissertation  
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

vorgelegt von

Andreas Wöginger

aus Mannheim

D 386



## Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand in den Jahren 1997 bis 2002 während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Institut für Verbundwerkstoffe GmbH (IVW) in der Abteilung Verarbeitungstechnik.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. M. Neitzel, Geschäftsführer des IVW, für das mir entgegengebrachte Vertrauen und die Möglichkeit, diese Arbeit durchzuführen. Seine Unterstützung sowie die Anregungen und Diskussionsbereitschaft von Herrn Prof. Dr.-Ing. P. Mitschang, Abteilungsleiter der Verarbeitungstechnik, haben zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Für die Übernahme des Korreferates bedanke ich mich bei Herr Prof. Dr.-Ing. D. Wüstenberg. Herrn Prof. Dr.-Ing. R. Renz sei an dieser Stelle für die Übernahme des Vorsitzes in der Prüfungskommission gedankt.

Den Mitarbeitern des IVW sowie den studentischen Hilfskräften danke ich für die fachliche Unterstützung und die freundschaftliche Arbeitsatmosphäre. Hervorheben möchte ich vor allem die fruchtbaren Diskussionen mit den Kollegen M. Blinzler und C. Weimer sowie die Hilfestellung von S. Giehl, M. Päßler, E. Schott, E. Natter und M. Nast bei der Planung und Durchführung der experimentellen Untersuchungen.

Ganz besonderer Dank gilt darüber hinaus meinen Eltern und meinem Großvater, sowie allen Freunden, die mich stets moralisch und mit Taten unterstützt haben.

Von ganzen Herzen aber danke ich meiner Frau und meiner Tochter, die mir immer zur Seite standen und all mein Tun unterstützt haben. Ohne ihre Liebe, ihr Vertrauen, ihren Rückhalt und ihr unermüdliches Verständnis hätte dies alles nicht geschehen können.

Wuppertal, im Oktober 2003

Andreas Wöginger

## Abstract

Continuous fibre reinforced thermoplastics are a high competitive material class for diversified applications because of their inherent properties like light-weight construction potential, integral design, corrosion resistance and high energy absorption level. Using these materials, one approach towards a large volume scaled part production rate is covered by an automated process line, consisting of a pressing process for semi-finished sheet material production, a thermoforming step and some additional joining technologies. To allow short cycle times in the thermoforming step, the utilised semi-finished sheet materials, which are often referred to as “organic sheets”, have to be fully impregnated and consolidated.

Nowadays even this combination of outstanding physical and chemical material properties combined with the economic processing technology are no guarantee for the break-through of continuous fibre reinforced thermoplastics, mainly because of the high material costs for the semi-finished sheet materials. These costs can be attributed to a non adapted material selection or choice of process parameters, as well as by unfavourable pressing process type itself.

Therefore the aim of the present investigations was to generate some alternatives regarding the choice of raw materials, the set-up or the selection of the pressing process line and to provide some theoretical tools for the determination of process parameters and dimensions.

Concerning raw material aspects, the use of the blending technology is one promising approach towards cost reduction for the matrix component. Novel characteristics related to the fibre structure are CF-yarns with high filament numbers (e.g. 6K or 12K instead of 3K) or multiaxial fibre orientations. These two approaches were both conducted for sheet materials with carbon fibre reinforcement and high temperature thermoplastics.

Two new developed ternary blend matrices consisting of PEEK and PEI as the main ingredients were tested in comparison with neat PEEK. PES and PSU were used as the third blend component, which provides a cost reduction potential of approximately 30 % compared to the basis PEEK polymer. The results of the static pressing experiments pointed out that the processing behaviour of the new blends is similar to the neat PEEK matrix. A maximum process temperature of 410 °C should not be

surpassed, otherwise thermal degradation will occur and will have a negative influence on mechanical laminat properties. To accelerate the impregnation progress a process pressure of 25 bar in combination with a sidewise opened tooling concept is helpful. No differences were identified if film-stacking technique was substituted by powder-prepreg-technology or vice versa. By increasing the yarn filament number from 3K over 6K to 12K, which is equal to an increase in bundle diameter and therefore transverse flow distance, the impregnation time has to be extended. If unspread yarns are used, the risk of void entrapment rises tremendously, especially with 12K and UD-structures. To reach full impregnation with a woven 6K-fabric, an increase of process time of 20 to 30 % compared to a 3K textile structure is required. Furthermore, it was shown that if only transverse flow is used for the impregnation of a UD-structure, a maximum area weight of 300-400 g/m<sup>2</sup> should not be exceeded. Additionally, the transport of air is strictly affected by the fibre orientation, because the main amount of displaced air runs in longitudinal fibre direction. These facts play an important role in the design of a multiaxial laminat or an impregnation process for such a structure and have to be taken into account.

Apart from these static pressing experiments the semi-continuous (stepwise compression moulding) and continuous (double belt press processing) processing technology were investigated and compared to each other. The first basic processing trails on the stepwise compression moulding equipment were carried out with the material system GF/PA66. Whereas the processing behaviour of this material combination in a double belt press is known quite well, there is only little information about semi-continuous processing. The performed trials pointed out that the resulting laminate quality for both technologies only differs in the achievable local surface quality. Mechanical laminate properties like three point bending stiffness and strength are directly comparable. Due to the fact that there is only small experience with the stepwise compression moulding process, potential improvements regarding surface quality are feasible by adapting the step procedure and the temperature distribution within the tooling concept. If laminates, produced by semi-continuous processing, are deployed in a thermoforming process or in a non visible structural application, the surface appearance only plays an inferior role.

The present results with high temperature thermoplastic matrices and CF do confirm the positive assessment for the stepwise compression moulding technology, even

though the mechanical laminate values have only reached 90 % of the data received by static press processing. In comparison to the data from literature, 90 % is already a high mechanical performance level. The results are quite promising for the use of the semi-continuous technology, despite the process set-up and processing parameters not being optimised. Furthermore there are tremendous advantages in processing equipment costs.

Finally a process model was developed based on the experimental data pool. This model can be characterised as a tool, which provides useful boundary conditions and dimension values for the selection of a certain pressing process depending on the desired material combination, laminate thickness and production output. The applicability and accuracy of the model was proofed by a direct comparison between experimental and calculated data.

First of all the temperature profile of the pressing process was generalised by a very common structure. This profile reflects the main characteristics for the processing of a thermoplastic composite material. Depending on the material combination, the laminate thickness and the occurring heat transfers, several process- and processing-portfolios were calculated. For a defined combination of the aforementioned parameters, these portfolios directly provide the periods of time for heating and cooling of the laminate structure. The last step is to convert these information into an equipment dimension and to decide which machinery configuration fulfils these requirements.



## Inhaltsverzeichnis

Vorwort .....	I
Abstract .....	II
Formelzeichen und Abkürzungen .....	VIII
1 Einleitung .....	1
1.1 Entwicklung und Einsatzbereiche von Faser-Kunststoff-Verbunden .....	1
1.2 Prozesse der Halbzeugherstellung.....	4
1.2.1 Prozesskettenbetrachtungen.....	6
1.2.2 Pressensysteme.....	7
1.2.3 Organobleche und deren aktuelle Marktsituation .....	12
1.3 Problemstellung und Zielsetzung .....	14
2 Prepregtechnologie .....	16
2.1 Pulver-Prepregtechnologie .....	23
2.2 Prozessgrößen am Beispiel GF/TPU .....	25
3 Materialien .....	29
3.1 Matrixsysteme .....	29
3.1.1 Matrixauswahl und Blendentwicklung.....	29
3.1.2 Matrixrheologie - Fließgesetz nach D' Arcy.....	33
3.2 Faser- und Textilsysteme .....	37
3.2.1 Fasersysteme.....	38
3.2.2 Textilien.....	38
3.2.3 Schlichteeinfluss und thermisches Entschlichten .....	39
4 Katalog von Prüfungen zur Bestimmung der Laminatqualität .....	42
4.1 Die optimale Laminatqualität .....	42
4.2 Ausgewählte Prüfmethode n .....	43
4.2.1 Geometrische Kenndaten und Randporosität .....	44
4.2.2 Mechanische Biegeprüfung .....	45
4.2.3 Bestimmung des Kristallinitätsgrades.....	47

---

5	Statische Pressversuche mit Hochtemperatur-Thermoplasten (HTT) und Blends .....	48
5.1	Versuchsplan.....	48
5.2	Plattenherstellung.....	49
5.3	Ergebnisse für ausgeglichene Gewebelamine .....	52
5.3.1	Einfluss der Gewebebindung und des Fadensystems.....	52
5.3.2	Einfluss der maximalen Verarbeitungstemperatur.....	54
5.3.3	Einfluss der Materialkombination und der Imprägnierzeit.....	56
5.4	Ergebnisse für UD-Gewebelamine .....	61
5.5	Ergebnisse der statischen Pressversuche.....	64
5.6	Prozesstechnische Schlussfolgerungen zur Luftverfrachtung in MAG .....	67
6	Semi-kontinuierliche Halbzeugherstellung .....	70
6.1	Verfahrensbeschreibung und Vorversuche .....	70
6.1.1	Intervallheißpresstechnik (IVHP) im Vergleich zur Doppelbandpresstechnik.....	70
6.1.2	Vorversuche mit GF/PA66-Laminaten.....	75
6.1.3	Ergebnisse der Vorversuche mit GF/PA66-Laminaten.....	78
6.1.4	Fazit der GF/PA66-Vorversuche .....	81
6.2	IVHP-Versuche mit HT-Thermoplasten und deren Blends .....	82
6.2.1	Versuchsdurchführung .....	82
6.2.2	Ergebnisse im Vergleich zu den statischen Pressversuchen .....	83
6.2.3	Fazit für die Verarbeitung von HT-Thermoplasten mit der IVHP .....	88
7	Prozessmodellierung und thermodynamische Modellbildung .....	89
7.1	Grundlagen der Prozessmodellierung .....	89
7.2	Thermodynamische Modellbildung.....	93
7.3	Thermische Stoffgrößen der Versuchsmaterialien .....	98
7.4	Thermodynamische Modellierung der semi-kontinuierlichen IVHP .....	100
7.5	Modellverifizierung für den kontinuierlichen DBP-Prozess .....	102
8	Synthese und Prozessauswahl .....	104
8.1	Grundschemata des Temperaturprofils .....	104
8.2	Verarbeitungs-/Prozessdiagramme am Beispiel CF/PEEK .....	105

---

8.3	Verarbeitungdiagramm verschiedener Materialkombinationen im IVHP-Prozess .....	108
8.4	Prozessdiagramm am Beispiel GF/PA66 .....	110
9	Zusammenfassung .....	112
10	Anhang .....	114
10.1	Organoblech- und Prepregmaterialien .....	114
10.2	Tabellenverzeichnis.....	115
10.3	Abbildungsverzeichnis.....	116
10.4	Literatur .....	120

## Formelzeichen und Abkürzungen

### Lateinische Formelzeichen

<i>Zeichen</i>	<i>Einheit</i>	<i>Bedeutung</i>
a	m <sup>2</sup> /s	Temperaturleitfähigkeit
b	1/Pa	b-Integral
B	-	B-Wert
Bi	-	Biotzahl
c <sub>p</sub>	J/kgK	Spezifische Wärmekapazität
D <sub>imp</sub>	%	Imprägnierungsgrad
E	GPa	Elastizitätsmodul
E <sub>0</sub>	kJ/mol	Fließaktivierungsenergie
F	N	Kraft
h	μm	Fließdistanz bzw. Fließweg
H	mm	Laminatstärke
p	bar	Druck
P	%	Randporosität
K	m <sup>2</sup>	Permeabilität
L	mm	Auflagerabstand
m	kg	Masse
M	-	Fourierzahl des Differenzenverfahrens
R	kJ/mol K	Ideale Gaskonstante
t	s	Zeit
T	°C	Temperatur
T <sub>C</sub>	°C	Kristallisationstemperatur
T <sub>E</sub>	°C	Einfrier- bzw. No-Flow-Temperatur
T <sub>G</sub>	°C	Glasübergangstemperatur
T <sub>m</sub>	°C	Schmelztemperatur
T <sub>max.</sub>	°C	Maximaltemperatur
V	m <sup>3</sup>	Volumen
x	m	Weg bzw. Länge
z	m	Laufvariable in Dickenrichtung

### Griechische Formelzeichen

<i>Zeichen</i>	<i>Einheit</i>	<i>Bedeutung</i>
α	W/m <sup>2</sup> K	Wärmeübergangskoeffizient
ε	m/min	Dehngeschwindigkeit
η	Pas	Viskosität
φ	%	Volumengehalt
λ	W/mK	Wärmeleitfähigkeit
ρ	g/cm <sup>3</sup>	Dichte
σ	MPa	Spannung
ψ	%	Masseanteil
γ̇	1/s	Schwergeschwindigkeit
v̄	m/s	Mittlere Fließgeschwindigkeit

**Abkürzungen**

AF	Aramidfaser
Al	Aluminium
CF	Kohlenstofffaser
CFK	Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe
DBP	Doppelbandpresse
DGL	Differentialgleichung
DSC	Differential Scanning Calorimetry
ETFE	Ethylen/Tetrafluorethylen
FKV	Faser-Kunststoff-Verbunde
GF	Glasfaser
GFK	Glasfaserverstärkte Kunststoffe
GMT	Glassmattenverstärkter Thermoplast
HTT	Hochtemperatur-Thermoplaste
IVHP	Intervallheißpresstechnik
LCP	Flüssigkristalline Polymere
LFT	Langfaserverstärkter Thermoplast
MAG	Multiaxialgelege
MAK	Maximale Arbeitsplatz Konzentration
PA	Polyamide
PAI	Polyamidimid
PA 12	Polyamid 12
PA 6	Polyamid 6
PA 66	Polyamid 66
PA 46	Polyamid 46
PBI	Polybenzimidazol
PC	Polycarbonat
PCTFE	Polychlortrifluorethylen
PE	Polyethylen
PEK	Polyetherketon
PEEK	Polyetheretherketon
PEI	Polyetherimid
PES	Polyethersulfon
PFA	Perfluoralkoxylalkan Polymer
PI	Polyimid
PP	Polypropylen
PPS	Polyphenylsulfid
PPSU	Polyphenylen
PSU	Polysulfon
PTFE	Polytetrafluorethylen
PVDF	Polyvinylidenfluorid
REM	Rasterelektronenmikroskopie
SAN	Styrol/Acrylnitril
SMC	Sheet Moulding Compound
St	Stahl
TP	Thermoplaste
TPU	Thermoplastisches Polyurethan
UD	Unidirektional

**Indizes**

B	Biegung
F	Faser
i, l	Laufvariable
L	Luft
M	Matrix
k, n	Schichtnummerierung
OB	Oberfläche
U	Umgebung
V	Verbund
W	Wasser
0	Bezugswert bzw. Basiswert

## 1 Einleitung

### 1.1 Entwicklung und Einsatzbereiche von Faser-Kunststoff-Verbunden

Die Materialeigenschaften der Faser-Kunststoff-Verbunde (FKV) werden durch den gewählten Werkstoffaufbau determiniert. Nutzt man diese Möglichkeit der Eigenschaftsmaßschneiderung gezielt aus, so lassen sich extrem leichte, hochfeste und hochsteife Strukturen realisieren. Aufgrund dieser Materialeigenschaften hat die FKV-Entwicklung und -Anwendung ihren Ursprung in den Bereichen der Luft-/Raumfahrt und der militärischen Industrie. Hier können die spezifischen Vorteile der Werkstoffklasse (vgl. Tabelle 1.1) gegenüber konventionellen isotropen Materialien wie Stahl, Aluminium, Magnesium usw. ungeachtet des erhöhten Kostenniveaus einen Einsatz begründen. Dass faserverstärkte Kunststoffe auch in der Gegenwart immer mehr an Bedeutung gewinnen, wird durch die in Bild 1.1 dargestellte Zunahme des Verbrauchs an glasfaserverstärkten Kunststoffen (GFK) in Westeuropa für verschiedene Verarbeitungsverfahren verdeutlicht.

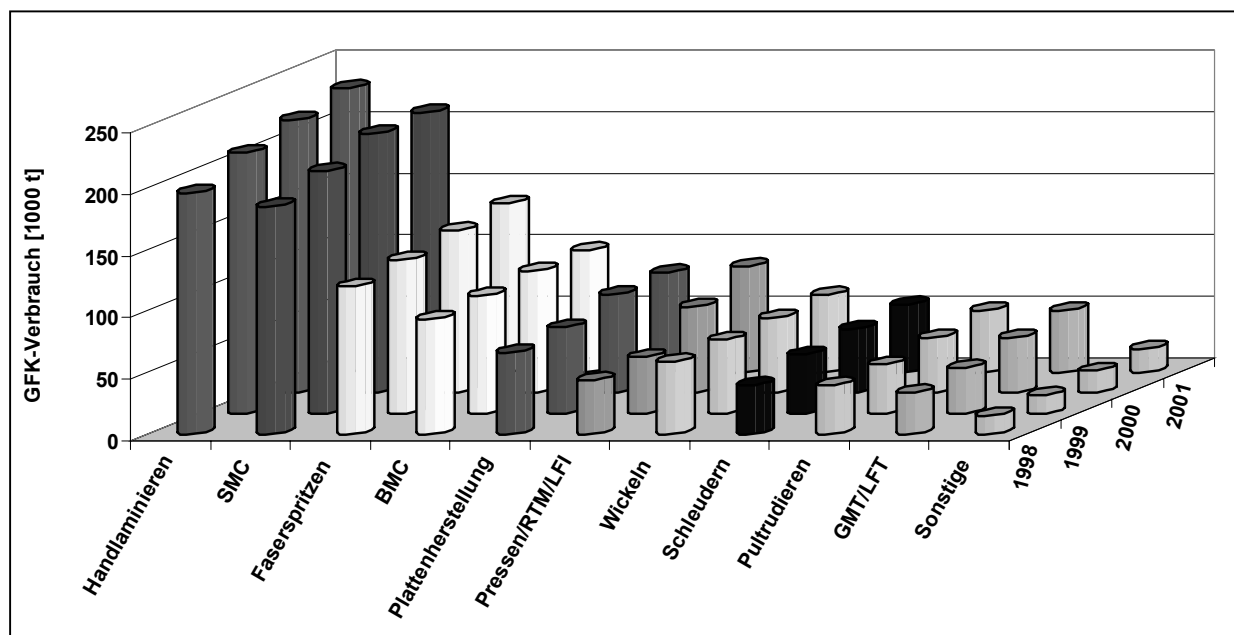


Bild 1.1: GFK-Verbrauch in Westeuropa nach Verarbeitungsverfahren [1, 2]

Auch die aktuellen Entwicklungen im Bereich der kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffe (CFK), beispielsweise im Bereich der Automobilindustrie (vgl. Bild 1.2), sind ein Beleg für das steigende Interesse an dieser Werkstoffklasse.



Bild 1.2: Technologieträger Z22: Seitenrahmen aus kohlenstoffaserverstärktem Kunststoff (CFK) [3]

Generell werden die Faser-Kunststoff-Verbunde in Systeme mit duroplastischen und thermoplastischen Matrices unterteilt. Weiterhin unterscheidet man sie nach der Länge (Kurzfaser:  $< 0,5$  mm, Langfaser:  $> 5$  mm, kontinuierliche Fasern), der Art und der Anordnung der Verstärkungsfasern. Die vorliegende Arbeit konzentriert sich auf die endlosfaserverstärkten thermoplastischen FKV, deren Eigenschaften und Potenziale in Tabelle 1.1 aufgelistet sind. Eine großserientaugliche Bauteilherstellung für thermoplastische FKV ist über die in Bild 1.3 dargestellte Prozesskette möglich.

Tabelle 1.1: Eigenschaften endlosfaserverstärkter thermoplastischer FKV [4]

<b>Werkstofflich</b>	<b>Prozesstechnisch</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Leichtbaupotenzial (geringe Dichte)</li> <li>▪ hohe Steifigkeit bei hoher Duktilität</li> <li>▪ Recyclierbarkeit, Mehrfachverarbeitung</li> <li>▪ gute Dämpfungseigenschaften (Schwingungsabsorption)</li> <li>▪ Maßschneiderung der Eigenschaften (z.B. Wärmeausdehnungskoeffizienten, elektrische Leitfähigkeit)</li> <li>▪ hohe bzw. unendliche Lagerstabilität</li> <li>▪ Korrosionsbeständigkeit</li> <li>▪ gute Schadenstoleranz</li> <li>▪ hohes Energieabsorptionsvermögen</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ großserientaugliche Verarbeitungsverfahren</li> <li>▪ kurze Zykluszeiten</li> <li>▪ hohe Tiefziehgrade in einem Umformschritt</li> <li>▪ mehrfach umformbar</li> <li>▪ Schweißbarkeit, Reparatur</li> <li>▪ dreidimensionale Formgebung</li> <li>▪ geringe Arbeitsplatzbelastung durch Schadstoffe</li> </ul>



Die Halbzeugherstellung als erster Teilprozess verfolgt das Ziel, vollständig imprägnierte, porenfreie und konsolidierte FKV-Plattenhalbzeuge (sogenannte “Organobleche”) bereitzustellen. Durch die Verlagerung der zeitaufwendigen Imprägnierschritte in die Halbzeugherstellung kann in den folgenden formgebenden Prozessen (z.B. Thermoformen, Rollformen) mit sehr hohen Taktfrequenzen bzw. Produktionsgeschwindigkeiten gearbeitet werden. Anschließend an die Formgebung können bauteilabhängig Prozesse der Verbindungstechnik für Thermoplaste, wie beispielsweise das Vibrations- oder Induktionsschweißen, nachgeschaltet werden.

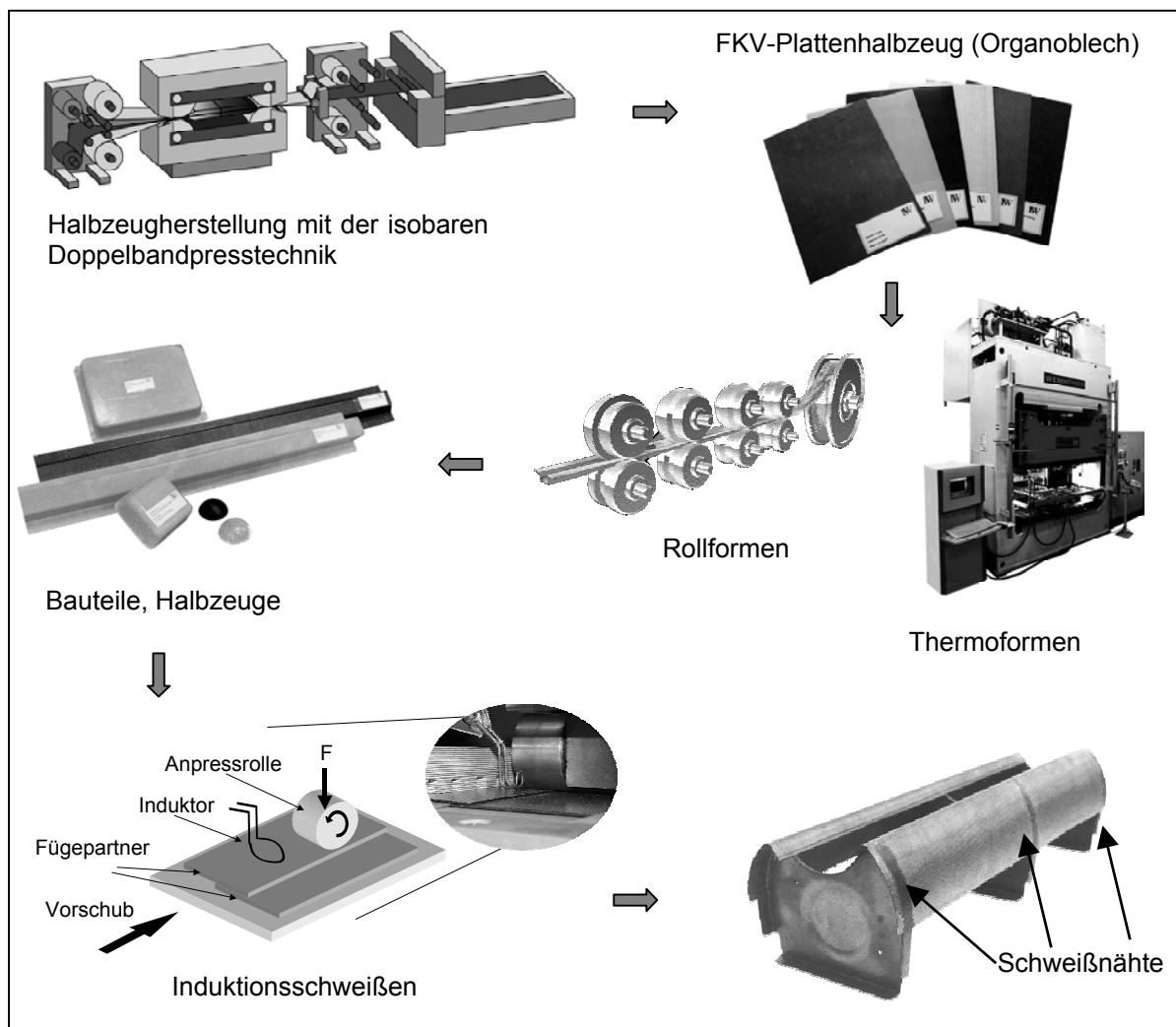


Bild 1.3: Prozesskette für endlosfaserverstärkte thermoplastische FKV

Die dargestellten Prozesse der Bauteilformgebung und der Verbindungstechnik haben aufgrund der erreichbaren Taktzeiten und des benötigten Anlageninvests ein ähnliches, teilweise günstigeres Kostenniveau als z.B. vergleichbare Prozesse in der Stahlblechverarbeitung. Eine breite industrielle Anwendung thermoplastischer FKV in

den Bereichen des Transportwesens, des Bauwesens, des Maschinen-/Anlagenbaus, der Energietechnik und der Konsumgüterindustrie scheitert aber oftmals an den noch hohen Material- bzw. Halbzeugkosten, die teilweise auch durch die zum Einsatz kommenden Pressprozesse determiniert werden.

## 1.2 Prozesse der Halbzeugherstellung

Die derzeit am Markt erhältlichen endlosfaserverstärkten Halbzeuge mit thermoplastischer Matrix unterscheiden sich neben Faserart (Glasfaser (GF), Aramidfaser (AF), Kohlenstoff- bzw. Carbonfaser (CF) oder Fasermischsysteme (Hybridgarne)) und Faseranordnung vor allem durch das verwendete Matrixmaterial und den Grad der "Imprägnierung". Als Verstärkungsgebilde können unterschiedliche Textilstrukturen wie Matten/Vliese, Gewebe, Gelege, Gewirke, Gestricke und Geflechte zum Einsatz kommen. Im Bereich der Matrixwerkstoffe wird das gesamte Spektrum von Standard-Thermoplasten (PE, PP, SAN usw.) bis hin zu den Hochtemperatur-Thermoplasten (PEEK, PPS, PEI usw.) verwendet. Auch der Einsatz von Polymerblends als Matrixwerkstoff tritt im Rahmen der Eigenschaftsmaßschneidung und Kostenreduktion immer mehr in den Vordergrund.

Nicht vollständig imprägnierte und konsolidierte Halbzeuge werden in diesem Zusammenhang als Prepregs (vgl. Kapitel 2) bezeichnet, d.h. als Systeme, bei denen die Verstärkungsfilamente noch nicht vollständig von der Matrix benetzt sind [5, 6]. Diese Prepregmaterialien können wiederum als Ausgangsmaterialien bei der Herstellung von vollständig imprägnierten und konsolidierten FKV-Plattenhalbzeugen (Organoblechen) in Pressprozessen eingesetzt werden.

Die Halbzeugherstellung unterteilt sich grundsätzlich in die drei Teilprozesse *Imprägnierung*, *Konsolidierung* und *Überführung in den festen Zustand* (vgl. Bild 1.4).

Während der Verarbeitung unterliegen die Eingangsmaterialien (Faser- und Matrixkomponente mit definiertem Eigenschaftsprofil) den prozessgegebenen Regelgrößen Temperatur (T), Zeit (t) und Druck (p), welche die resultierenden Eigenschaften des Halbzeugs bestimmen. Dies gilt sowohl für die Platten- als auch für die Prepreg-Herstellungprozesse.

Zur *Imprägnierung* wird die thermoplastische Matrix durch Erhitzen über Schmelztemperatur ( $T_m$ ) in einen fließfähigen Zustand überführt. Ziel des Tränkungs Vorgangs

ist es, jedes Verstärkungsfilament vollständig mit der Matrix zu benetzen und ein poren- bzw. luftfreies Gefüge herzustellen. Die Fließfähigkeit der Matrix ist abhängig von der Matrixviskosität ( $\eta$ ), welche wiederum von den Größen Temperatur (T), Druck (p), Zeit (t) und Schergeschwindigkeit ( $\dot{\gamma}$ ) bestimmt wird. Aufgrund der hohen Schmelzviskositäten der thermoplastischen Matrixsysteme (100-1000 Pas) wird der Benetzungs- und Tränkungsvorgang erst durch eine parallel einwirkende Druckaufbringung ermöglicht. Infolge der Druckaufbringung dringt die schmelzflüssige Matrix in die Verstärkungsfilamentzwischenräume ein, verdrängt die hier eingeschlossene Luft und benetzt die Einzelfilamente unter Ausbildung einer Grenzfläche. Neben dem Druck und der Matrixviskosität ist hierbei die Durchlässigkeit der Verstärkungsstruktur (Permeabilität K) der zeitbestimmende Faktor für eine vollständige Imprägnierung. In der *Konsolidierungsphase* unter Druck wird eine gute Verbindung zwischen den einzelnen Verstärkungslagen des Materialverbundes hergestellt. Der Druck wirkt auch den elastischen Rückstellkräften der Verstärkungsstruktur entgegen und verhindert somit das erneute Wachstum von Luftporen. Ist die *Imprägnierungs- und Konsolidierungsphase* abgeschlossen, liegt im Idealfall ein porenfreier Verbund vor, der durch Wärmeentzug abgekühlt und *in den festen Zustand überführt (Solidifikation)* wird. Hierbei bildet sich die Morphologie der thermoplastischen Matrix aus.

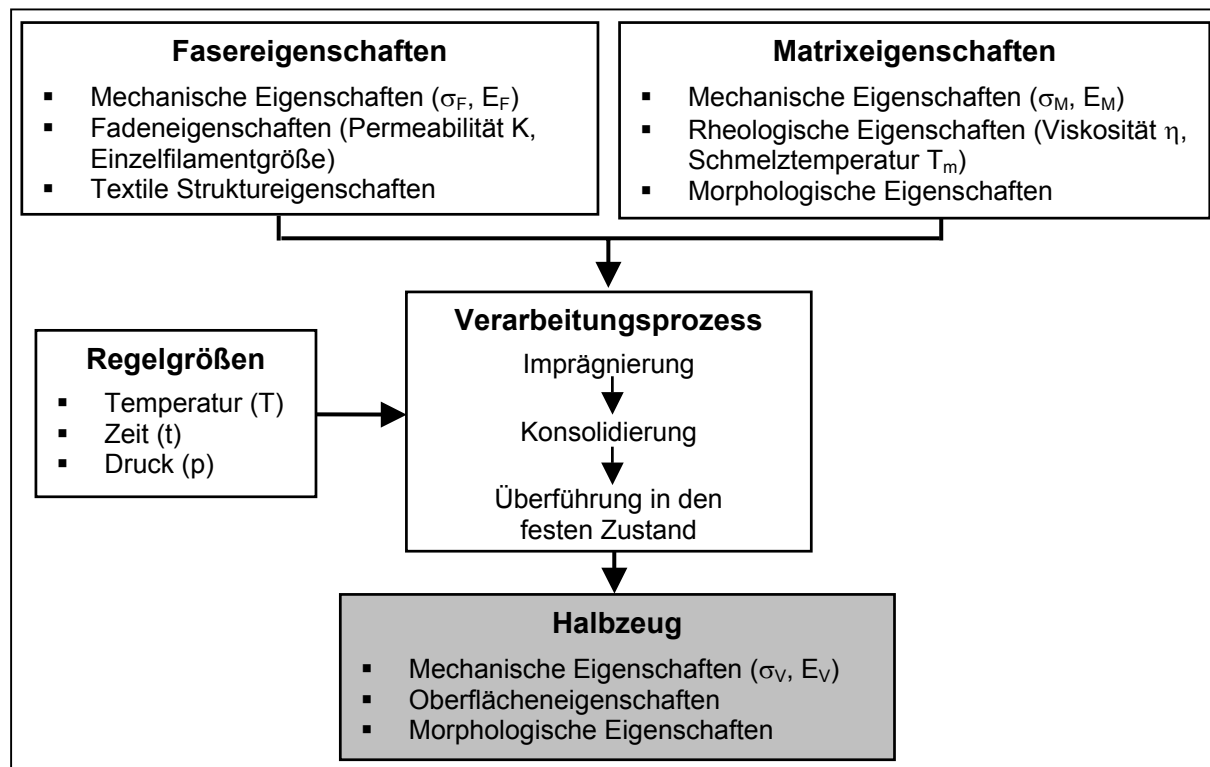


Bild 1.4: Grundlegende Systemdarstellung der Halbzeugherstellung

## 1.2.1 Prozesskettenbetrachtungen

Die Prozessketten zur Herstellung thermoplastischer FKV-Plattenhalbzeuge können in Abhängigkeit von den zu erzielenden Materialdurchsätzen in die Film-Stacking-, Prepreg- und Direktverfahren unterteilt werden (vgl. Bild 1.5).

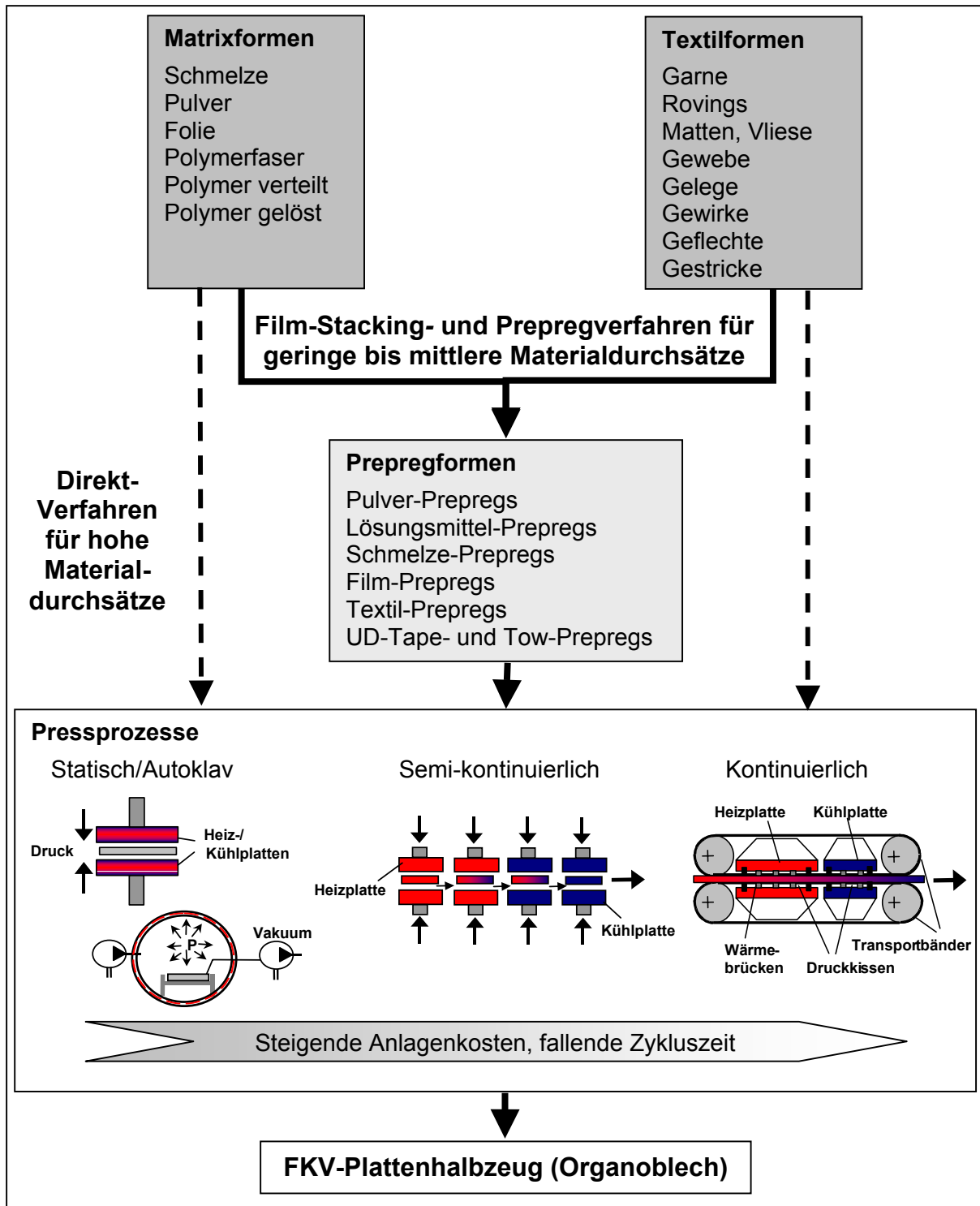


Bild 1.5: Gesamtprozessabläufe zur Herstellung endlosfaserverstärkter thermoplastischer FKV-Plattenhalbzeuge

Für hohe Materialdurchsätze werden im Fall der Direktverfahren die Matrix- und die Faser-/Textilkomponente direkt online im Bereich des Materialeinlaufs des Pressprozesses zusammengeführt. Diese Prozessketten erfordern in der Regel einen hohen anlagentechnischen Aufwand. Bei geringen bis mittleren Materialmengen wird neben den Prepregverfahren häufig das Film-Stacking-Verfahren eingesetzt. Hierbei wird ein aus alternierend angeordneten Folien- und Textillagen bestehender Verbundaufbau dem Pressprozess zugeführt. Bild 1.5 verdeutlicht bereits, dass verschiedene Pressprozesse im Rahmen der Prozesskettengestaltung ausgewählt werden können. Die Wahl des Pressprozesses orientiert sich ebenfalls am geforderten Materialausstoß und an der Materialvielfalt.

### 1.2.2 Pressensysteme

Bei der Halbzeugherstellung kommen, wie in Bild 1.5 und Tabelle 1.2 dargestellt, statische bzw. diskontinuierliche, semi-kontinuierliche und kontinuierliche Anlagen zum Einsatz. Der anlagentechnische Aufwand und die Anlagenkosten steigen mit der Zunahme des erreichbaren Materialausstoßes von statisch über semi-kontinuierlich bis hin zu den voll kontinuierlichen Systemen. Weiterhin beeinflussen die maximal erreichbaren Prozesstemperaturen und Prozessdrücke sowie deren Variabilität (z.B. einstellbare Druckstufen, Temperaturgradienten) innerhalb des Prozesszyklusses den Komplexitätsgrad der Systeme und somit die Anlagenkosten.

Um die Anlagensysteme näher zu beschreiben und die verschiedenen Möglichkeiten der Anlagengestaltung darzulegen, müssen zunächst die grundlegenden Mechanismen der Temperatur-/Druckerzeugung und deren Übertragung an den zu verpressenden Laminataufbau betrachtet werden.

Die zur primären Temperaturerzeugung eingesetzten Wärmequellen und deren Wirkungsbereiche sind in Tabelle 1.2 aufgelistet. Den breitesten Temperaturbereich von 25 °C bis > 400 °C decken die elektrisch beheizten Platten- und Werkzeugsysteme ab. Im Falle des Heizens mittels eines Mediums werden Luft bzw. Heißluft, Heißdampf, Heißwasser und Öl als Wärmeträger eingesetzt. Die energetisch größte Effektivität erzielen hier die mit Öl betriebenen Systeme. Mit konventionellen Silikonölen können im offenen Kreislauf Prozesstemperaturen bis ca. 200 °C und im geschlossenen System bis ca. 250 °C erreicht werden. Substituiert man das Silikonöl

durch ein Hochtemperaturöl (perfluorierte Polyetheröle), verschieben sich die Temperaturgrenzen im offenen System (an Luft) auf ca. 250 °C und im geschlossenen (unter Luftabschluss) auf bis zu 350 °C. Im Falle von Luft bzw. Heißluft als Wärmeträger sind Maximaltemperaturen > 400 °C erreichbar, jedoch mit einem energetisch geringeren Wirkungsgrad. Heißwasser und Sattdampf decken den Bereich von 100 °C – 180 °C ab.

Tabelle 1.2: Wärmequellen

Wärmequelle	Medium	Temperaturbereich	
Elektrisch beheizte Platten- oder Werkzeugsysteme	Strom	$T_{\max.} > 400 \text{ °C}$	
Medienbeheizte Platten- oder Werkzeugsysteme	Luft / Heißluft	$T_{\max.} > 400 \text{ °C}$	
	Sattdampf / Heißwasser	100 – 180 °C	
	Silikonöle	Offener Kreislauf,	$T_{\max.} = 200 \text{ °C}$
		Geschlossener Kreislauf,	$T_{\max.} = 250 \text{ °C}$
	Hochtemperaturöle (perfluorierte Polyetheröle)	Offener Kreislauf,	$T_{\max.} = 250 \text{ °C}$
Geschlossener Kreislauf,		$T_{\max.} = 350 \text{ °C}$	
Wärmestrahler	Strom	$T_{\max.} > 400 \text{ °C}$	

Der Einsatz von Wärmestrahlern dient meist als ergänzende Wärmequelle oder zum direkten Aufheizen der zu prozessierenden Materialien. Die Kühlsektionen der Pressensysteme arbeiten hauptsächlich mit Luft, Wasser, Öl oder Gemischen aus diesen Substanzen als Trägermedium zum Wärmeentzug.

Ausgehend von der eigentlichen Wärme-/Kühlquelle wird die Temperatur über die in Bild 1.6 dargestellten Mechanismen entweder direkt oder indirekt über ein Transportband (semi-kontinuierliche und kontinuierliche Pressprozesse) an das Laminat weitergeleitet. Als Bänder werden hartverchromte und polierte Stahlbänder oder bei Temperaturen < 250 °C auch PTFE-beschichtete Gewebebänder eingesetzt. Neben den Temperaturübertragungsmechanismen zeigt Bild 1.6 auch die Möglichkeiten der Druckübertragung auf. Zur primären Druckerzeugung werden vorwiegend mechanisch arbeitende Fluidüberdrucksysteme (Hydraulik, Pneumatik und Druckkissen) sowie Massenkräfte eingesetzt.

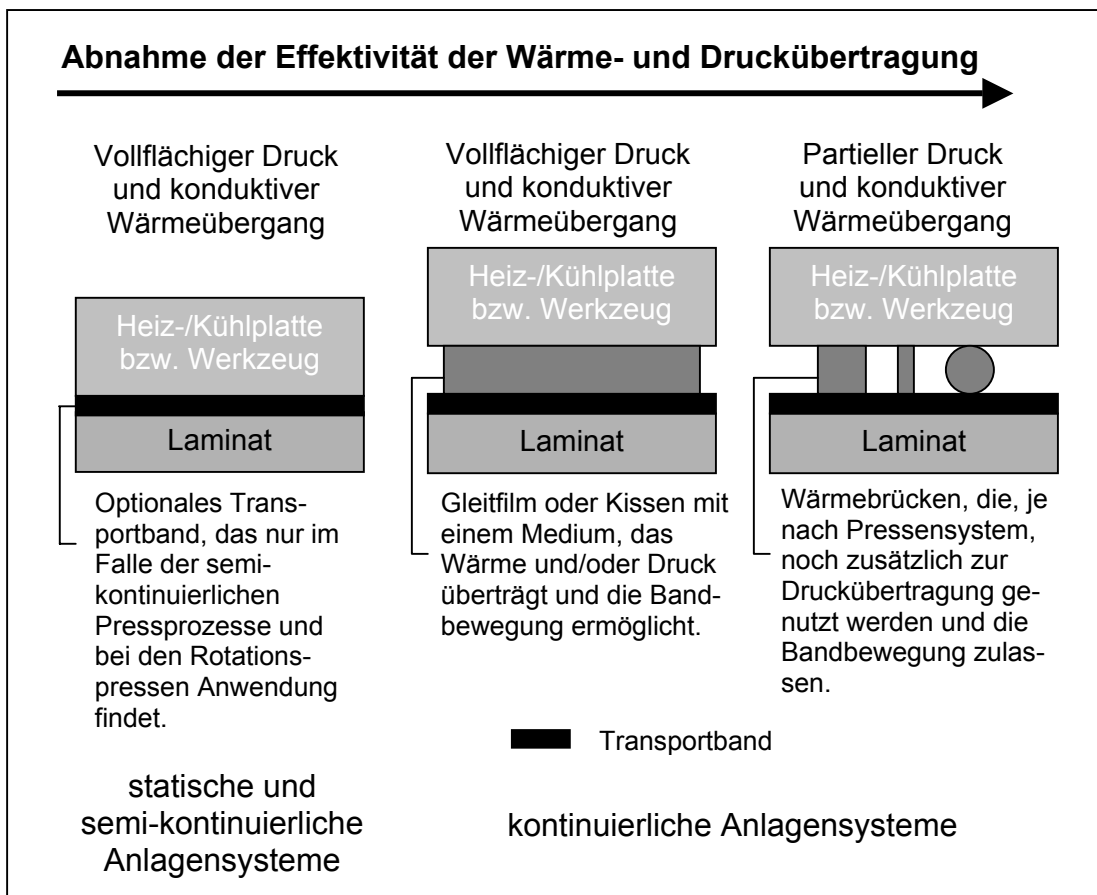


Bild 1.6: Mechanismen der Wärme- und Druckübertragung

In Tabelle 1.3 wird bei den kontinuierlichen Pressensystemen zwischen isochor (volumenkonstant) und isobar (druckkonstant) arbeitenden Anlagen unterschieden. Die isochoren Anlagen sind weiter verbreitet und werden z.B. zur Herstellung von Holz-faserplatten [7], Transportbändern [8] und glasmattenverstärkten Thermoplasten (GMT) [9] eingesetzt. Im isochoren Prozess resultiert der spezifische Arbeitsdruck aus der zugeführten Materialmenge bzw. -höhe und dem Maß des konstant eingestellten Pressspalts. Schwankungen in der Materialzufuhr beeinflussen deshalb den sich einstellenden Prozessdruck. Die isobaren Anlagen arbeiten im Gegensatz hierzu mit einem konstanten Flächendruck, der auf das zu verpressende Laminat wirkt. Die sich einstellende Materialdicke wird also durch den konstant wirkenden Prozessdruck determiniert. Aus diesem Grund eignen sich isobare Anlagensysteme besser zur Herstellung dünner und drucksensibler Laminare.

Tabelle 1.3: Übersichtstabelle Pressensysteme

Pressentyp	Pressprinzip	Bemerkungen	Hersteller, beispielhaft
<b>Statische bzw. diskontinuierliche Pressensysteme</b>			
Vakuumentisch		max. 1 bar Druck, $T_{\max.} > 400\text{ °C}$	Diverse Anlagen- und Maschinenher- steller
Autoklav		max. 70 bar Druck, $T_{\max.} > 400\text{ °C}$ , max. Durchmesser 6,5 m, max. Länge 25 m	Scholz Maschinen- bau GmbH & Co KG, Coesfeld
Einfache Statische Presse		max. 100 bar Druck, $T_{\max.} = 300-340\text{ °C}$ mit Hochtemperaturölen, $T_{\max.} > 400\text{ °C}$ elektrisch beheizt, max. Größe 8-10 m <sup>2</sup>	Diverse Anlagen- und Maschinenher- steller
Statische Etagenpressen			
<b>Semi-kontinuierliche Pressensysteme</b>			
Mit Zonen- trennung: Transferpressen, Pressstraßen, Kurztaktpressen		max. 100 bar Druck, $T_{\max.} = 300-340\text{ °C}$ mit Hochtemperaturölen, $T_{\max.} > 400\text{ °C}$ elektrisch beheizt, Anlagenabmessungen liegen im Bereich der statischen Pressen	INO-Press GmbH, Stuttgart SCHULER SMG GMBH & CO. KG, Waghäusel Heinrich Wemhöner GmbH & Co.KG, Herford Müller Weingarten AG, Weingarten DIEFFENBACHER GmbH & Co., Ep- pingen
Ohne Zonentrennung: Intervallheißpres- sen		max. 25 bar Druck, $T_{\max.} > 400\text{ °C}$ elektrisch beheizt, max. Breite 1 m, max. Länge 2 m	Advanced Compos- ites and Machines GmbH, Frie- drichshafen



Tabelle 1.3: Übersichtstabelle Pressensysteme, Fortsetzung

Pressentyp	Pressprinzip	Bemerkungen	Hersteller, beispielhaft
<b>Kontinuierliche Pressensysteme</b>			
Einfach- und Mehrfachkalander		Nur Liniendruck ! Wärmeeintrag auch nur entlang einer Linie, $T_{max.} = 300-340\text{ °C}$ mit Hochtemperaturölen, $T_{max.} > 400\text{ °C}$ elektrisch beheizt	Eduard Küsters Maschinenfabrik GmbH & Co. KG, Krefeld Reifenhäuser GmbH & Co. Maschinenfabrik, Troisdorf
Rotationspressen, "AUMA"-Technologie der Fa. Berstorff		max. 8 bar Druck, $T_{max.} = 300-340\text{ °C}$ mit Hochtemperaturölen, max. Breite 2,5 m, max. 3 m Trommeldurchmesser	Berstorff GmbH, Hannover
Isochore Doppelbandpressen: mit Rollenteppichprinzip		max. 50 bar Druck, $T_{max.} = 300-310\text{ °C}$ , max. Breite 2,5 m, wenig Beschränkungen in der max. Länge, es existieren Anlagen im Bereich 35-40 m Gesamtlänge	DIEFFENBACHER GmbH & Co., Eppingen Hymmen GmbH, Bielefeld Siempelkamp GmbH & Co. KG, Krefeld Sandvik Process Systems GmbH, Fellbach
Isochore Doppelbandpressen: mit Gleitschichtprinzip		Ölgleitfilm, max. 70 bar Druck, $T_{max.} = 250\text{ °C}$ , max. Breite 2,6 m, es existieren Anlagen mit einer Länge bis zu 26 m  Gleitende PTFE-Bänder, max. 1 bar Druck, $T_{max.} = 220\text{ °C}$ , max. Breite 4 m, Länge nahezu beliebig	Kvaerner Panel Systems GmbH, Springe (System Hydro-Dyn®)  SCHILLING - KNOBEL GMBH, Göppingen (System Thermofix®)
Isobare Doppelbandpressen: mit Druckkissenprinzip		Ölkissen mit max. 100 bar Druck, $T_{max.} = 400\text{ °C}$ , max. Breite 2,2 m, max. Länge 7 m  Luftkissen mit max. 100 bar Druck, $T_{max.} = 400\text{ °C}$ , max. Breite 2,6 m, max. Länge 9 m	HELD Technologie GmbH, Trossingen (System Contilam®)  Hymmen GmbH, Bielefeld (System IsoPress®)

Hinsichtlich der Druckeinwirkung auf das Laminat können die in Bild 1.7 dargestellten Druckprofile unterschieden werden. Die Drucksensibilität des herzustellenden Laminats muss bei der Pressprozessauswahl berücksichtigt werden. Dabei sind im Einzelfall nachfolgende Fragestellungen zu klären: Muss permanent ein konstanter Prozessdruck anliegen? Können Prozessphasen mit geringerem Druck oder ohne Druck toleriert werden? Ist ein partieller Liniendruck ausreichend?

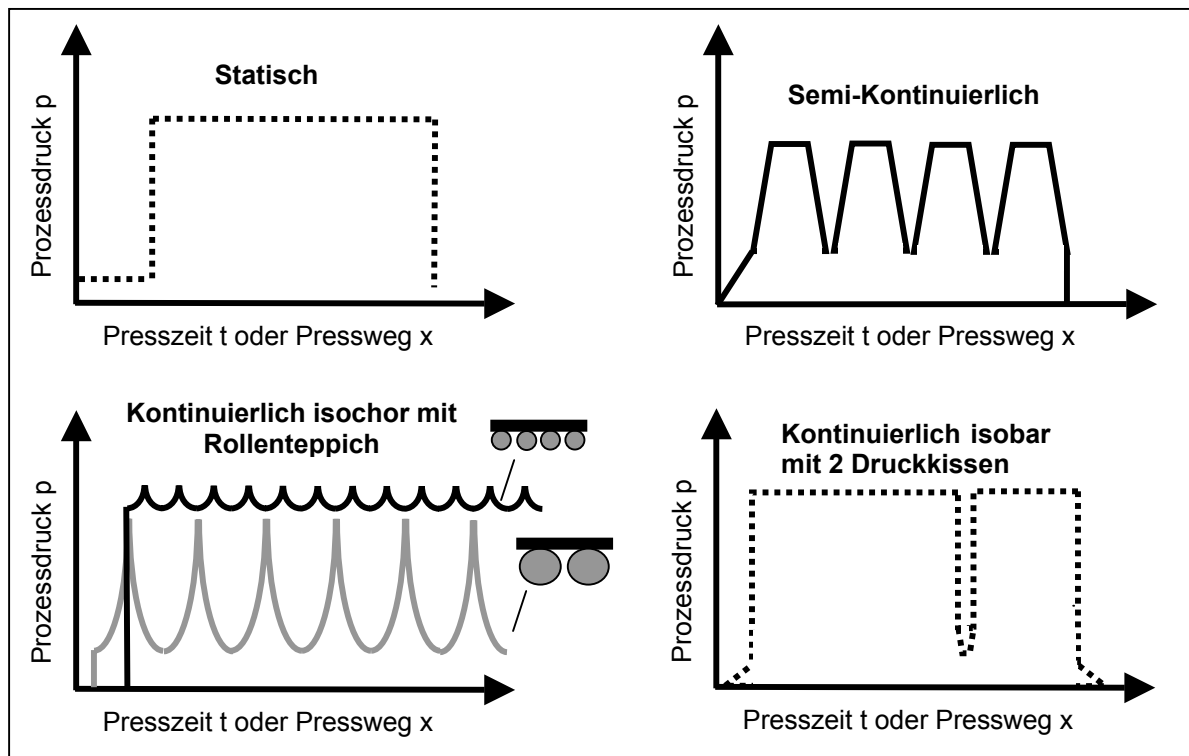


Bild 1.7: Qualitative Druckprofile unterschiedlicher Pressprozesse

### 1.2.3 Organobleche und deren aktuelle Marktsituation

Endlosfaserverstärkte, kontinuierlich hergestellte, vollständig imprägnierte und konsolidierte Halbzeuge auf Basis von Thermoplasten (Einordnung des mechanischen Kennwertniveaus siehe Bild 1.8) wurden erstmalig Ende der 80-er Jahre von der Firma *Bayer AG*, Leverkusen, Deutschland, unter dem Handelsnamen *Polystahl*<sup>®</sup> [10, 11] angeboten. Im Anschluss hieran wurden solche Halbzeugprodukte im Zeitraum von 1993 bis 1997 von der Firma *DuPont*, Bad Homburg, Deutschland unter dem Handelsnamen *TEPEX*<sup>®</sup> vermarktet [12, 13, 14]. Aufgrund der hohen Materialkosten setzten sich diese Produkte zunächst jedoch nicht sofort am Markt durch. Das Produkt *TEPEX*<sup>®</sup> [15] wird derzeit mit steigender Nachfrage durch die Firma *Bond-*

Laminates GmbH, Brilon, Deutschland, hergestellt und vertrieben und ist in einer Vielzahl von Faser-/Matrixkombinationen erhältlich. Als Verstärkung werden zumeist textile Gewebe- und Mattenstrukturen eingesetzt.

Parallel zu diesen voll kontinuierlich gefertigten Produkten gibt es eine Reihe von Anbietern, die bei der Herstellung auf statische bzw. semi-kontinuierliche Pressverfahren setzen. Unter dem Handelsnamen Cetex® [16, 17, 18] vertreibt die Firma Ten Cate Advanced Composites b.v., Nijverdal, Niederlande, ein statisch verpresstes, gewebeverstärktes Plattenmaterial auf Basis von PA12, PPS und PEI. Für Spezialanwendungen und kleinere Serien arbeiten z.B. Firmen wie August Krempel Soehne GmbH + Co., Vaihingen/Enz, Deutschland, ebenfalls auf statischen Pressen und stellen Halbzeugprodukte gemäß kundenspezifischen Wünschen her. Die Firma Advanced Composite Systems GmbH, Wilhelmsdorf, Deutschland, nutzt zur Herstellung ihres thermoplastischen Plattenmaterials COMPACT® [19] einen semi-kontinuierlichen Pressprozess und bietet auch dieses Produkt in diversen Faser-/Matrixkombinationen an. Weiterhin existieren eine Reihe von Prepreganbietern, die ihre Produkte auf Anfrage auch als voll imprägniertes und konsolidiertes Plattenmaterial vertreiben (vgl. Kapitel 13, Tabelle 3.1).

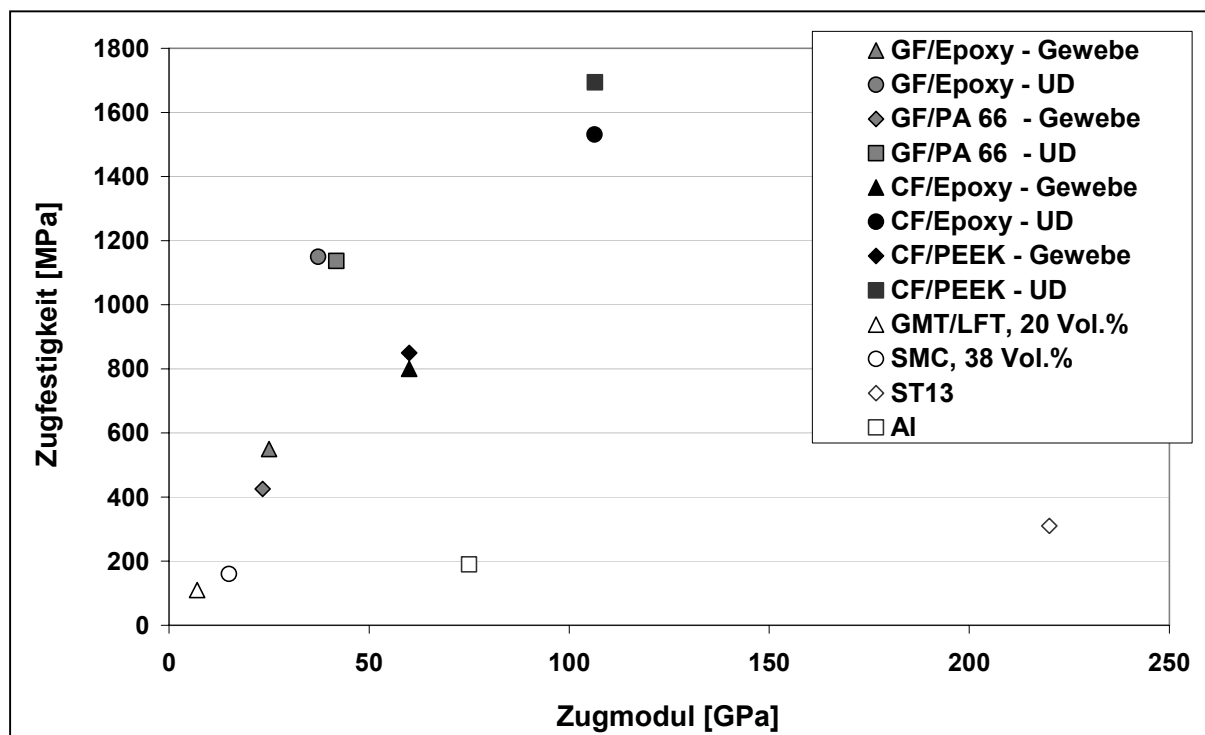


Bild 1.8: Einordnung des mechanischen Leistungsniveaus der Organobleche

### 1.3 Problemstellung und Zielsetzung

Dass sich thermoplastische FKV-Plattenhalbzeuge wirtschaftlich herstellen, weiterverarbeiten und somit einsetzen lassen, belegen die beiden in Bild 1.8 dargestellten aktuellen Beispiele aus verschiedenen Anwendungsbereichen.

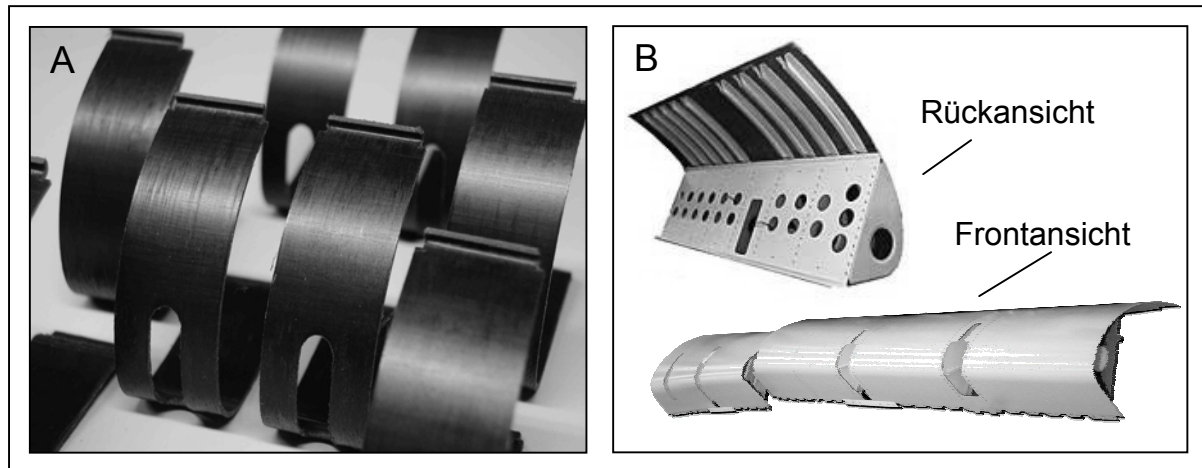


Bild 1.9: Anwendungsbeispiele endlosfaserverstärkter Thermoplaste (A: Federelement 1,4 Mio. Stück/Jahr, Material: GF/PP, ACM GmbH [20], B: "J-Nose" des Airbus A340-500/600, Material: GF/PPS und CF/PPS, Ten Gate Advanced Composites b.v. [21, 22])

Wie aber bereits erläutert, scheidet der Einsatz dieser Materialien in neuen Anwendungsfeldern oftmals noch an den hohen Halbzeugkosten. Diese wiederum können aus einer nicht optimalen Wahl des Herstellungsprozesses und/oder der Werkstoffkombination resultieren. Ziel der vorliegenden Arbeit ist es daher, Teile des in Bild 1.5 dargestellten Spannungsfeldes der Material- bzw. Prepreg-, Prozess- und Prozessparameterauswahl näher zu betrachten und alternative Wege bei der Generierung von Gesamtprozessabläufen und Werkstoffkombinationen zu untersuchen. Eine Bewertung erfolgt mittels der erreichten Laminatqualitäten, wobei der Zustand eines optimalen Halbzeugs (vgl. Kapitel 4.1) angestrebt wird. Anhand von FKV-Plattenhalbzeugen mit Hochtemperatur-Thermoplastmatrizes (HTT) und CF-Verstärkung werden die material- und kostenspezifischen Potenziale der Blendtechnologie für die Matrixkomponente und der Einsatz von C-Faserbündeln mit höherer Filamentanzahl untersucht. Parallele Untersuchungen zum Tränkungsverhalten stark gerichteter Textilstrukturen (UD-Gewebe) bilden erste grundlegende Ansätze zur Beschreibung des Verarbeitungsverhaltens multiaxialer Gelegestrukturen (MAG), deren Einsatz weitere Kosteneinsparungen verspricht.

Die Arbeiten bezüglich der den Pressprozessen vorgelagerten Prepreg-Technologien konzentrieren sich auf die flexiblen Pulver-Prepregverfahren. Zur Weiterverarbeitung der Prepregmaterialien werden neben den statischen Pressverfahren, deren Einsatz vornehmlich der Evaluierung von Verarbeitungsfenstern dient, semi-kontinuierliche Pressprozesse betrachtet und analysiert. Die abschließende Prozessmodellierung basiert auf den empirischen Ergebnissen der Laminierversuche und verfolgt das Ziel, anhand vorgegebener Kenndaten Rückschlüsse für die Prozessauswahl zu treffen. Bild 1.9 verdeutlicht in einem Flussdiagramm, die beschriebene Vorgehensweise.

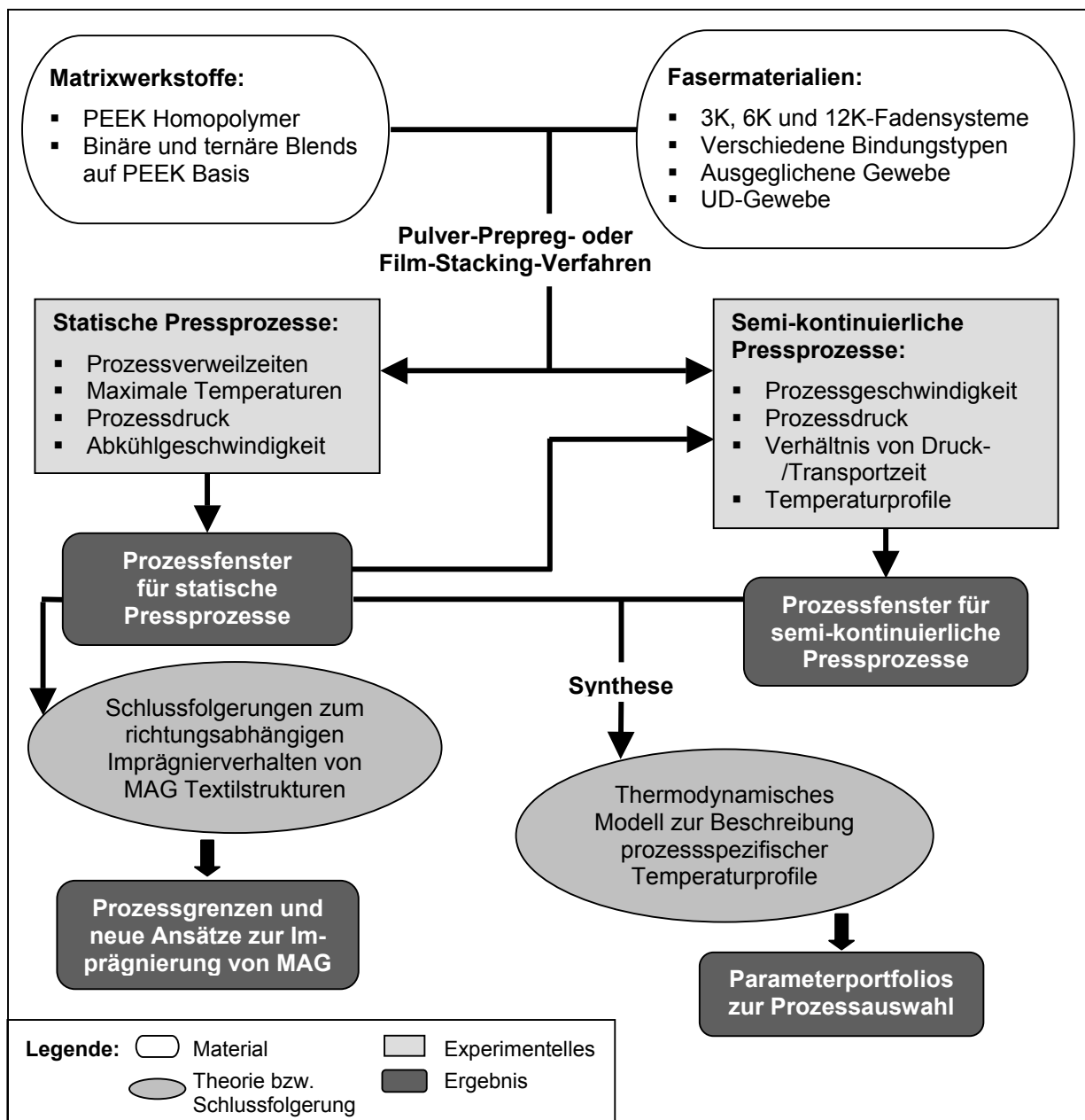


Bild 1.10: Flussdiagramm zur Struktur der vorliegenden Arbeit

## 2 Prepregtechnologie

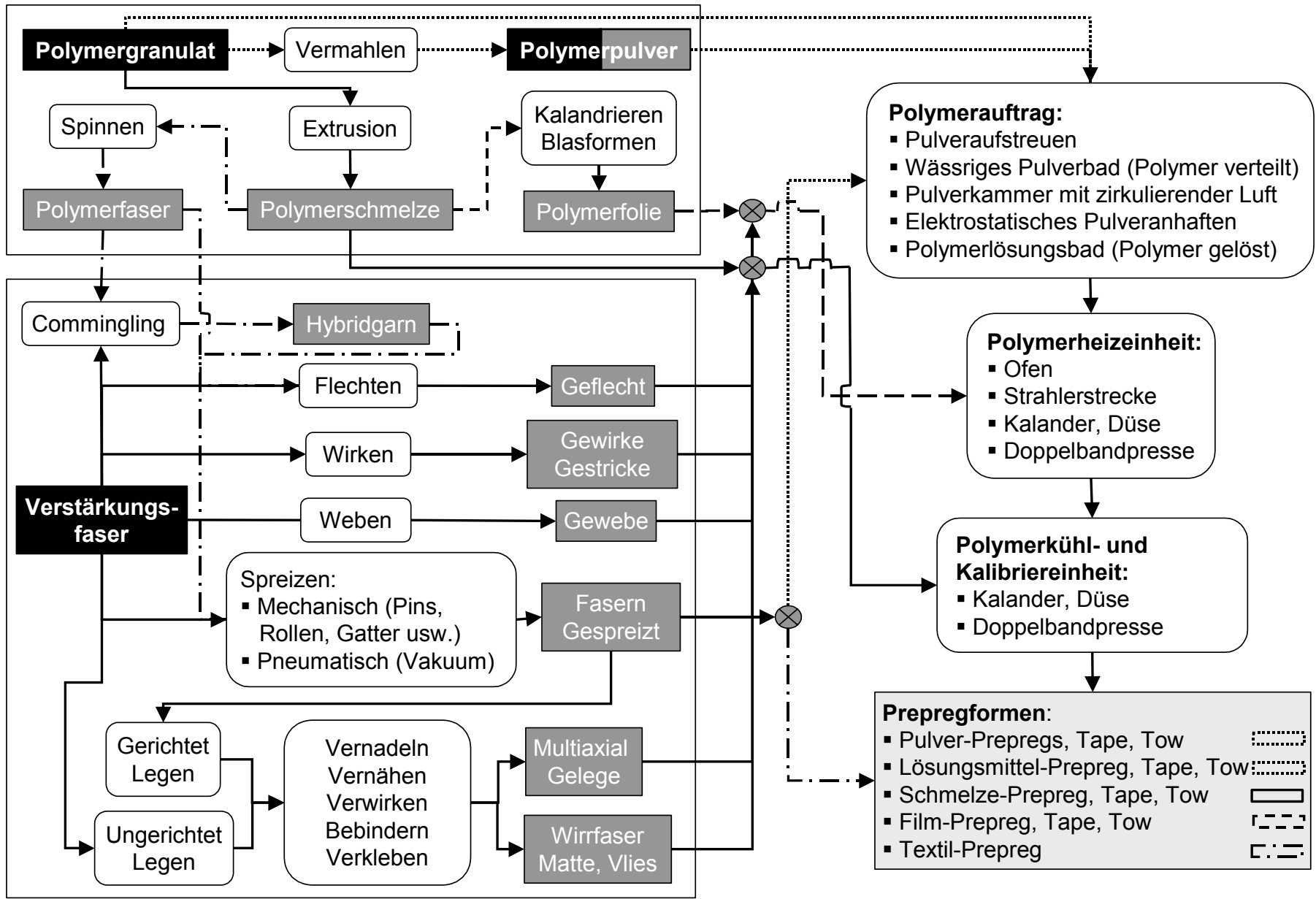
Mit dem Begriff "Prepreg" werden allgemein Halbzeugsysteme bezeichnet, bei denen die Faser- und Matrixkomponente bereits kombiniert vorliegen, die jedoch noch keine vollständige Imprägnierung und/oder Konsolidierung aufweisen. Die Unterschiede im Imprägnierungs- und Konsolidierungsgrad resultieren aus dem gewählten Prepregverfahren.

In Bild 2.1 sind die gängigsten Prepregverfahren in einem Flussdiagramm dargestellt. Ausgehend von den Rohstoffen (Verstärkungsfaser, Polymergranulat und Polymerpulver; schwarz hinterlegte Felder in Bild 2.1) zeigt die linke Seite des Diagramms die polymer- und textilspezifischen Teilprozesse, die zu Halbzeugvorstufen (dunkelgrau hinterlegte Felder in Bild 2.1), wie z.B. Geweben oder Folien, führen. Abhängig von der Wahl der Rohstoffe und der Halbzeugvorstufen ergibt sich die Anzahl der Teilprozesse des Prepregverfahrens. Führt man beispielsweise direkt eine Polymer-schmelze mit einem ebenen textilen Halbzeug zusammen, entfällt der Teilprozess des Polymeraufheizens im Prepregverfahren. In Anlehnung an das zugrundeliegende Prepregverfahren unterscheidet man folgende Prepregformen (siehe hellgrau hinterlegtes Feld in Bild 2.1):

- Pulver-Prepregs
- Lösungsmittel-Prepregs
- Schmelze-Prepregs
- Film-Prepregs
- Textil- bzw. Hybridgarn-Prepregs
- unidirektionale Tape- und Tow-Prepregs und deren Flächengebilde (z.B. Tape- oder Tow-Gewebe)

Die Unterschiede hinsichtlich des Imprägnierungs- und Konsolidierungsgrades der einzelnen Prepregformen sind in Form von Querschnitten durch das Material schematisch in Tabelle 2.1 dargestellt. Wo möglich, sind diese schematischen Darstellungen durch reale Schliffaufnahmen von marktrelevanten und/oder Versuchsprodukten ergänzt. Die optischen Präparationsqualitäten der Schliffbilder resultieren wiederum aus den verschiedenen Imprägnierungs- und Konsolidierungsgraden und sind weiterhin von der gewählten Materialkombination abhängig.

Bild 2.1: Übersicht Prepregverfahren



- Polymerauftrag:**
- Pulveraufstreuen
  - Wässriges Pulverbad (Polymer verteilt)
  - Pulverkammer mit zirkulierender Luft
  - Elektrostatisches Pulveranhaften
  - Polymerlösungsbad (Polymer gelöst)

- Polymerheizeinheit:**
- Ofen
  - Strahlerstrecke
  - Kalender, Düse
  - Doppelbandpresse

- Polymerkühl- und Kalibriereinheit:**
- Kalender, Düse
  - Doppelbandpresse

- Prepregformen:**
- Pulver-Prepregs, Tape, Tow
  - Lösungsmittel-Prepreg, Tape, Tow
  - Schmelze-Prepreg, Tape, Tow
  - Film-Prepreg, Tape, Tow
  - Textil-Prepreg

Tabelle 2.1: Übersichtstabelle Prepregmaterialien (● Fasern, ○ Matrix)

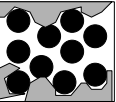
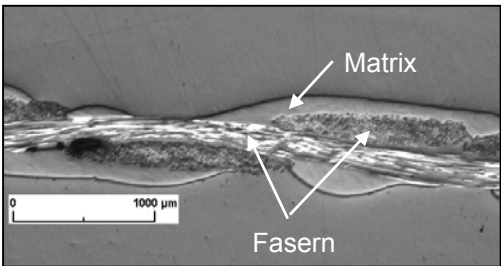
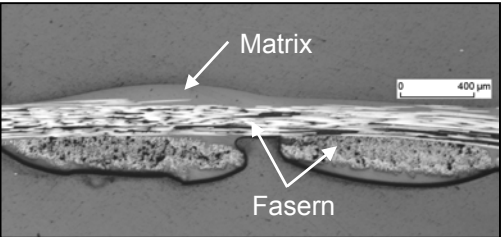
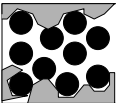
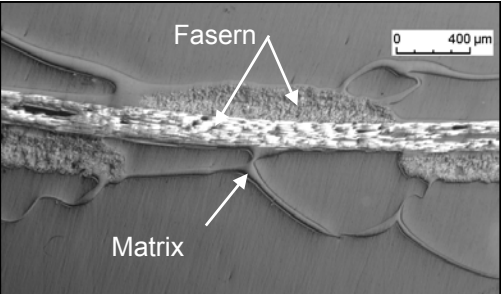
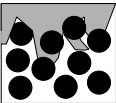
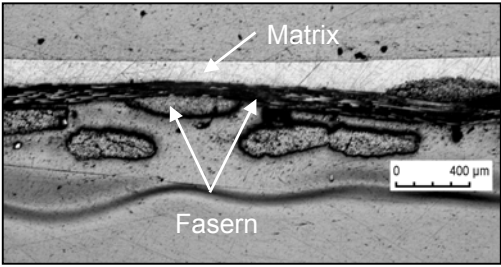
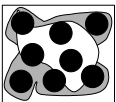
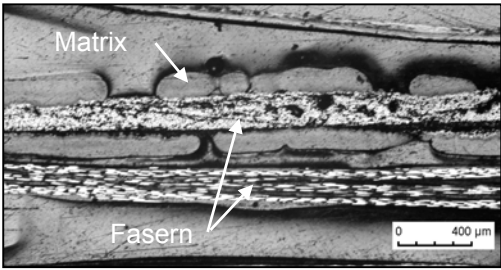
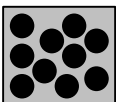
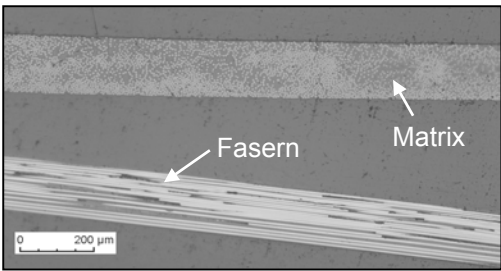
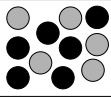
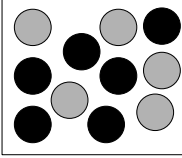
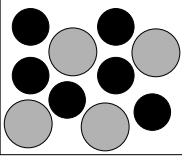
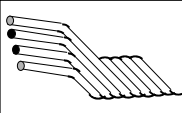
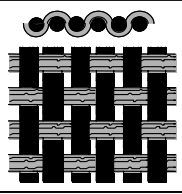
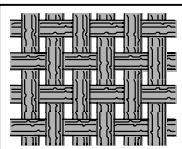
Prepregtyp	Imprägnierungs- und Konsolidierungsgrad	Herstellung und Bemerkungen
Pulver-Prepregs 		Herstellung über einen Pulver-aufstreuprozess  Bsp.: CF/PEEK-Prepreg Versuchsprodukt hergestellt am IVW, siehe Prozessbeschreibung Kapitel 2.1
		Herstellung über eine wässrige Pulversuspension  Bsp.: CF/PEEK-Prepreg Versuchsprodukt hergestellt am IVW
Lösungsmittel-Prepreg 		Herstellung über ein Lösungsmittelbad  Bsp.: CF/PEI-Prepreg, Cetex <sup>®</sup> Thermoplastics
Film- und Schmelze-Prepreg 		Herstellung über einen Press- oder Kaschierprozess mit einer Folie oder einer Schmelze  Bsp.: GF/PPS-Prepreg, TEPEX <sup>®</sup> semipreg
"Coated"-Tow 		Herstellung über einen Pulver-aufstreuprozess  Bsp.: CF/PA6-Prepreg, TowFlex <sup>®</sup> -Gewebe
UD-Tape 		Herstellung über einen Imprägnierbadprozess  Bsp.: CF/PEEK-Prepreg, SUPreM <sup>®</sup> -Tape-Gewebe



Tabelle 2.1: Übersichtstabelle Prepregmaterialien (● Fasern, ○ Matrix)

Prepregtyp	Imprägnierungs- und Konsolidierungsgrad	Herstellung und Bemerkungen
Textil- bzw. Hybridgarn-Prepregs 	 Vermischte Hybridgarne (Commingled Garne), Hybrid-Stapelfasergarne	Hybridgarne werden beispielsweise über Lufttexturietechniken hergestellt. Die links dargestellten Systembilder zeigen Garne mit unterschiedlich großem Matrixfaserdurchmesser.
	 Umspinnene Hybridgarne (Co-wrapping Garne)	
		
	 Textilstrukturen die aus Polymer- und Verstärkungsfasern bestehen, z.B. Co-weaving	Herstellung mittels der in Bild 2.1 dargestellten textilen Verarbeitungsprozesse.
	 Textilstrukturen aus Hybridgarnen, z.B. Gewebe	

*Pulver-Prepregs, UD-Tapes und Tow-Materialien:* Eine sehr einfache Möglichkeit, thermoplastische Prepregs herzustellen, bietet die Verwendung von Polymerpulvern. Sofern das Polymer bei der Herstellung nicht direkt als Pulver anfällt, kann die Pulverform durch kryogenes Vermahlen aus dem Granulat hergestellt werden. Auf diesem Weg sind auch spezielle Polymercompounds und Polymerblends über die Pulver-Prepregtechnologie verarbeitbar. Die Kosten für das Mahlen eines Granulats liegen bei einer Materialmenge von ca. 1 Tonne im Bereich von 1 bis 2 €/kg. Zusätzlich besteht die Möglichkeit, die Eigenschaften des Matrixpulvers durch die Zugabe von pulverförmigen Additiven zu beeinflussen.

Der Pulverauftrag im Prepregprozess erfolgt entweder in einem Imprägnierbad (durch ein Wirbelbett oder dispergiert in einer Flüssigkeit), durch direktes Aufstreuen des Pulvers oder über elektrostatisches Polymeranhaften. Im folgenden Prozessschritt wird das locker am Faden- oder der Textilstruktur anhaftende Pulver durch eine Heizstrecke (Ofen, Strahlerstrecke, Kalandrier, Düse oder Doppelbandpresse)

geführt, die das Polymer aufschmilzt und im Falle der Tränkung über eine Suspension die Flüssigkeit verdampft. Dabei dringt die Matrix, abhängig vom einwirkenden Prozessdruck, teilweise oder vollständig in die Verstärkungsstruktur ein und verfestigt sie. Dies ist vorteilhaft für die spätere Handhabung des Prepregmaterials, da das Zuschneiden, Einspannen und Zuführen in einen Folgeprozess hierdurch vereinfacht wird. Nachteilig ist jedoch der Verlust der Drapierbarkeit bei Textilstrukturen.

Die Großserientauglichkeit eines Pulveraufstreuprozesses auf eine ebene Textilstruktur wurde beispielsweise von der Firma *Hüls AG*, Marl, Deutschland, bei der Herstellung von Vestopreg<sup>®</sup> (GF/PA 12 – Pulverprepreg) gezeigt. Dieses Pulver-Prepregmaterial wurde in breiten Untersuchungen durch die Firma *BMW AG*, München, Deutschland, aber auch an der *IVW GmbH* verarbeitet und charakterisiert [23, 24, 25]. Aktuell bietet die Firma *Porcher Industries* flächige GF/PA12 Pulver-Prepregs und weitere Faser-/Matrixkombinationen in dieser Form an (siehe Tabelle 2.1). Anhand der bestehenden Prozesstechnik für das Produkt Vestopreg<sup>®</sup> entwickelte die *IVW GmbH* ein Verfahrenspatent [26] für die Herstellung von thermoplastischen Pulver-Prepregs auf Basis von homopolymeren HT-Thermoplasten (PEEK, PPS, PES usw.).

Auf dem Gebiet der UD-Tapematerialien setzt beispielsweise die Firma *Gurit SUPREM* einen Pulver-Prepregprozess ein, bei dem die zuvor gespreizten Faserbündel in einem wässrigen Pulverbad getränkt werden [27, 28, 29]. Im Anschluss daran wird die Flüssigkeit in einer Ofenstrecke verdampft, das Polymer geschmolzen und das Material über eine Düse zu einem UD-Tape kalibriert. Solche UD-Tapes werden vorwiegend mittels thermoplastischen Wickel- und Tapelegeverfahren verarbeitet [30, 31]. Alternativ kann über einen Webprozess ein sogenanntes Tape-Gewebe hergestellt werden. Aufgrund der hohen Steifigkeit der vollständig imprägnierten Tapematerialien ist dieser Webprozess aber nur bei geringen Geschwindigkeiten durchführbar. Das in Tabelle 2.1 dargestellte "Coated"-Tow Material bezeichnet ein nicht vollständig imprägniertes Faserbündel, bei dem das im Prozess aufgebraute Polymerpulver lediglich an der Bündeloberfläche anhaftet (z.B. *TowFlex<sup>®</sup>*, *Hexcel-Applied Fiber Systems*) [32, 33]. Im Zuge der Plattenherstellung werden diese Produkte zumeist in Gewebeform eingesetzt. Der Webprozess ist hier einfacher durchführbar, da das Material eine geringere Steifigkeit besitzt als ein vollständig imprägniertes UD-Tape.

*Lösungsmittel-Prepregs:* In den frühen siebziger Jahren fanden erste Versuche zur Imprägnierung von Kohlenstofffasern mit in organischen Medien gelöstem PSU und PC statt. Mit dieser Technik hergestellte Gewebeprepregs werden heute von der Firma *Ten Cate Advanced Composites b.v.* insbesondere für Luftfahrtanwendungen angeboten (CF/PEI- und GF/PEI-Prepregs) [34, 35]. Die Lösungsmittelimprägnierung zeichnet sich aufgrund der geringen Viskosität der Polymerlösung durch ein sehr gutes Imprägnierverhalten aus, was der in Tabelle 2.1 dargestellte Querschliff eines GF/PEI-Prepregs belegt. Die im Schliff erkennbaren großen Luftblasen in den Matrixbereichen resultieren aus der Lösungsmittelverdampfung. Voraussetzung für dieses Verfahren ist, dass für den Matrixwerkstoff ein Lösungsmittel existiert und dass dieses gut abdampfbar, möglichst ungiftig (MAK-Wert) und nicht kanzerogen ist, da ansonsten hohe Folgekosten für Absaugung und Reinigung den Prozess unwirtschaftlich machen.

*Film- und Schmelze-Prepregs:* Ausgehend von einem Polymergranulat kann eine Polymerschmelze entweder direkt mit einer Faden-/Textilstruktur in Kontakt gebracht werden oder über eine Breitschlitzdüsenextrusion mit einem nachgeschalteten Kalibrierprozess (Kalandrierwerk) zu einer Folie geformt werden. Die Polymerfolien werden dann in einem nachgeschalteten Prepregverfahren erneut erwärmt und auf eine Faden-/Textilstruktur aufkaschiert oder aufgepresst (siehe Bild 2.1). Die Kosten für die Folienextrusion sind hierbei stark vom zu verarbeitenden Matrixwerkstoff abhängig und liegen für Hochtemperaturthermoplaste im Bereich von 20 % - 40 % der Rohgranulatkosten.

Unter den Handelsnamen TEPEX<sup>®</sup> semipreg (*Bond-Laminates GmbH*) und Cetex<sup>®</sup> Semi-pregs (*Ten Cate Advanced Composites b.v.*) sind derzeit am Markt vorwiegend CF- und GF-verstärkte PPS-Prepregs erhältlich, die über eine Polymerfolie hergestellt werden [36]. Diese Art der Prepregtechnologie ist aber mit allen Verstärkungs- und Foliensystemen durchführbar.

Die *Plytron GmbH* vertreibt ein GF/PP UD-Prepregmaterial (Handelsname Plytron<sup>®</sup>), das direkt über einen Schmelzimprägnierprozess hergestellt wird. Die zuvor gespreizten GF-Stränge werden hierbei in einem Schmelzbad, welches kontinuierlich nachbefüllt wird, mit dem Matrixsystem getränkt [37, 38].

*Textil- bzw. Hybridgarn-Prepregs:* Ist der Matrixwerkstoff in Filamentform erhältlich, kann er zusammen mit den Verstärkungsfasern im Textilherstellungsprozess eingesetzt werden. Geschieht dies bereits bei der Fadenherstellung, erhält man Mischgarne oder Mischrovings, die zusammengefasst mit dem Begriff Hybridgarne bezeichnet werden [39]. Da hier die Matrix- und die Faserkomponente bereits sehr gut durchmischt vorliegen, sind im Halbzeugherstellungsprozess nur geringe Fließweglängen zurückzulegen. In erster Linie muss die sich im Garn befindliche Luft durch den Pressprozess verdrängt werden.

Die Weiterverarbeitung solcher Hybridgarne zu Plattenhalbzeugen beinhaltet zumeist einen ebenen Textilherstellungsschritt wie z.B. Weben oder Legen (siehe Bild 2.1), so dass im Pressprozess so genannte Hybridgarngewebe oder –gelege verwendet werden. Alternativ können die Hybridgarne auch direkt in den Halbzeugherstellungsprozess integriert werden, was letztlich auf eine Kombination eines ebenen, kontinuierlichen Textilprozesses mit einem kontinuierlichen Pressprozess hinausläuft [40, 41]. Als dritte Alternative können die Verstärkungs- und die Matrixfaser noch im ebenen Textilprozess kombiniert werden. Hier sind Techniken wie das Co-weaving oder Co-knitting zu nennen. Jedoch bringen diese Methoden keine Verkürzung des Fließweges mit sich. Den Vorteilen der Textil-Prepregs, wie z.B. die gute Drapierbarkeit, Lösungsmittelfreiheit und die Verwendung rationeller, textiler Verarbeitungsprozesse, steht der relativ hohe Herstellungsaufwand der Polymerfilamente gegenüber.

Das bekannteste und mengenbezogen wichtigste Hybridgarnprodukt wird unter dem Handelsnamen Twintex<sup>®</sup> von der Firma *Saint Gobain Vetrotex* vermarktet und ist als Pellet, endloser Roving, in Gewebeform sowie als konsolidierte Platte erhältlich [42, 43]. Neben der zumeist eingesetzten GF/PP-Materialkombination ist mittlerweile auch eine GF/PET-Variante erhältlich. Die Firma *Cytec Industries Inc.* bietet com-mingeld Garne mit PA6 Matrix und GF- oder CF-Verstärkung an (Handelsname *Cylon*<sup>®</sup>) [44]. Garne mit PPS, PEI und PEEK Matrices befinden sich im Entwicklungsstadium. Im Bereich der Stapelfasergarne bietet die Firma *Schappe Techniques, Charnoz, Frankreich*, Hybridgarnprodukte mit GF-, AF-, CF-Verstärkung und PP, PA6, PA66, PA12, PPS, PEI, PEEK an (Handelsname *TPFL*<sup>®</sup>) [45].

In Tabelle 2.2 sind die qualitativen Eigenschaften verschiedener Prepregtypen und die verfahrensbedingten Merkmale der zugrunde liegenden Prepreg-Prozesse ver-

gleichend dargestellt [5]. Die aktuell verfügbaren Materialkombinationen der einzelnen Hersteller sind im Anhang in Kapitel 13, Tabelle 13.1 aufgeführt.

Tabelle 2.2: Vergleich Prepregmaterialien und –verfahren [5]

Prepreg-Merkmale	Prepregtyp							
	Pulver	Suspension	Lösungsmittel	Schmelze	Film	UD-Tow	UD-Tape	Textil / Hybrid
Imprägnierungsgrad	gering	mittel	mittel	hoch	mittel	mittel	hoch	mittel
Verbleibender Fließweg	hoch	mittel	mittel	gering	mittel	mittel	gering	gering
Variation Faser- volumengehalt	hoch	hoch	hoch	hoch	mittel	hoch	hoch	gering
Handhabbarkeit	hoch	hoch	hoch	hoch	hoch	hoch	hoch	gering
Drapierbarkeit	gering	gering	gering	gering	gering	mittel*	gering*	hoch
Prozess-Merkmale	Pulver	Suspension	Lösungsmittel	Schmelze	Film	UD-Tow	UD-Tape	Textil / Hybrid
Geschwindigkeit	hoch	hoch	mittel	mittel	mittel	hoch	hoch	mittel
Verfügbarkeit der TP-Form **	mittel	mittel	nur amorphe TP	hoch	mittel	mittel	mittel	gering
Anlagenkosten	mittel	mittel	hoch	hoch	hoch	gering	gering	gering-hoch
Emissionen	gering	gering	hoch	mittel	mittel	gering	gering	gering

\* Drapierbarkeiten von Geweben aus UD-Tows bzw. -Tapes

\*\* TP-Form = Granulat, Pulver, Filament usw.

## 2.1 Pulver-Prepregtechnologie

Am IVW wurde eine Pulver-Prepreganlage konzipiert und installiert, mit der verschiedenartige ebene Textilstrukturen ein- oder beidseitig beschichtet werden können. Die in Bild 2.2 gezeigte Schema-Darstellung der Anlage dokumentiert die wichtigsten Prozessstationen. Ausgehend von einer ersten Abwickelstation wird das Verstärkungstextil über eine Walzenanordnung geleitet, welche die Regelung der Bahnspannung übernimmt. Mit dem ersten Strahlerfeld vor dem Streuer kann eine thermische Behandlung (Vortrocknung, Oberflächenbehandlung und -aktivierung) der Textilstruktur durchgeführt werden. Der Abstand der Strahler zur Textilbahn ist höhenverstellbar ausgeführt. Dies gilt auch für die dem Streuer nachgeschalteten Strahlerfelder. Alternativ kann das vorgelagerte Strahlerfeld hinter den Streuer gesetzt werden, um die eigentliche Heizstrecke zu verlängern.

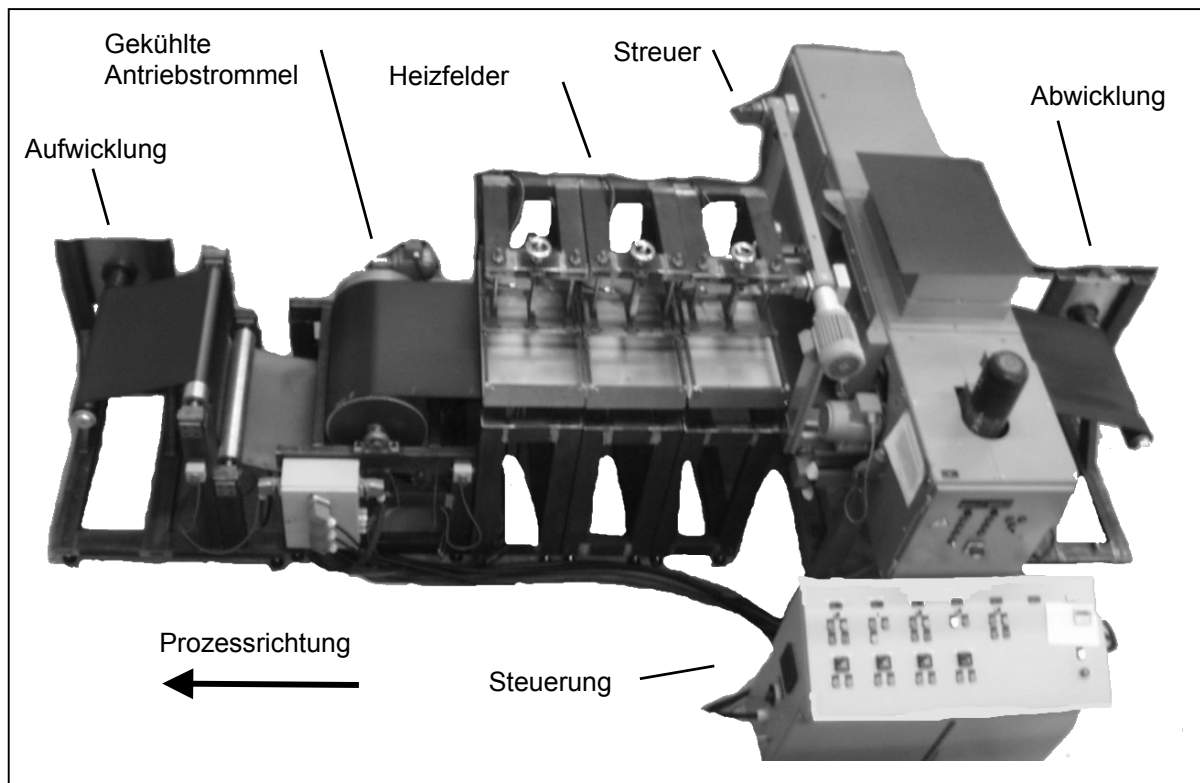


Bild 2.2: Pulver-Prepreganlage der IVW GmbH

Der Pulveraustrag des Streuers und damit der Pulverauftrag auf das Textil wird durch die eingestellte Drehzahl der Nadelwalze, die Art des Nadelaufzugs (Nadeldicken und -abstände) und durch die Ausbildung der Ausbürsteinheit sowie deren oszillierende Bewegung determiniert [46, 47]. Weiterhin kann das sich einstellende Streubild durch die Anordnung der unterhalb der Austragswalze angebrachten Rüttelsiebe beeinflusst werden, was speziell bei geringen Flächenauftragsmengen zum Tragen kommt [47].

Das aufgestreute Matrixgewicht hängt von der gewählten Prozessgeschwindigkeit ab. Diese wiederum ist über das Aufschmelzverhalten des Matrixwerkstoffes (Korngrößen-/Oberflächenvolumenverteilung und Schmelztemperatur) und über die Auftragsmenge mit dem zu wählenden Temperaturprofil der Strahler verknüpft. Die Infrarotstrahlerfelder der Heizstrecke sind getrennt regelbar (Temperaturbereich bis 450 °C), so dass gegebenenfalls ein Temperaturprofil eingestellt werden kann. Beim Durchlaufen der Heizstrecke wird das Matrixpulver aufgeschmolzen und haftet dadurch leicht am Textil an. Hierbei kommt es jedoch nicht zu einer Mikroimprägnierung (Eindringen der Polymerschmelze in die Filamentzwischenräume), lediglich die

makroskopischen Textilzwischenräume können teilweise gefüllt werden (siehe Tabelle 2.1). Die Abkühlung und Verfestigung der Matrix erfolgt in der Regel an Luft. Sollen Polymere aus dem Bereich der Hochtemperaturthermoplaste verarbeitet werden, ist noch eine zusätzliche Kühlung der Antriebstrommel möglich. Abschließend wird das Pulverprepreg einer Aufwickelstation zugeführt.

Für eine beidseitige Beschichtung muss der Vorgang nochmals wiederholt werden. Die Eigenschaften der nach diesem Prinzip hergestellten Pulverprepregs sind in Tabelle 2.2 aufgeführt.

## 2.2 Prozessgrößen am Beispiel GF/TPU

Der Einsatz dieser Pulver-Prepregtechnologie im Rahmen der Materialentwicklung wird beispielhaft anhand eines maßzuschneidernden GF/TPU-Laminats gezeigt, das als Halbzeug zur Herstellung einer Sicherheitsschuhkappe diente [48].

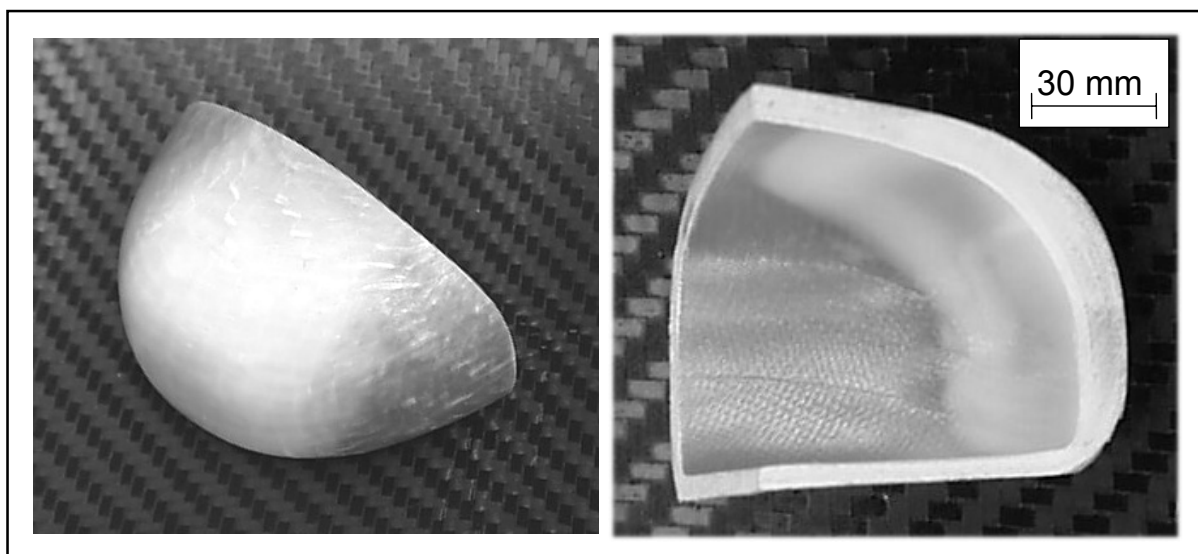


Bild 2.3: Thermogeformte Sicherheitsschuhkappe aus GF/TPU

Wie in Bild 2.3 dargestellt, besitzt die Schuhkappe einen angepassten Wanddickenverlauf, um im Impactfall eine optimale Kraftaufnahme zu realisieren. Durch die belastungsgerechte Anpassung des Wanddickenverlaufs in Kombination mit einer Faserverstärkung und dem inhärent toleranten Impactverhalten der thermoplastischen Elastomermatrix ist im Vergleich zu einer Spritzgusskappe eine Verringerung der Wanddicke möglich. Die Herstellung der Schuhkappe aus Organoblechen verschiedener Dicke erfolgte mittels Thermoformen in einem Prozessschritt (siehe Bild 1.3).

Der Grundansatz der Matrixmaterialentwicklung im Bereich der TPU's zielte darauf ab, im Impactfall das bessere Versagensverhalten des thermoplastischen Elastomers gegenüber dem eines technischen Thermoplasten, wie PA66, gezielt zu nutzen.

Das mechanische Leistungsniveau für die Materialentwicklung in bezug auf die Materialfestigkeit wurde ausgehend von einem bestehenden GF/PA66-Laminat definiert. Insgesamt wurden in einem Entwicklungszeitraum von einem Jahr 9 verschiedene TPU-Matrixmaterialien (Benennung: TPU-A bis TPU-I). getestet bzw. weiterentwickelt

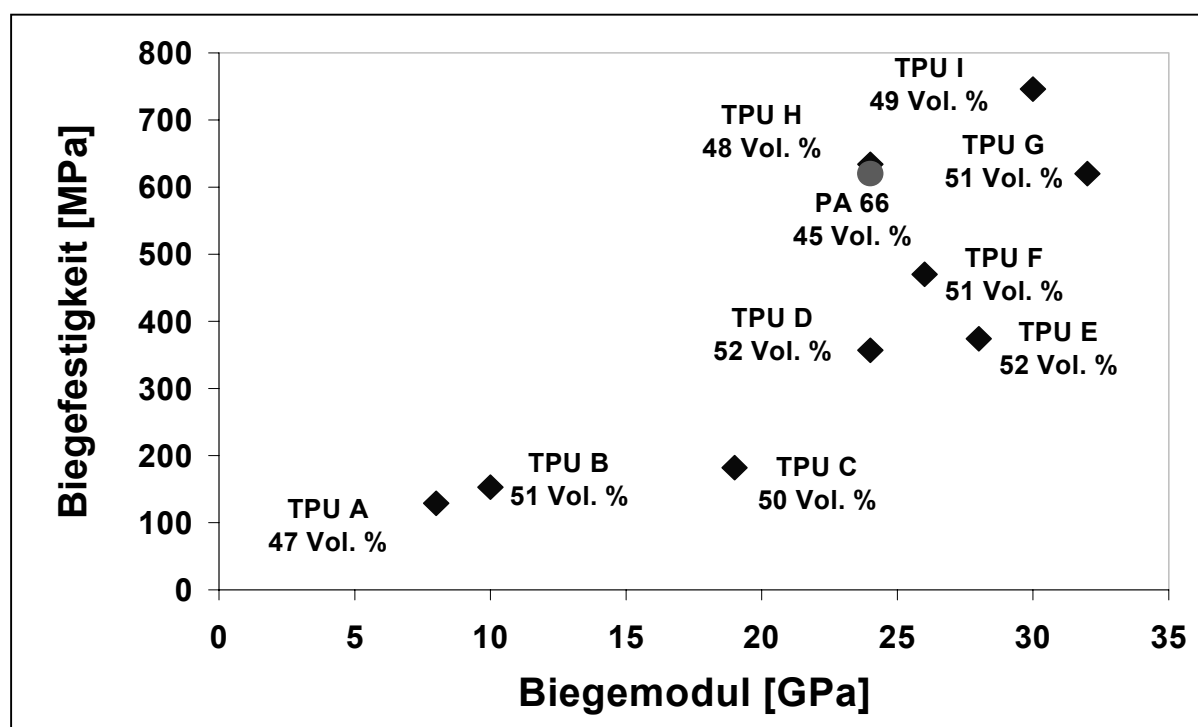


Bild 2.4: Laminatkennwerte GF/TPU im Vergleich zu GF/PA66

Hierbei wurde sukzessive die Materialfestigkeit bzw. der Shore-Härtegrad der TPU-Typen verbessert, bis das angestrebte Leistungsniveau des PA66-Laminats erreicht und sogar übertroffen wurde (siehe Bild 2.4). Die Buchstaben A bis I in Bild 2.4 und 2.5 stehen für die verschiedenen Shore-Härtegrade, wobei der Härtegrad von A bis I ansteigt.

Bei der Halbzeugherstellung konnte durch den Einsatz der Pulver-Prepregtechnologie bereits mit sehr kleinen Matrixmaterialmengen (5 – 25 kg) in einer für den kontinuierlichen Doppelbandpressen-Prozess geeigneten Prepregbreite von 635 mm gearbeitet werden. Eine Vorgehensweise über das Film-Stacking-Verfahren hätte eine aufwendige Folienextrusion in der entsprechenden Breite gefor-



dert. Dies bedingt jedoch eine größere Menge an Matrixmaterial und ist bei TPU-Matrizes mit Shore-Härtegraden größer 60 D nur schwer realisierbar.

Die angepassten, meist über den Weg der Compoundierung hergestellten TPU-Granulate, wurden zunächst kryogen vermahlen. Nach dem Mahlen musste eine definierte Korngrößenverteilung vorliegen, um die Verarbeitbarkeit mit dem vorhandenen Streuer sicherzustellen. Gleichmäßige Streubilder erreicht man mit der gegebenen Nadelwalzengeometrie bei einem Verteilungsmaximum im Bereich 100-300  $\mu\text{m}$  (siehe Bild 2.5).

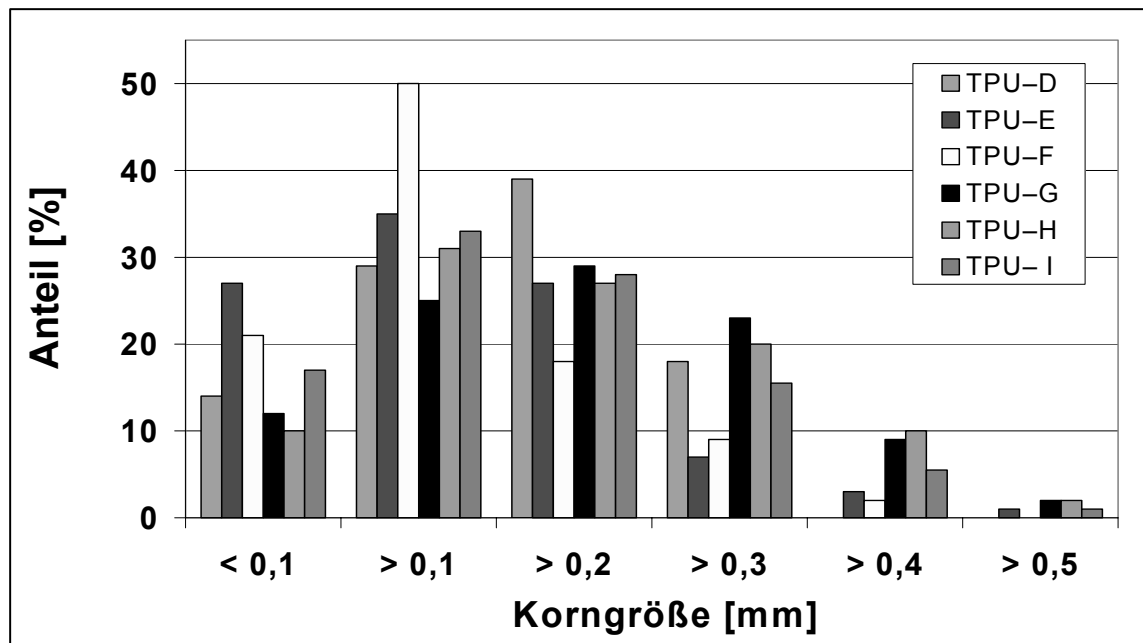


Bild 2.5: Korngrößenverteilung TPU-Matrizes

Bevor mit der eigentlichen Prepregherstellung begonnen wird, ermittelt man über eine Vorversuchsreihe das drehzahlabhängige Streuverhalten des Matrixpulvers hinsichtlich der Austragsmenge und der Verteilung über der Textilbreite.

Durch die fortlaufende Dokumentation des Streuverhaltens über der Textilbreite auch während der Prepregherstellung können Dickenschwankungen in den herzustellenden Organoblechen minimiert werden (siehe Bild 2.6). Damit konnte mittels der Pulver-Prepregtechnologie ein Verfahren zur Verfügung gestellt werden, dass reproduzierbare und definierte Faservolumenanteile bzw. Laminatdicken sicherstellt.

Die zu wählenden Strahlerfeldtemperaturen sowie die Prozessgeschwindigkeit wurden über Aufschmelzversuche bestimmt. Für die hier aufgeführten TPU-Typen konnten auf der IVW-Laboranlage Faservolumenanteile um ca. 50 Vol. % bei einer Prozessgeschwindigkeit von 0,8 – 1 m/min pro Beschichtungsseite erreicht werden.

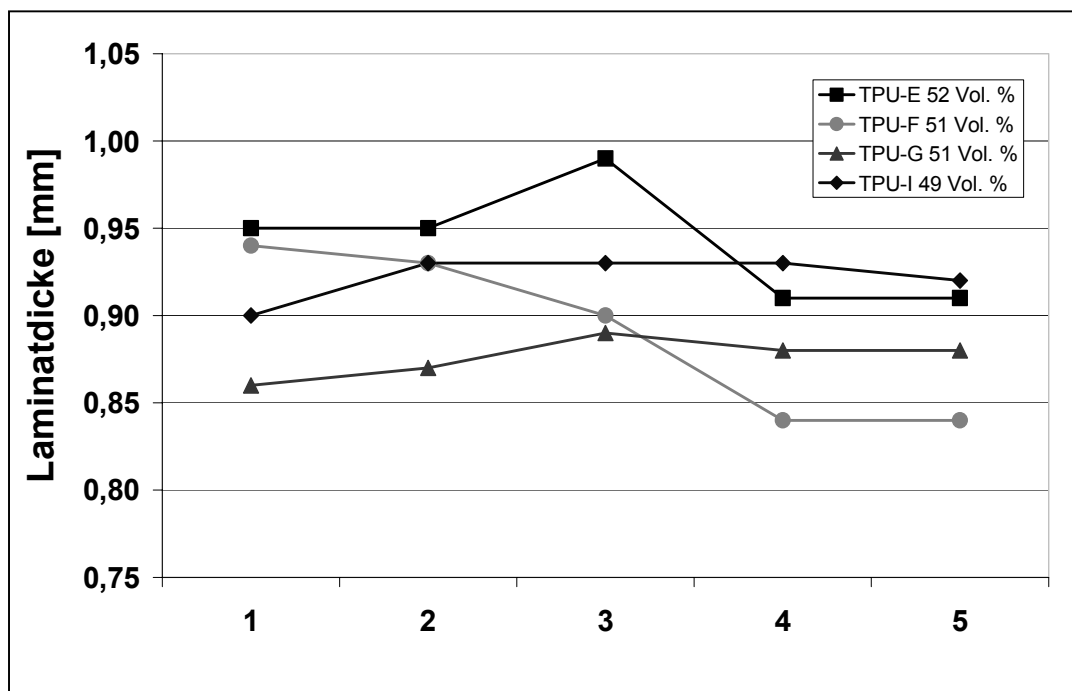


Bild 2.6: Materialdickenverteilung über der Breite bei GF/TPU-Laminaten

### 3 Materialien

#### 3.1 Matrixsysteme

##### 3.1.1 Matrixauswahl und Blendentwicklung

Innerhalb der Kunststoffpyramide stehen die Hochtemperatur-Thermoplaste aufgrund ihrer herausragenden Eigenschaften an der Spitze. Bild 3.1 zeigt eine detaillierte Ansicht dieses Bereichs, der weniger als 1 % des Kunststoffgesamtaufkommens darstellt. Für die Anwendungsgebiete in der Luft- und Raumfahrt finden sich hier die relevanten Matrixwerkstoffe, die den hohen mechanischen, thermischen und chemischen Anforderungen genügen.

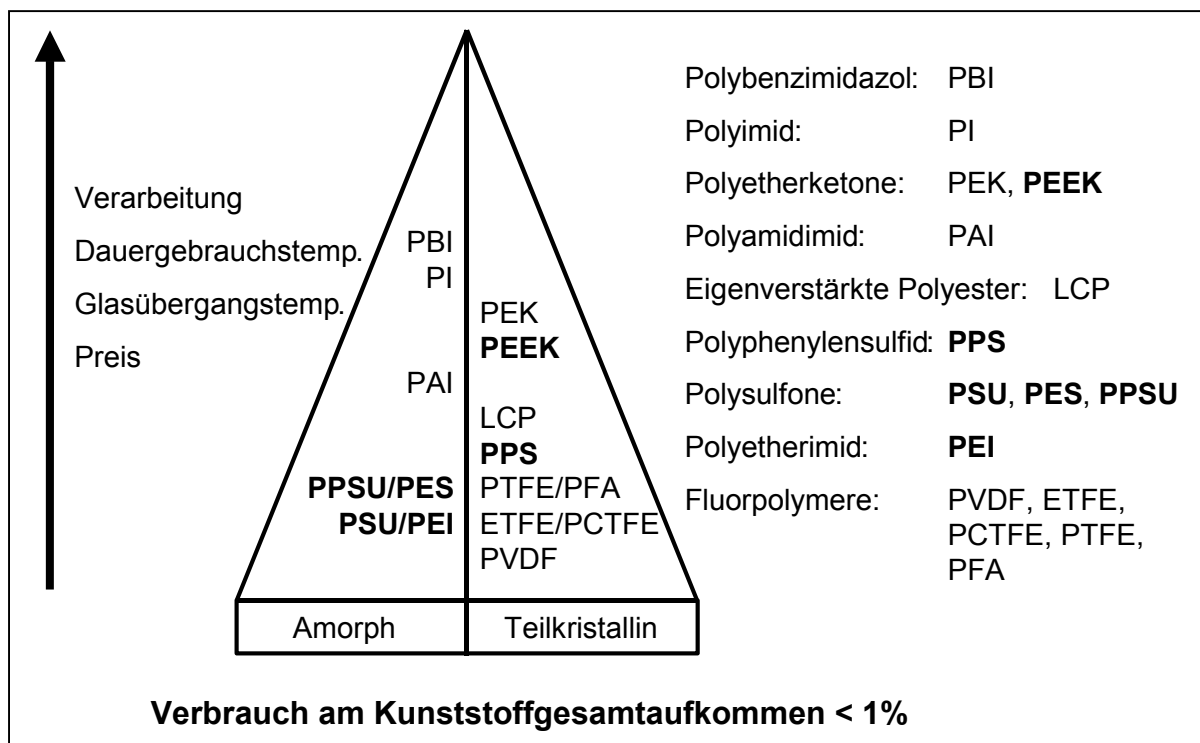


Bild 3.1: Übersicht Hochtemperatur-Thermoplaste

Kernpunkt der Entwicklungsarbeiten bilden die in Bild 3.1 hervorgehobenen Matrixsysteme, deren spezifische Eigenschaftsprofile in Bild 3.2, Tabelle 3.1 und Tabelle 3.3 näher beschrieben sind.

Endlosfaserverstärkte thermoplastische FKV mit PPS Matrix werden bereits im Flugzeugbau eingesetzt (vgl. Bild 1.8) [49]. Weiterhin existieren eine Reihe von Anwendungen mit PEI als Matrixsystem [50, 51]. Beide Systeme besitzen jedoch singuläre

Nachteile, die Ihr Einsatzspektrum beschränken. Sie versagen, wenn ein universeller Einsatz mit erhöhter Temperaturbeständigkeit  $> 80\text{ °C}$  in Kombination mit einer ausreichenden Chemikalienresistenz gefordert wird (PPS hat nur ein  $T_G$  von  $80\text{ °C}$ ; vgl. Bild 3.2, PEI hingegen ist wie alle amorphen Thermoplaste nicht "skydrolbeständig"; Skydrol bzw. Phosphatester = Hydraulikflüssigkeit in Flugzeugen). PEEK als Matrixwerkstoff hingegen besitzt all diese Eigenschaften, ist aber mit einem Preis von  $80 - 100\text{ €/kg}$  auf einem zu hohen Kostenniveau, um in Konkurrenz zu duromeren Matrixen eingesetzt zu werden. Gleiches gilt folglich auch für alle auf PEEK basierenden thermoplastischen FKV. Deshalb ist neben den bereits genannten Matrixen PPS und PEI bislang lediglich ein einziges Halbzeugmaterial mit PEEK-Matrix und CF-Verstärkung (UD-Tape, Handelsname APC-2<sup>®</sup>, *Cytec Industries Inc.*) luft- und raumfahrtqualifiziert. Die Verbindung zur Raumfahrt und die Tatsache, dass es sich um die am längsten qualifizierte Materialkombination handelt, sind Gründe für die Popularität dieses Werkstoffs, der in der Literatur in nahezu allen Untersuchungen zum Thema thermoplastische FKV mit HTT zu finden ist [52, 53, 54].

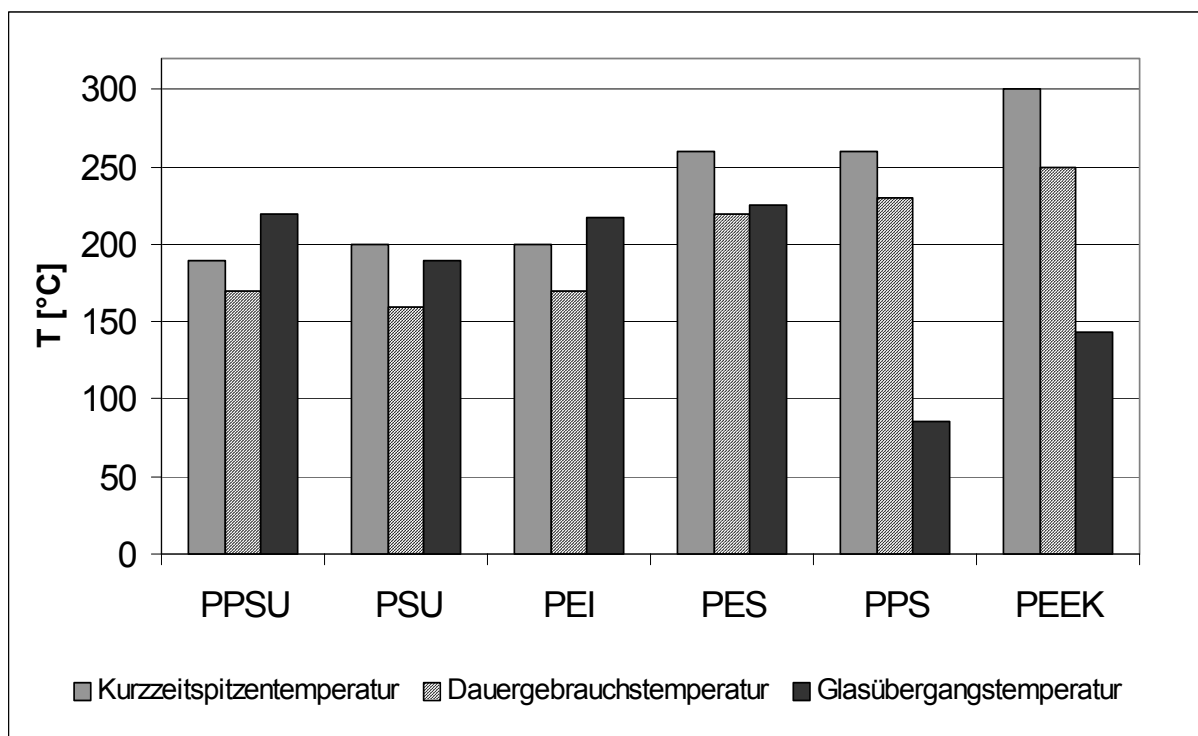


Bild 3.2: Thermische Eigenschaften Hochtemperatur-Thermoplaste [55]

Generell können seitens des Matrixwerkstoffs zwei verschiedene Wege zur Kostenreduktion für das FKV-Halbzeug eingeschlagen werden. Ziel ist hierbei eine Maß-

schneiderung des Werkstoffs, die entweder durch einen funktionalen Mehrschichtverbund, bestehend aus unterschiedlichen Matrixwerkstoffschichten, oder durch ein gezieltes Mischen (Blenden) einzelner Matrixkomponenten erreicht wird.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde die Vorgehensweise über die Blendtechnologie eingeschlagen. Ausgehend von der reinen PEEK-Matrix wurden zunächst anhand von unverstärkten binären Blends unterschiedliche Matrixmaterialkombinationen bewertet. Dies erfolgte hinsichtlich ihrer generellen Mischbarkeit und der resultierenden mechanischen Eigenschaften. Eine aus diesen Untersuchungen identifizierte, homogen mischbare Binärkomponente, bestehend aus PEEK und PEI (System Nr. 7122, Tabelle 3.1) bildete in den folgenden Versuchen mit ternären Blendsystemen die kontinuierliche Phase. Die angestrebte Zielmorphologie eines optimierten ternären Blends sowie eine reale Aufnahme eines PEEK/PEI/PES-Systems (Nr. 2015, Tabelle 3.1) sind in Bild 3.3 dargestellt. Die Hauptaufgabe der diskontinuierlichen amorphen Phase ist die Kostenreduktion im Sinne eines hochwertigen Füllwerkstoffs. Erforderlich ist hierzu die vollständige Einbettung in die kontinuierliche, binäre, teilkristalline PEEK/PEI-Phase, wodurch die Chemikalienbeständigkeit des Gesamtsystems sichergestellt wird. Die ersten Versuche mit PPSU als dritte Komponente waren aufgrund der hohen Schmelzviskosität nicht erfolgreich.

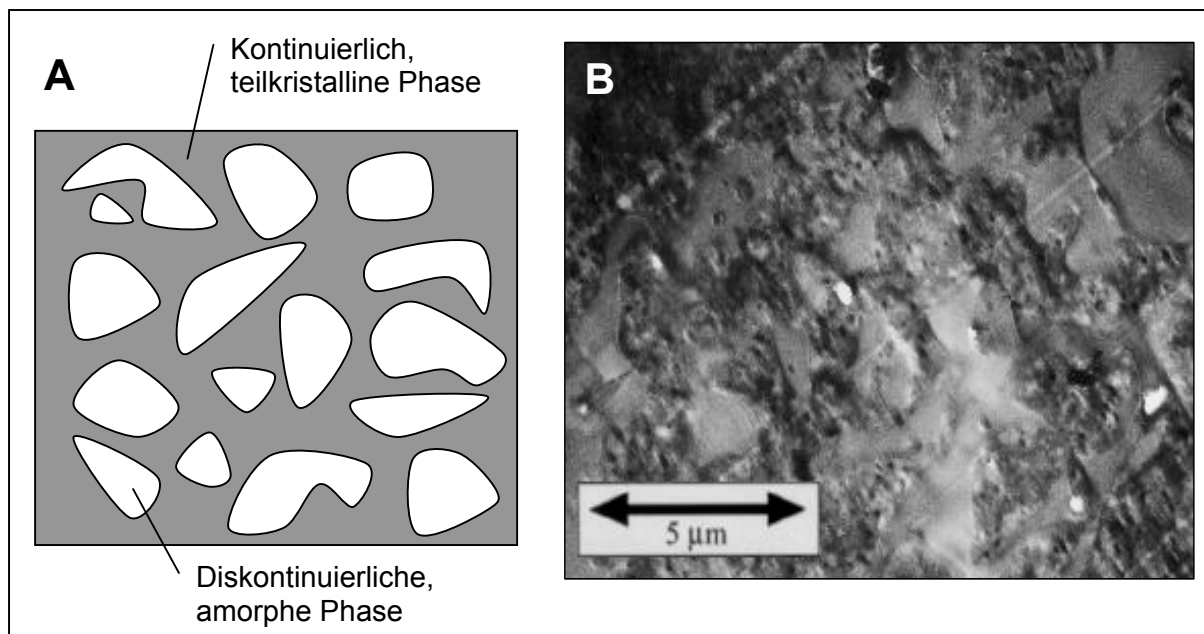


Bild 3.3: Blendmorphologie (A: Zielmorphologie, B: Phasenverteilung eines unverstärkten PEEK/PEI/PES Nr. 2015 Blendsystems) [56]

Deshalb konzentrierten sich die weiteren Betrachtungen auf leichtfließende PES- und PSU-Polymerarten als diskontinuierliche Phase (vgl. Tabelle 3.1). Um die Eigenschaften und das Leistungspotenzial der neuen binären und ternären Blendmaterialien im Verbund und bei der Halbzeugherstellung zu beurteilen, wurde ein Standard PEEK Matrixwerkstoff (Victrex® PEEK 150 von Victrex, Lancashire, England), als Referenzsystem ausgewählt. Dieses PEEK-Polymer mit der geringsten Schmelzviskosität ist im Hinblick auf die Faserbündelimpregnierung zu bevorzugen und besitzt nach [57, 58] vergleichbare Eigenschaften mit bereits luftfahrtqualifizierten PEEK-Typen. Die neuen Blendmatrices basieren ebenfalls auf diesem PEEK-Typ. Zur Verarbeitung mit dem Pulver-Prepregverfahren wurde auf ein PEEK 150 PF Feinpulver, das direkt vom Hersteller Victrex erhältlich ist, zurückgegriffen. Für vergleichende Film-Stacking-Experimente kam eine extrudierte 50 µm Folie aus einem PEEK 151 G Spritzgusstyp - ebenfalls von Victrex – der Firma Lipp-Terler GmbH, Gaflenz, Österreich, zum Einsatz.

Die neuen Blendmatrices wurden nach der Compoundierung kryogen zu Pulvern vermahlen und analog zum reinen PEEK Pulver mit der in Kapitel 2.1 beschriebenen Pulver-Prepregtechnologie weiterverarbeitet (Korngrößenverteilung siehe Bild 3.4).

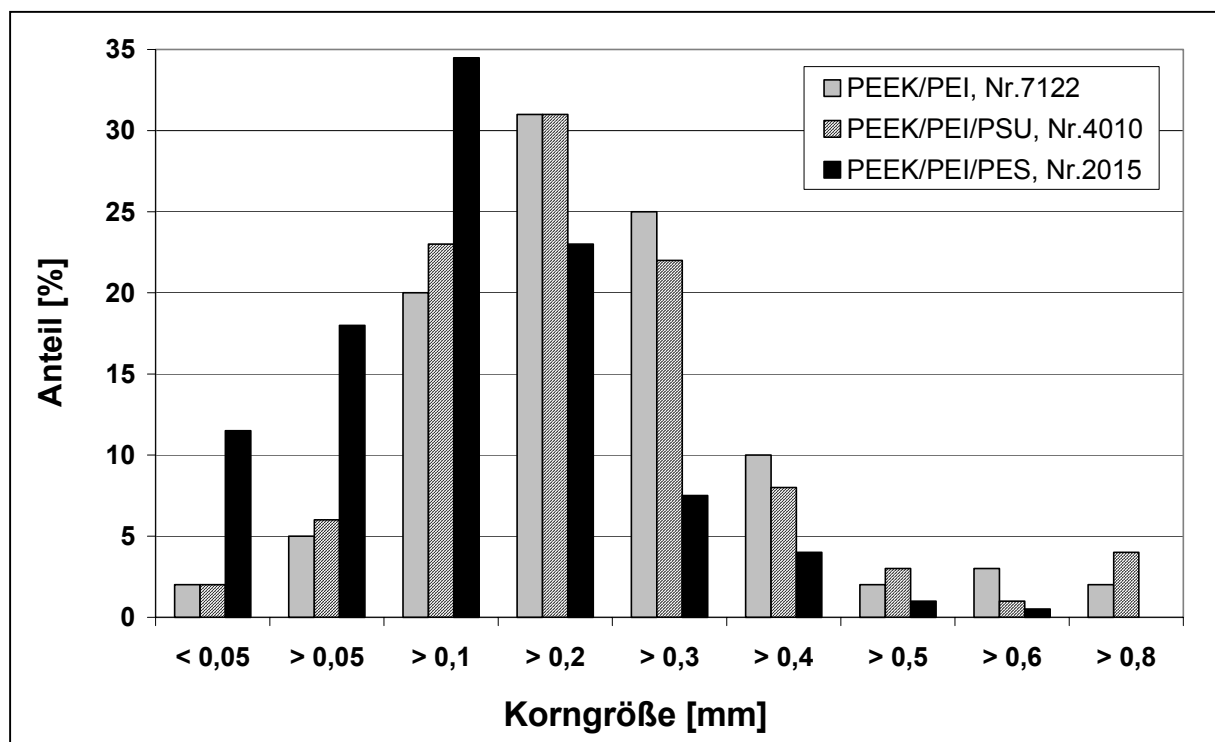


Bild 3.4: Korngrößenverteilung der Blendmatrixpulver

Tabelle 3.1 fasst die Zusammensetzung, die physikalischen und mechanischen Eigenschaften der Homopolymere und der Blendmaterialien zusammen. Zum Vergleich sind Kennwerte der Homopolymere PPS (Fortron<sup>®</sup>, Ticona GmbH, Frankfurt, Deutschland), PSU (Ultrason S<sup>®</sup>, BASF AG, Ludwigshafen, Deutschland), PES (Ultrason E<sup>®</sup>, BASF AG) and PEI (Ultem<sup>®</sup>, GE Plastics GmbH, Rüsselsheim, Deutschland) angegeben.

Die neuen Blendmaterialien besitzen ein ca. 10 % geringeres Festigkeitsniveau als reines PEEK, können aber im Gegensatz dafür höhere Dehnungen aufnehmen. Der wichtigste Vorteil liegt jedoch in den um ca. 30 % reduzierten Materialkosten im Vergleich zu reinem PEEK.

Tabelle 3.1: Eigenschaften der Matrixwerkstoffe [57, 59]

Nr.	Zusammensetzung	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Zugfestigkeit [MPa]*	Zugmodul [MPa]*	Dehnung [%]*
PPS	Homopolymer	1,35	75	3700	2,1
PSU	Homopolymer	1,24	80	2600	5,7
PES	Homopolymer	1,37	90	2700	6,7
PEI	Homopolymer	1,27	105	3200	6,0
PEEK	Homopolymer	1,32	100	3500	5,0
7122	PEEK/PEI	ca.1,30	87	3300	5,3
4010	PEEK/PEI/PSU	ca.1,28	83	2900	5,0
2015	PEEK/PEI/PES	ca.1,33	92	3400	5,7

\*Blenddaten gemessen

■ Versuchsmaterialien

### 3.1.2 Matrixrheologie - Fließgesetz nach D' Arcy

Wie in Kapitel 1.2 beschrieben, ist der Imprägnierungsvorgang einer der wichtigsten Verarbeitungsschritte im Halbzeugherstellungsprozess. Allgemein beschrieben ist der Vorgang vergleichbar mit dem Durchströmen eines porösen Mediums (Faserbett) durch eine Flüssigkeit (polymere Matrix). Die Modellierung eines solchen Vorgangs lässt sich ansatzweise auf die von Henry D' Arcy 1856 [60] empirisch ermittelte Formel zurückführen (Gl. 1). Hier tauchen neben den in Bild 1.4 beschriebenen Parametern  $K$ ,  $p$  und  $\eta$  noch die Fließgeschwindigkeit  $\bar{v}$  und die Fließdistanz  $h$  auf. Die Fließdistanz kann beispielsweise als Weg interpretiert werden, den die Matrix zur vollständigen Imprägnierung eines Faserbündels (Mikroimprägnierung, vgl. Bild 4.1, S. 42 und Bild 7.1, S. 90) zurücklegen muss.

Fließgesetz nach D'arcy: 
$$\bar{v} = \frac{dh}{dt} = -\frac{K}{\eta} \frac{dp}{dh} \quad (1)$$

Unter der Annahme konstanter Materialeigenschaften (inkompressibles Fluid mit konstanter Dichte und Viskosität) und eines von der Permeabilität unabhängigen Druckgradienten kann Gleichung 1 integriert werden (Gl. 2).

Integration von (1): 
$$h^2 = -2K \frac{t \Delta p}{\eta} \quad (2)$$

Aufgrund der von D'arcy definierten Randbedingungen scheint die Anwendung von Gleichung 1 bzw. 2 auf den Imprägnierungsvorgang eines thermoplastischen Faserverbundes zunächst nicht ohne weiteres möglich, da ein nicht-newtonsches Fluid durch ein anisotropes, elastisches Medium (Faserbett) fließt. In Tabelle 3.2 sind die Randbedingungen nochmals gegenübergestellt [61].

Tabelle 3.2: Rheologische und materialspezifische Randbedingungen für das Fließgesetz nach D'arcy und die thermoplastische FKV-Herstellung

	<b>Fließgesetz nach D'arcy</b>	<b>Imprägnierung faserverstärkter Thermoplaste</b>
Fluid	Newtonsches Verhalten inkompressibel	Nichtnewtonsches Verhalten $\eta(T, t, \dot{\gamma})$ viskoelastisches Verhalten p-v-t Abhängigkeit
poröses Medium	isotrop homogen ideal steif	anisotrop inhomogen elastisch
Fließrichtung	eindimensional	Mehrdimensional
Fließeffekte	keine	kappilar-Effekte

Trotz der in Tabelle 3.2 genannten Unterschiede stellt das Fließgesetz nach D'arcy eine gute Ausgangsbasis für die Berechnung des Imprägniervorgangs dar und wird häufig für Modellierungsansätze verwendet [62, 63]. Die materialspezifischen Eigenschaften der Matrix und des Faserbetts müssen aber, soweit möglich, berücksichtigt werden [64, 65]. Speziell die Matrixviskosität, die aufgrund ihrer Temperaturabhängigkeit mit dem nicht-isothermen Temperaturprofil des Pressprozesses gekoppelt ist, muss als variable Größe betrachtet werden.

Trägt man die Matrixviskosität über der Schergeschwindigkeit bei konstanter Temperatur auf, so erhält man den in Bild 3.5 dargestellten Verlauf, der in ein quasi-newtonsches Verhalten und ein strukturviskoses Verhalten unterteilt werden kann [66]. Für den Bereich des quasi-newtonschen Fließverhaltens (scherraten- und zeiti-



tunabhängiges Verhalten,  $\dot{\gamma} < 10 \text{ s}^{-1}$ ), lässt sich die Temperaturabhängigkeit der Viskosität durch eine Arrhenius-Beziehung [67] beschreiben (Gl. 3).

$$\text{Arrhenius-Beziehung: } \eta_0(T) = \eta_0(T_0) \exp\left[\frac{E_0}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right] \quad (3)$$

Bei einer absoluten Temperatur  $T$  [K] ist die newtonsche Viskosität  $\eta_0(T)$  [K] abhängig von der Nullviskosität  $\eta_0(T_0)$  bei der Bezugstemperatur  $T_0$  [K], der Fließaktivierungsenergie  $E_0$  und der allgemeinen Gaskonstante  $R$  ( $R = 8,341 \times 10^{-3} \text{ kJ/mol K}$ ). Mit diesem Zusammenhang kann aus jedem beliebigen prozessspezifischen Temperaturprofil ein zeit- bzw. temperaturabhängiger Verlauf der Viskosität berechnet werden.

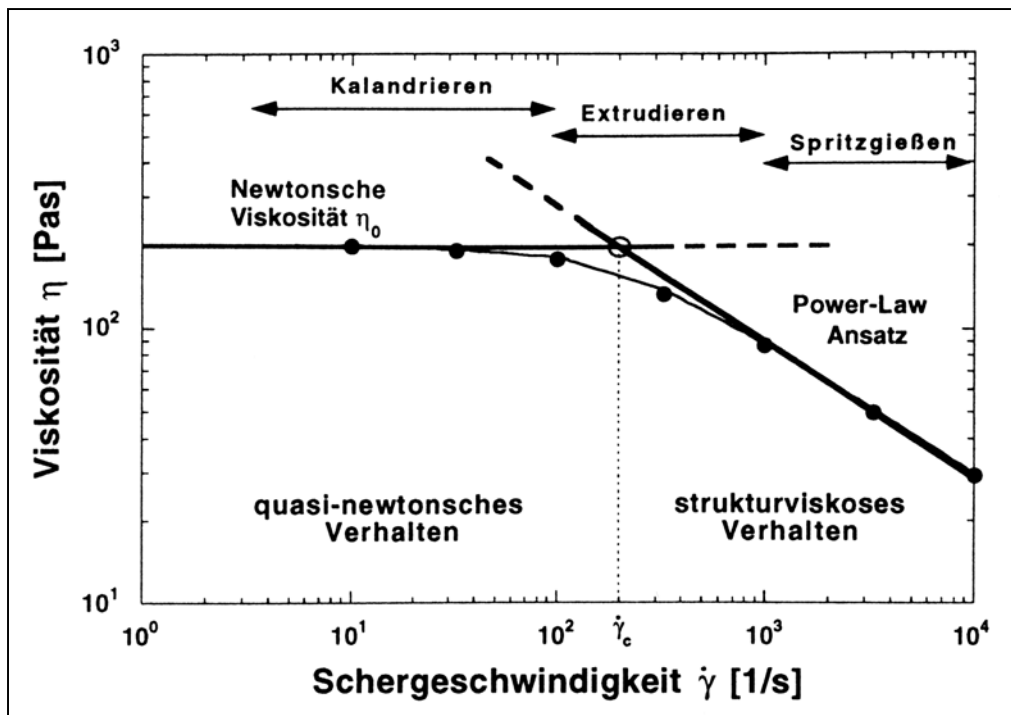


Bild 3.5: Viskositätskurve im quasi-newtonschen und strukturviskosen Bereich

Die Kennwerte zur Berechnung des temperaturabhängigen Viskositätsverhaltens für die hier betrachteten Matrixsysteme enthält Tabelle 3.3. Die angegebenen Schmelztemperaturen  $T_m$  und Kristallisationstemperaturen  $T_c$  wurden durch DSC-Messungen bei einer Heiz- bzw. Kühlrate von 10 K/min ermittelt. Zur Messung der Viskositätskennwerten wurde die Kapillarviskosimetrie mit Extruder und Schmelzpumpe herangezogen. Gegenüber konventionellen, diskontinuierlichen Messverfahren, wie dem

Platte-Platte Torsionsrheometer und der Hochdruckkapillar-Viskosimetrie kann mit dieser Anordnung eine konstante Verweilzeit der Schmelze erreicht werden.

Tabelle 3.3: Rheologische Eigenschaften der Matrixwerkstoffe

Nr.	Zusammensetzung	$T_m$ [°C]*	$T_c$ [°C]*	$\eta_0$ [Pas] bei 340 °C	$E_0$ [kJ/mol]*
PEEK	Homopolymer	340	295	405	38
4010	PEEK/PEI/PSU	343	286	-	-
2015	PEEK/PEI/PES	342	288	419	48

\* DSC-Messung mit 10 K/min

Das Problem des Temperatureinflusses während der Messzeit und des hiermit einhergehenden Viskositätsanstiegs bei diskontinuierlichen Messverfahren wird damit umgangen. Die gemessenen scherratenabhängigen Kennwerte bei den Referenztemperaturen 340 °C, 360 °C und 380 °C werden in einem weiteren Schritt in den newtonschen Fließbereich interpoliert. Dies geschieht mit einem Viskositätsmodell nach dem Carreau-Ansatz [68], welcher das strukturviskose Verhalten der Matrix als Funktion der Schergeschwindigkeit beschreibt. Auf Basis der dann vorliegenden Kenngrößen errechnen sich die Nullviskosität  $\eta_0$  und die Fließaktivierungsenergie  $E_0$  über den in Gleichung 3 gegebenen Zusammenhang.

In Bild 3.6 sind neben den gemessenen und berechneten Viskositätsdaten noch Vergleichskurven aus der Literatur angegeben [57, 58, 69]. Da bei den Literaturkenngrößen keine zugehörigen Messmethoden oder Parameter genannt werden, ist ein exakter Vergleich nicht möglich. Es ist jedoch wahrscheinlich, dass die Literaturdaten vorwiegend auf langsameren, diskontinuierlichen Messverfahren beruhen, da sie tendenziell höhere Viskositäten aufzeigen.

Der tendenzielle Verlauf der Kennwerte für reines PEEK 150 stimmt sehr gut mit den von Colton und Muzzy [58] aufgeführten Daten überein, jedoch sind die Niveaus unterschiedlich. Speziell im relevanten Verarbeitungstemperaturbereich von 390 - 400 °C ist der von Lee und Springer [57] angegebene Zusammenhang vergleichbar. Interessanterweise gibt Åström für APC-2<sup>®</sup> (CF-PEEK Tapematerial) [69] einen ähnlichen Verlauf und auch Wertebereich an, was zeigt, dass die hier eingesetzte PEEK-Type 150 mit einem marktrelevanten und luftfahrtqualifizierten Produkt vergleichbar ist. In diesem Zusammenhang ist auch das noch etwas tiefer liegende Viskositätsniveau des neuen Blends 2015 einzuordnen. Hierdurch sind theoretisch mit PEEK vergleichbare Imprägnierzeiten realisierbar.

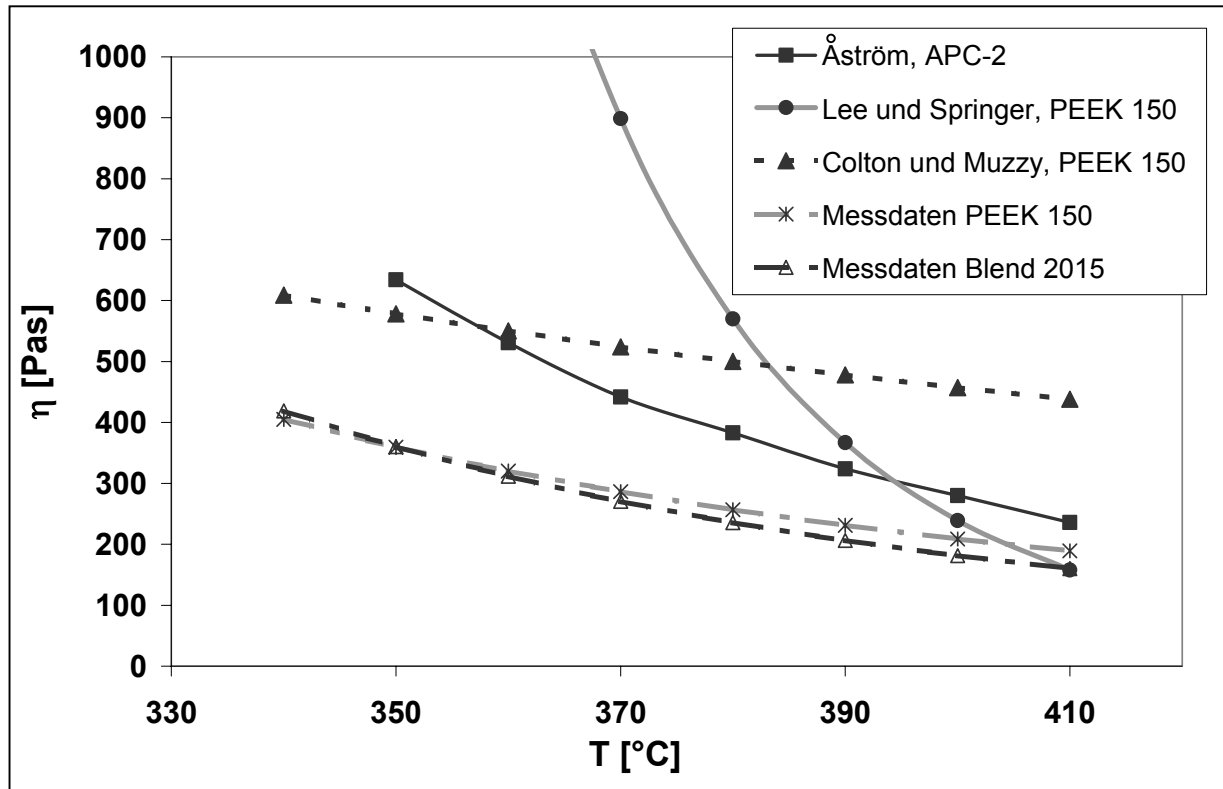


Bild 3.6: Temperaturabhängige Viskositätsdaten

### 3.2 Faser- und Textilsysteme

Setzt man die Rohstoffkosten für ein 3K (1K = 1000 Filamente) CF-Fadensystem mit 100 % an, sind für eine 6K-Faser nur noch ca. 70 % und für ein 12K-Fadensystem lediglich 35-40 % dieser Kosten aufzuwenden [70]. Aktuelle Anwendungen im Bereich der FKV mit HT-Thermoplastmatrixen greifen jedoch zumeist auf Gewebeverstärkungen mit 3K Fadensystemen zurück [71, 72]. Deshalb liegt ein Schwerpunkt der faserbezogenen Entwicklungsarbeiten auf der Analyse des Einsatz- bzw. Substitutionspotenzials von 6K- und 12K-Fadensystemen gegenüber 3K-Fadensystemen. Einen weiteren Optimierungsansatz bilden die zum Einsatz kommenden textilen Gewebestrukturen selbst. Seitens der duromeren Matrixen konzentrieren sich die Anwendungen und Forschungsarbeiten zunehmend auf stark ausgerichtete Textilstrukturen wie Multiaxialgelege (MAG) [73, 74], die noch weitere Gewichts- und Kosteneinsparungen bei gleichzeitig verbessertem Festigkeitsniveau bieten. Dieser Trend lässt sich auch auf die thermoplastischen Matrixsysteme übertragen. Anhand von stark ausgerichteten CF UD-Gewebestrukturen, deren GF-Fadenanteil in

Schussrichtung (< 5 %) nur der Stabilisierung der Kettfäden dient, werden Fragestellungen zum Tränkungsverhalten von 6K- und 12K-Fadensystemen in Kombination mit HT-Thermoplasten untersucht. Hieraus lassen sich Erkenntnisse für die Imprägnierung von multiaxialen Gelegestrukturen mit thermoplastischen Matrices ableiten. Den dritten Baustein der Untersuchungen bildet die Faser/Matrix-Grenzfläche. Um auf dem Gebiet der Hochleistungsthermoplaste eine höchstmögliche Kraftübertragung zwischen den Verbundkomponenten zu gewährleisten, muss die Oberflächenpräparation der Faser und das Faserschichtesystem an die Matrixkomponente angepasst sein [75, 76]. Speziell für die neuen Blendmatrices sind dazu die geeigneten Fasersysteme zu identifizieren.

### 3.2.1 Fasersysteme

Tabelle 3.4 gibt eine Übersicht zu den ausgewählten CF-Fadensystemen und den entsprechenden Festigkeitskennwerten. Hier wird bereits deutlich, dass die existierenden Schichten primär auf duromere Matrixsysteme abgestimmt sind.

Tabelle 3.4: Übersicht CF-Fadensysteme [77]

Fasertyp	Schichte	Hersteller	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Zugfestigkeit [MPa]	Zugmodul [GPa]	Dehnung [%]
3K, 6K HTA 5131	Epoxy	Tenax	1,78	3950	238	1,5
12K HTS 5631	PU-basiert	Tenax	1,78	4300	238	1,5

### 3.2.2 Textilien

Tabelle 3.5 enthält alle Daten der relevanten Gewebe- und UD-Gewebematerialien, die im Zuge der Untersuchungen eingesetzt wurden. Durch die Wechsel in den Fadensystemen war es nicht immer möglich, die Flächengewichte konstant zu halten. Weiterhin wird deutlich, dass sich der Webaufwand – d.h. die Anzahl der zu verwendenden Einzelfäden – von 3K-Fadensystemen zu 12K reduziert. Dies wirkt sich positiv auf die Webkosten aus, sodass Gewebe mit identischem Flächengewicht beim Einsatz von 6K- und 12K-Fadensystemen günstiger produziert werden können. Substituiert man ein 3K-Atlas 1/4 Gewebe durch ein 6K-Gewebe der gleichen Bindung, können bei leicht erhöhtem Flächengewicht 20-30% der Textilkosten eingespart werden.

Tabelle 3.5: Übersicht Textilsysteme

<b>Ausgeglichene Gewebe</b>						
Faden- system	Bindung	Flächen- gewicht [g/m <sup>2</sup> ]	Verstärkungs- verhältnis Kett/Schuss [%]	Kette	Schuss	Hersteller
				[Fäden/cm]		
3K HTA 5131	Atlas 1/4	285	50 / 50	7	7	C. Cramer
6K HTA 5131	Leinwand	285	50 / 50	3,5	3,5	C. Cramer
6K HTA 5131	Köper 2/2	285	50 / 50	3,5	3,5	Hexcel
6K HTA 5131	Atlas 1/4	370	50 / 50	4,6	4,6	C. Cramer
12K HTS 5631	Leinwand	375	50 / 50	2,3	2,3	Hexcel
<b>UD-Gewebe (CF in Kettrichtung, GF in Schussrichtung)</b>						
Faden- system (Kette)	Bindung	Flächen- gewicht [g/m <sup>2</sup> ]	Verstärkungs- verhältnis Kett/Schuss [%]	Kette	Schuss	Hersteller
				[Fäden/cm]		
6K HTA 5131	Leinwand	270	96 / 4	6,5	3,0	C. Cramer
12K HTS 5631	Leinwand	300	99 / 1	3,7	3,0	Hexcel

### 3.2.3 Schlichteeinfluss und thermisches Entschlichten

Um den Einfluss und die auftretenden Probleme bei nicht angepassten Faserschichten zu verdeutlichen, sind in Bild 3.7 A und B Schliffaufnahmen zweier CF-PEEK Verbunde mit einem 12K HTS 5631 Fadensystem dargestellt (vgl. Tabelle 3.4). Das in Bild 3.7 A gezeigte Laminate wurde mit einem nicht thermisch vorbehandelten Leinwand-Gewebe hergestellt und weist erhebliche Imprägnierfehlstellen im Bereich der Faserbündel auf. Die Aufnahme in Bild 3.7 B zeigt den Querschnitt eines Laminats, das mit einem vor dem Verpressen thermisch vorbehandelten Leinwand-Gewebe hergestellt wurde und nur eine einzelne Imprägnierfehlstelle aufweist. Es ist davon auszugehen, dass sich bedingt durch die hohe Verarbeitungstemperatur von 400 °C das eigentlich für duroplastische Harze optimierte Schlichtesystem 5631 zersetzt hat, ausgasete und somit die Bündelimpregnierung behinderte. Durch die thermische Vorbehandlung des Gewebes (vgl. Bild 3.7 B) konnte der Schlichteanteil der C-Faser auf ein Minimum reduziert (vgl. Bild 3.8) und eine bessere Kompatibilität zwischen Faser- und Matrixkomponente erzeugt werden.

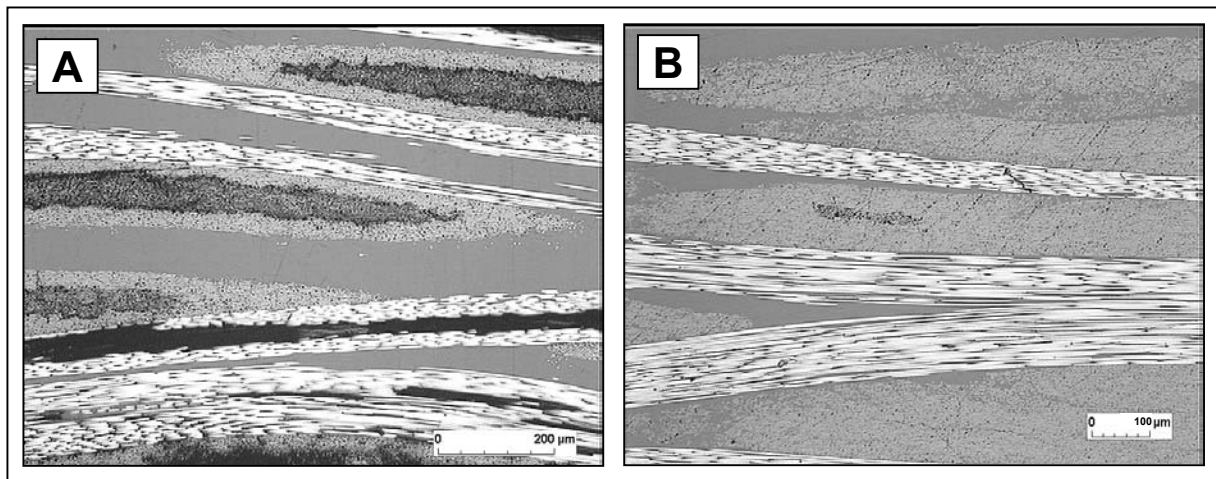


Bild 3.7: Schliffaufnahmen CF/PEEK 12K (A: ohne thermische Gewebepreparierung, B: Gewebe thermisch entschlichtet)

Aus der Literatur ist bereits bekannt, dass HT-Thermoplaste teilweise eine bessere Anbindung an entschlichtete oder nicht beschichtete C-Fasersysteme zeigen [55, 73]. Weiterhin wurde nachgewiesen, dass durch eine thermische Behandlung der C-Faser unter Luft die Reaktivität der Faseroberfläche gesteigert wird, was sich ebenfalls positiv auf die Grenzflächenanbindung auswirkt [78, 79].

Die Ergebnisse einer Versuchsserie zur Quantifizierung des Schlichteabbaus an Luft bei verschiedenen Temperatureinstellungen und Haltezeiten sind in Bild 3.8 dargestellt (3K HTA 5131 Fadensystem). Der Restschlichtegehalt wurde nach ISO 10548 ermittelt. Es ist zu erkennen, dass die gewählte Verarbeitungstemperatur den Schlichteabbau beeinflusst [80]. Die Halte- bzw. Verweilzeit spielt offensichtlich eine untergeordnete Rolle. Mit einer Verarbeitungstemperatur von 300 °C kann der Schlichteauftrag bis auf 20% herabgesetzt werden, jedoch erfolgt keine vollständige Entschlichtung der Faser. REM-Aufnahmen der Faseroberfläche vermitteln den Eindruck von Verbrennungsrückständen (vgl. Bild 3.9), die als verbleibende Schlichteanteile gedeutet werden können. Dieser Zusammenhang ist aber nicht ganz eindeutig. Rosso und Friedrich [81] interpretieren solche Erscheinungen als ungleichmäßige Schlichteaufträge.

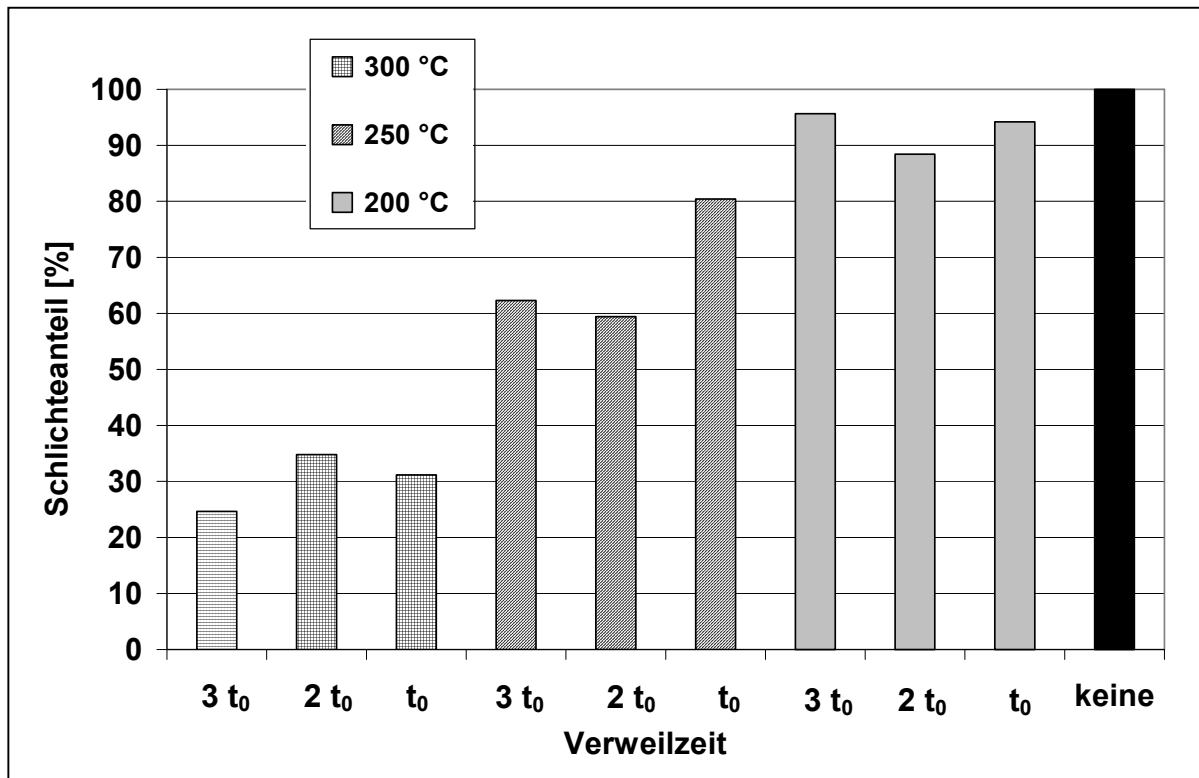


Bild 3.8: Thermischer Schlichteabbau für 3K HTA 5131 an Luft

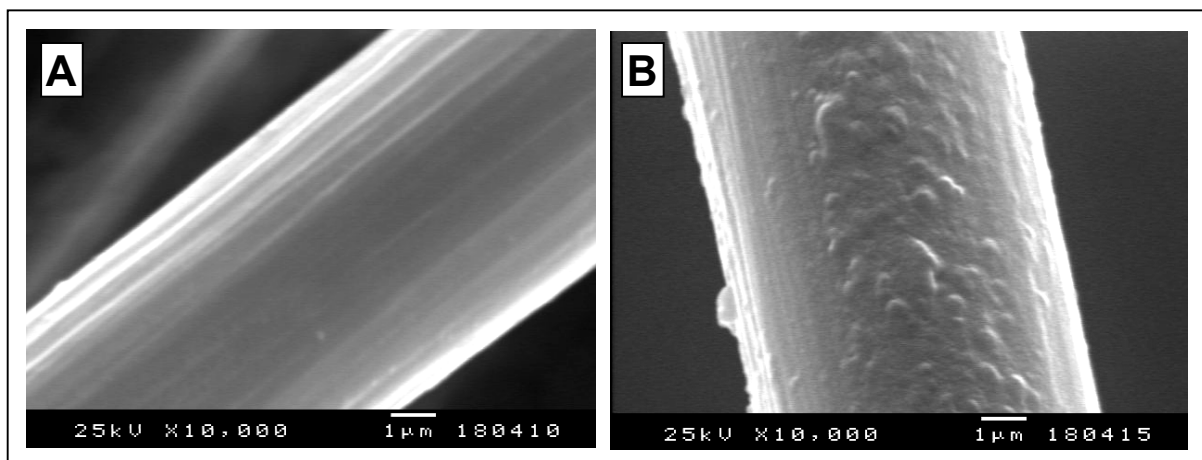


Bild 3.9: REM-Aufnahmen 3K HTA 5131 (A: ohne thermische Vorbehandlung, B: thermisch entschlichtet)

Mit den Erkenntnissen aus ersten Vorversuchen wurde dazu übergegangen, alle Gewebematerialien vor der Verarbeitung in einem Pressprozess thermisch zu entschlichten. Dies erfolgte kontinuierlich mit der in Kapitel 2.1 beschriebenen Prepressanlage.

## 4 Katalog von Prüfungen zur Bestimmung der Laminatqualität

### 4.1 Die optimale Laminatqualität

Ein vollständig imprägniertes und konsolidiertes FKV-Halbzeug besitzt neben einer homogenen Dickenverteilung keine Poren oder Lufteinschlüsse (vgl. Bild 4.1 und 7.1). Folglich ist in diesem Zustand jedes Einzelfilament vollständig von der Matrix umschlossen. Der Imprägnierungsgrad (Gleichung 4) eines solchen Halbzeuges beträgt  $D_{imp} = 1$ . Im Zuge der Halbzeugherstellung muss deshalb primär die vorhandene Luft aus den Makro- und Mikrodomänen der Textil- oder Prepregstruktur (z.B. Makro = Bereiche zwischen den Faserbündeln eines Gewebes, Mikro = Bereiche innerhalb eines Faserbündels) verdrängt und durch die Matrix ersetzt werden.

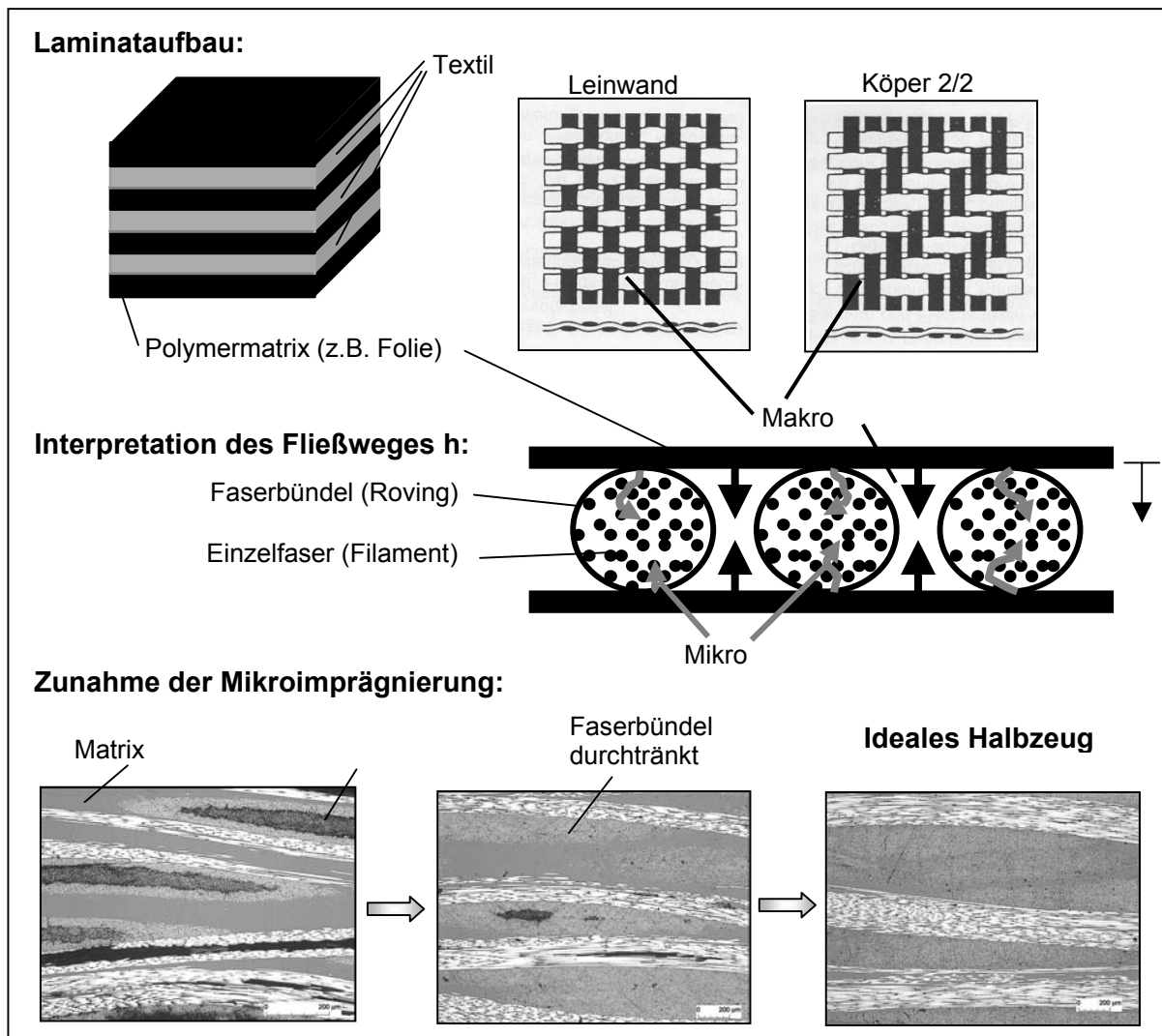


Bild 4.1: Makro- und Mikroimprägnierung



$$\text{Imprägnierungsgrad } D_{\text{imp}}: \quad D_{\text{imp}} = 1 - \varphi_L = \frac{h(t)}{h_V} = 1 - \frac{H_I - H_V}{H_V} \quad (4)$$

- $\varphi_L$ : Porenvolumengehalt
- $h_V$ : ultimative Fließweglänge für 1-Lage
- $H_V$ : Endhöhe des Verbundes bei  $D_{\text{imp}} = 1$
- $H_I$ : Verbundhöhe bei  $D_{\text{imp}} < 1$

Anschaulich ist diese differenzierte Betrachtungsweise in Bild 4.1 dargestellt. Die Unterschiede im Imprägnierungsgrad der Faserbündel ergeben sich durch die Wahl der Verarbeitungsparameter. Die Mikroimprägnierungsvorgänge stellen aufgrund der kleineren Fließkanaldurchmesser den zeitdeterminierenden Faktor bei der Halbzeugherstellung dar.

Weiterhin ist sicherzustellen, dass die intermolekularen Diffusionsvorgänge (Autohäsion), die beim Aufeinandertreffen der Matrixfließfronten in der Imprägnierphase auftreten, zeitlich abgeschlossen sind, bevor der Verbund in den festen Zustand überführt wird. Ansonsten können die sich hier ausbildenden Grenzflächeneffekte im Belastungszustand rissinitiiierend wirken. Bei teilkristallinen Werkstoffen wird zusätzlich eine gezielte Ausbildung der Matrixmorphologie – d.h. ein definierter Kristallinitätsgrad und eine definierte Kristallitstruktur - angestrebt, um die geforderten mechanischen und chemischen Eigenschaften des Verbunds zu gewährleisten.

Da die Endzustände mehrerer physikalischer Vorgänge der Halbzeugherstellung bewertet werden müssen, ist zur Bestimmung der Laminatqualität und der hierauf aufbauenden Interpretation von Materialzusammensetzung und Verarbeitungsbedingungen ein kombinierter Ansatz von makroskopischen und mikroskopischen Prüfverfahren notwendig.

## 4.2 Ausgewählte Prüfmethoden

Insgesamt wurden fünf verschiedene Prüfmethoden zur Bestimmung und Bewertung der Qualität eines Laminats ausgewählt, die, bis auf die Mikroskopie, in den folgenden Unterkapiteln kurz beschrieben werden. Alle Platten, die im Verlauf der statischen und semi-kontinuierlichen Pressversuche hergestellt wurden, durchliefen diese Prüfungen. Es sei nochmals darauf hingewiesen, dass alle Aussagen bezüglich des Verarbeitungsverhaltens und der idealen Verarbeitungsbedingungen sich auf das Gesamtbild dieser Daten stützen.

#### 4.2.1 Geometrische Kenndaten und Randporosität

Neben den geometrischen Kenndaten (Breite, Länge, Dickenverteilung) der Versuchslamine wurde die Porosität der Schnittkanten bzw. der Oberfläche (Randporosität) und die Dichte des Laminats durch Auslagerungsversuche und Messungen in Wasser in Anlehnung an DIN 53479 nach dem Archimedes-Prinzip bestimmt. Hierzu wird die gesamte Platte - makroskopische Betrachtungsweise - zunächst an Luft verwogen ( $m_L$ ) und im Anschluss 24 h in Wasser ausgelagert. Das Volumen der Versuchplatte wird über das verdrängte Wasservolumen aus dem Gewicht der Platte in Wasser ( $m_{ww}$ ) und dem Gewicht der in Wasser getränkten Platte ( $m_{Lw}$ ) - an Luft gewogen - bestimmt (vgl. Gleichung 5). Diese Art der Volumenbestimmung des Körpers ist wesentlich genauer als die rein geometrische Vorgehensweise, da die Oberflächentopologie und Porenstrukturen des Laminats mit erfasst werden. Dass sich die gewählte Vorgehensweise zur Dichte- und Porengehaltsbestimmung sehr gut eignet, bestätigt Bechthold [82] im Vergleich mit anderen Messmethoden. Da aufgrund des makroskopischen Ansatzes keine Faservolumengehaltsbestimmung an der ganzen Platte nachgeschaltet werden kann, werden mit der Vorgehensweise nur die oberflächennahen Poren erfasst. Das Detektieren von Lufteinschlüssen, die keine Verbindung über Kanäle zur Laminatoberfläche besitzen, ist nicht möglich. Deshalb repräsentieren die ermittelten Randporositätskennwerte nur einen Anteil der Gesamtporosität des Laminats. Mit den vorliegenden Messgrößen  $m_L$ ,  $m_{Lw}$  und  $m_{ww}$  können die Randporosität ( $P_V$ ) und die Dichte ( $\rho_V$ ) des Laminats wie folgt errechnet werden:

$$\text{Plattenvolumen } V: \quad V = \frac{m_{Lw} - m_L}{\rho_V} \quad (5)$$

$$\text{Plattendichte } \rho_V: \quad \rho_V = \frac{m_L}{V} \quad (6)$$

$$\text{Randporosität } P_V: \quad P_V = \frac{m_{Lw} - m_L}{m_{Lw} - m_{ww}} \cdot 100 \quad (7)$$

Als sinnvolle Klassifizierung zur Beurteilung der Laminatqualität anhand der Randporositätskennwerte wurde die in Tabelle 4.1 dargestellte Einstufung gewählt, die auf Erfahrungswerten aus der Industrie und am Institut beruht. Zur Einstufung in die höchste Klassifizierung wurde für 3K-Fadensysteme eine Obergrenze von 0,5 % und für 6K- bzw. 12K-Fadensysteme ein Wert von 1 % festgelegt. Lamine, deren Messwerte unterhalb dieser Grenzwerte liegen, besitzen einen ausreichend hohen

Imprägnierungsgrad. Der höhere Grenzwert für 6K bzw. 12K ergibt sich aus der Einschätzung, dass beim Abtrennen der nicht konsolidierten Plattenränder Randeffekte, wie z.B. das Aufbrechen der Bündel an der Schnittkante, auftreten. Dieser Effekt tritt in einem 6K- bzw. 12K-Bündel im Vergleich zu 3K verstärkt in den Vordergrund, bedingt durch die höhere Faserkonzentration. Diese Einschätzung korreliert auch mit den Ergebnissen aus der Mikroskopie.

Tabelle 4.1: Klassifizierung der Randporositätskennwerte

Gemessener Porositätswert	Klassifizierung für 3K-Fadensysteme	Klassifizierung für 6K- und 12K-Fadensysteme
< 0,5 %	1	1
< 1,0 %	2	1
< 1,5 %	2	2
< 2,0 %	3	2
> 2,0 %	3	3

Die gemessene Verbunddicke  $\rho_V$  dient als Ausgangsgröße zur Berechnung des Faservolumengehaltes  $\varphi_V$  des Laminats, der zur Bestimmung des Kristallinitätsgrads und teilweise zur Normierung der Biegekennwerte herangezogen wird (vgl. Gleichung 8).

$$\text{Faservolumengehalt } \varphi_F: \quad \varphi_F = \frac{\rho_V - \rho_M}{\rho_F - \rho_M} \cdot 100 \quad (8)$$

$\rho_M$ : Matrixdicke (siehe Tabelle 3.1)

$\rho_F$ : Faserdicke (siehe Tabelle 3.4)

#### 4.2.2 Mechanische Biegeprüfung

In Anlehnung an die in der Literatur und die am Institut vorhandenen Erfahrungen [64, 75, 83] wurde die 3-Punkt-Biegeprüfung als das am besten geeignete Verfahren zum Vergleich der mechanischen Lamineigenschaften gewählt. Das mechanische Kennwertniveau korreliert direkt mit dem Imprägnierungsgrad des Laminats (siehe Bild 4.2). Nach Mayer [64] können in Abhängigkeit des Imprägnierungsgrades und der Belastungsart die in Bild 4.2 aufgezeigten Versagensmechanismen unterschieden werden.

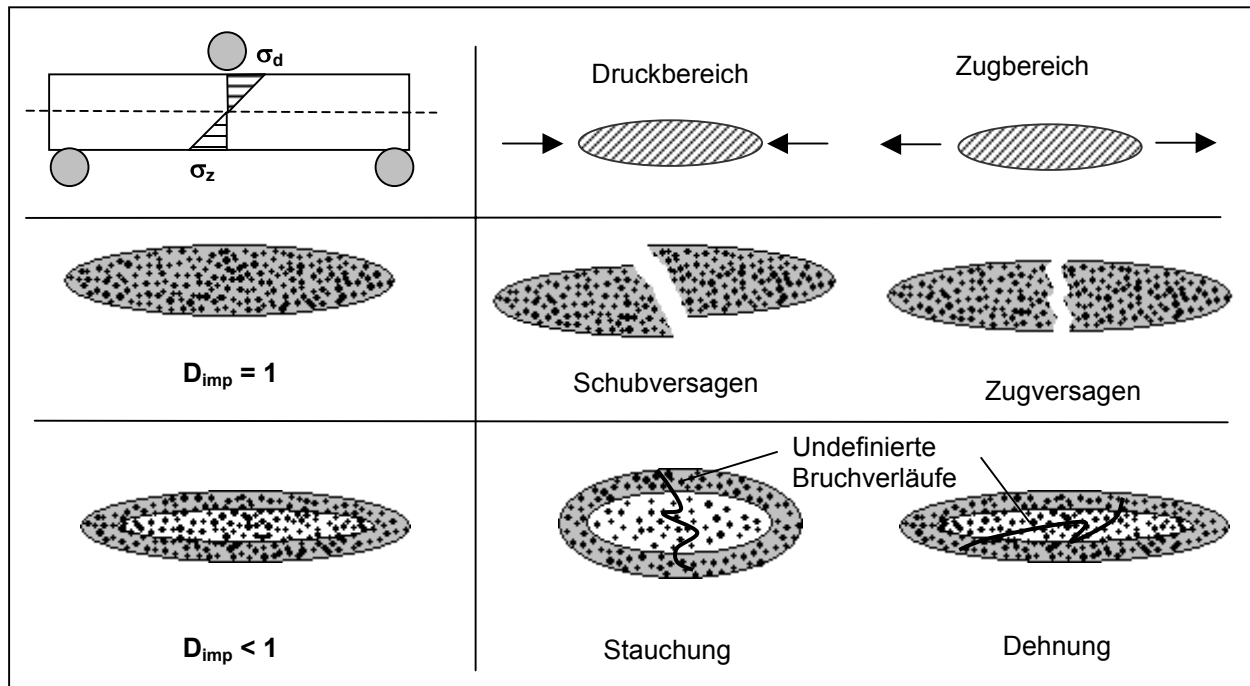


Bild 4.2: Versagensmechanismen bei der 3-Punkt-Biegeprüfung und Abhängigkeit vom Imprägnierungsgrad  $D_{imp}$

Die Biegeversuche wurden in Anlehnung an eine Vornorm prEN ISO 14125, die auf dünne FKV-Laminat mit ausgerichteter Faserorientierung (< 5 mm Dicke) anwendbar ist, durchgeführt. Bei einer Probenbreite von 25 mm sind der zu wählende Auflagerabstand und die Prüfgeschwindigkeit abhängig von der realen Laminatdicke (siehe Gleichung 9 und 10). Der Biegemodul wurde im Bereich von 0,05-0,25 % Dehnung bestimmt. Von jedem Laminat wurden fünf Prüfkörper angefertigt und getestet. Alle Versuche fanden auf einer konventionellen Zwick Universalprüfmaschine unter Normalbedingungen statt.

$$\begin{aligned} \text{Auflagerabstand } L: \quad & L = 32 \cdot h_v & 0,8 \text{ mm} < h_v < 1,5 \text{ mm} & \quad (9) \\ & L = 16 \cdot h_v & 1,5 \text{ mm} < h_v < 5,0 \text{ mm} & \end{aligned}$$

$$\text{Prüfgeschwindigkeit } v_P: \quad v_P = \frac{\varepsilon \cdot L^2}{6 \cdot h_v} \quad (10)$$

$\varepsilon$ : Dehngeschwindigkeit (1 % pro min)  
 $h_v$ : Probendicke

#### 4.2.3 Bestimmung des Kristallinitätsgrades

Geht man von gleichen Fasersystemen aus, determiniert vorwiegend die gewählte Abkühlrate bzw. der Temperaturverlauf in der Konsolidierungsphase des Pressprozesses den sich einstellenden Kristallinitätsgrad. Die Analyse des Kristallisationsverhaltens der neuen Blendmatrizes in der Faserumgebung und unter den für PEEK-Matrizes optimalen Verarbeitungsbedingungen steht hierbei im Vordergrund.

Der Kristallinitätsgrad wurde mittels der Differential Scanning Calorimetry (DSC) unter Stickstoffatmosphäre in einem Mettler Toledo System ermittelt. Bei einer Heizrate von 10 K/min wird der Wärmefluss im Vergleich zu einer Referenzprobe ohne morphologische Umlagerung als Funktion der Temperatur gemessen. Aus der verbrauchten Schmelzwärmemenge kann unter Berücksichtigung des rechnerisch ermittelten Faservolumengehalts (vgl. 4.2.1, Gleichung 8) der Kristallinitätsgrad der Matrix errechnet werden. Eine Schmelzwärmemenge von 130 J/G für vollständig kristallines PEEK wird als Referenzwert angesetzt [52].

## 5 Statische Pressversuche mit Hochtemperatur-Thermoplasten (HTT) und Blends

In Anlehnung an die in Bild 1.10 gezeigte Vorgehensweise der vorliegenden Arbeit dienen die statischen Pressversuche der Bewertung der neuen Materialkombinationen und der Identifikation von geeigneten Verarbeitungsparametern. Mit den hier definierten Verarbeitungsfenstern können die Parametereinstellungen für die semi-kontinuierlichen Pressversuche abgeschätzt werden.

### 5.1 Versuchsplan

Tabelle 5.1 zeigt den Versuchsplan für die statischen Pressversuche. Die unterschiedlichen Zielsetzungen der Versuche für die ausgewählten Materialpaarungen sind zunächst in Graustufen hinterlegt und wie folgt aufgeteilt:

- Einfluss des Fadensystems und der Faser-/Matrixkombination □
- Einfluss der Imprägnierzeit ■
- Einfluss der maximalen Verarbeitungstemperatur ▒
- Einfluss des Bindungstyps bei Geweben □

Tabelle 5.1: Versuchsplan statische Pressversuche

Matrix		Ausgeglichene Gewebe				
		HTA 5131				HTS 5631
		3K	6K			12K
		Atlas 1/4 285 g/m <sup>2</sup>	Leinwand 285 g/m <sup>2</sup>	Köper 2/2 285 g/m <sup>2</sup>	Atlas 1/4 370 g/m <sup>2</sup>	Leinwand 375 g/m <sup>2</sup>
Polymer	PEEK 150	P - P IV	F - P I		F - P IV	F - P I
		P - P IV	P - P I		P - P IV	
Binärer Blend	PEEK/PEI Nr. 7122		F - P II	F - P II	F - P II	
		P - P IV	P - P II		P - P IV	
Ternärer Blend	PEEK/PEI/ PSU Nr. 4010	P - P IV			P - P IV	
		P - P IV			P - P IV	
	PEEK/PEI/PES Nr. 2015	P - P IV			P - P IV	
		P - P IV			P - P IV	
Matrix		UD-Gewebe				
		6K			12K	
		HTA 5131			HTS 5631	
		Leinwand 270 g/m <sup>2</sup>			Leinwand 300 g/m <sup>2</sup>	
Polymer	PEEK 150	F - P IV	F - P IV	F - P III + P IV	F - P III + P IV	

Weiterhin ist aus Tabelle 5.1 ersichtlich, dass sowohl Experimente mit der Film-Stacking-Technik (Zellenangabe F = Folie) als auch mit der Pulver-Prepreg-

technologie (Zellenangabe P = Pulver) vergleichend geplant wurden. Die römische Nummerierung in den Zellen gibt den gewählten Pressparametersatz an (z. B. P I = Parametersatz I, siehe Tabelle 5.2).

Wie bereits in Kapitel 4.1 erläutert, liegt der Schwerpunkt der Untersuchungen auf der Ermittlung des Imprägnierungsfortschritts in Abhängigkeit von der gewählten Materialkombination (Fadenart- und Blendsystem). Hierzu werden neben den Materialkombinationen die Imprägnierzeiten während des Pressvorgangs variiert. Da es gilt die maximale Verarbeitungstemperatur weitmöglichst nach oben zu setzen, um die Matrixviskosität zu erniedrigen und dadurch die Imprägnierzeit zu reduzieren, muss der Temperatureinfluss untersucht werden. Eine Versuchsserie auf Basis des binären PEEK/PEI-Blendsystems soll diese Fragestellung klären.

## 5.2 Plattenherstellung

Die in Tabelle 5.1 angegebenen Bezüge zu den in Tabelle 5.2 aufgeführten Pressparametersätzen deuten bereits darauf hin, dass nicht alle statischen Pressversuche mit einer völlig analogen Vorgehensweise durchgeführt wurden. Aufgrund der gewonnenen Erkenntnisse aus den ersten Versuchsserien I und II mit einem vollständig geschlossenen Werkzeug (vgl. Bild 5.1 Konzept A) wurden sowohl das Werkzeugkonzept selbst als auch die gewählten Pressparameter modifiziert.

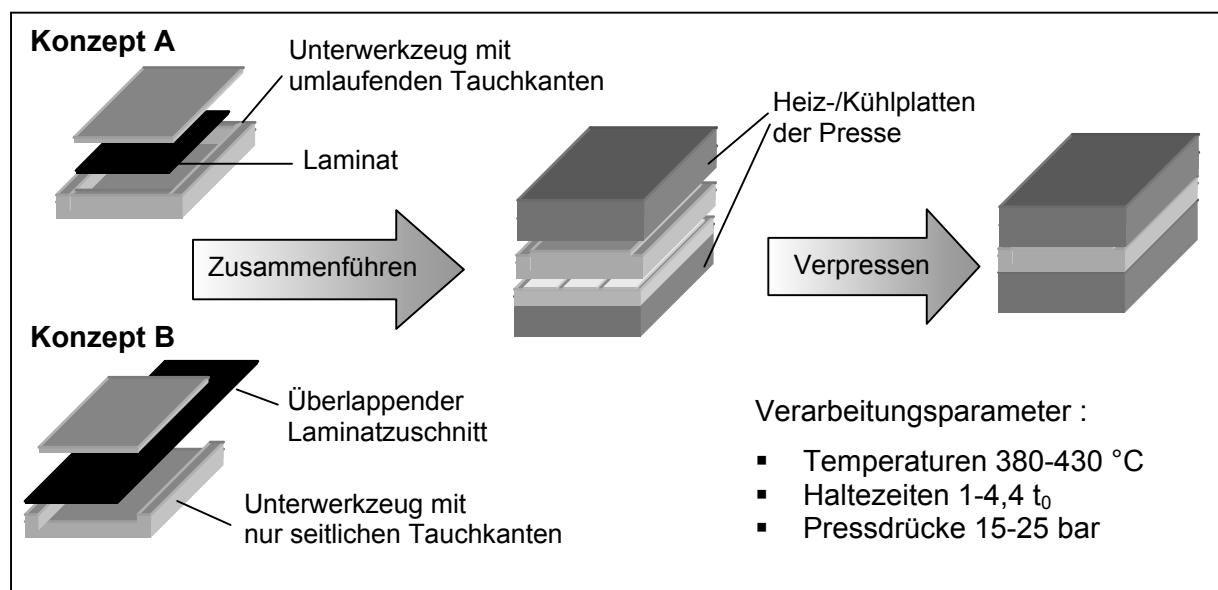


Bild 5.1: Vorgehensweise bei den statischen Pressversuchen (Konzept A = Werkzeug mit umlaufenden Tauchkanten, Konzept B = seitlich offenes Werkzeug mit lediglich 2 Tauchkanten)

Mit dem geänderten, seitlich geöffneten Werkzeug wurde hauptsächlich die Luftverfrachtung innerhalb des Prozesses verbessert (vgl. Bild 5.1 Konzept B). Nachteilig ist jedoch der hiermit einhergehende unkontrollierte Matrixverlust in den Plattenrandbereichen bei Haltezeiten  $> 2,2 t_0$ . Die hier angegebene Bezugszeit  $t_0$  ist ein feststehender Wert, der die minimal notwendige Presszeit zum Erreichen einer optimalen Laminatqualität repräsentiert.  $t_0$  liegt im Bereich von 5-15 min. Um den Matrixverlust zu kompensieren wurden die Pulver-Prepregmaterialien mit einem FVG von 45-50% hergestellt, sodass ein gewisser Matrixüberschuss vorhanden war. Die resultierenden FVG der mit ausgeglichenen Geweben hergestellten Lamine lagen dann im angestrebten Zielbereich von  $50 \pm 3\%$  (siehe Kapitel 5.3). Gleiches gilt auch für die über das Verhältnis Folien- zu Gewebeanzahl gewählten FVG der Film-Stacking-Versuche. Lediglich bei den UD-Gewebelaminaten wurden mit Haltezeiten  $> 2,2 t_0$  FVG größer 53% erreicht (siehe Kapitel 5.4). Weiterhin konnte durch die Erhöhung der Aufheizrate die Zykluszeit für die Herstellung einer Platte um 80 min verkürzt werden, während die Verbesserungen in der Abkühlphase zusätzlich 51 min einsparen (vgl. Tabelle 5.2). Nach Literaturangaben [84] hat die Erhöhung der Abkühlrate von  $4 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  auf  $18 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  noch keinen Einfluss auf die sich ausbildende Matrixmorphologie und den sich einstellenden Kristallinitätsgrad.

Tabelle 5.2: Parametersätze der statischen Pressversuche

Parametersatz	P I	P II	P III	P IV
Tauchkanten	4, umlaufend	4, umlaufend	2, seitlich geöffnet	2, seitlich geöffnet
Druck [bar]	15	20	20	25
Heizrate [ $^\circ\text{C}/\text{min}$ ]	4	110	110	110
Kühlrate [ $^\circ\text{C}/\text{min}$ ]	4	18	18	18
$T_{\text{max}}$ [ $^\circ\text{C}$ ]	400	380-430	400	400
Entformungstemperatur [ $^\circ\text{C}$ ]	100	100	100	100
Haltezeiten*	$t_0$	1,7-2,8 $t_0$	2,2-4,4 $t_0$	1-4,4 $t_0$
Vorgehensweise	Heizen und Kühlen des Werkzeugs in der Presse	Werkzeug wird in bereits vorgeheizte Presse eingelegt, verbesserte Kühlrate durch Optimierung des Kühlkreislaufs		

\* $t_0$  Bezugszeit

Die in Tabelle 5.2 aufgeführte Halte- bzw. Imprägnierzeit, die als Vielfaches der Bezugszeit  $t_0$  angegeben ist, wurde ab Anlegen des vollen Prozessdrucks bis zum Einschalten der Kühlsequenz gewertet. In der gesamten Aufheizphase wird ohne anliegenden Prozessdruck lediglich die Werkzeugkavität geschlossen gehalten. Zur Ver-



deutlichung der zeitlichen Abläufe sind zwei der unterschiedlichen Temperatur- und Druckprofile beispielhaft in Bild 5.2 dargestellt.

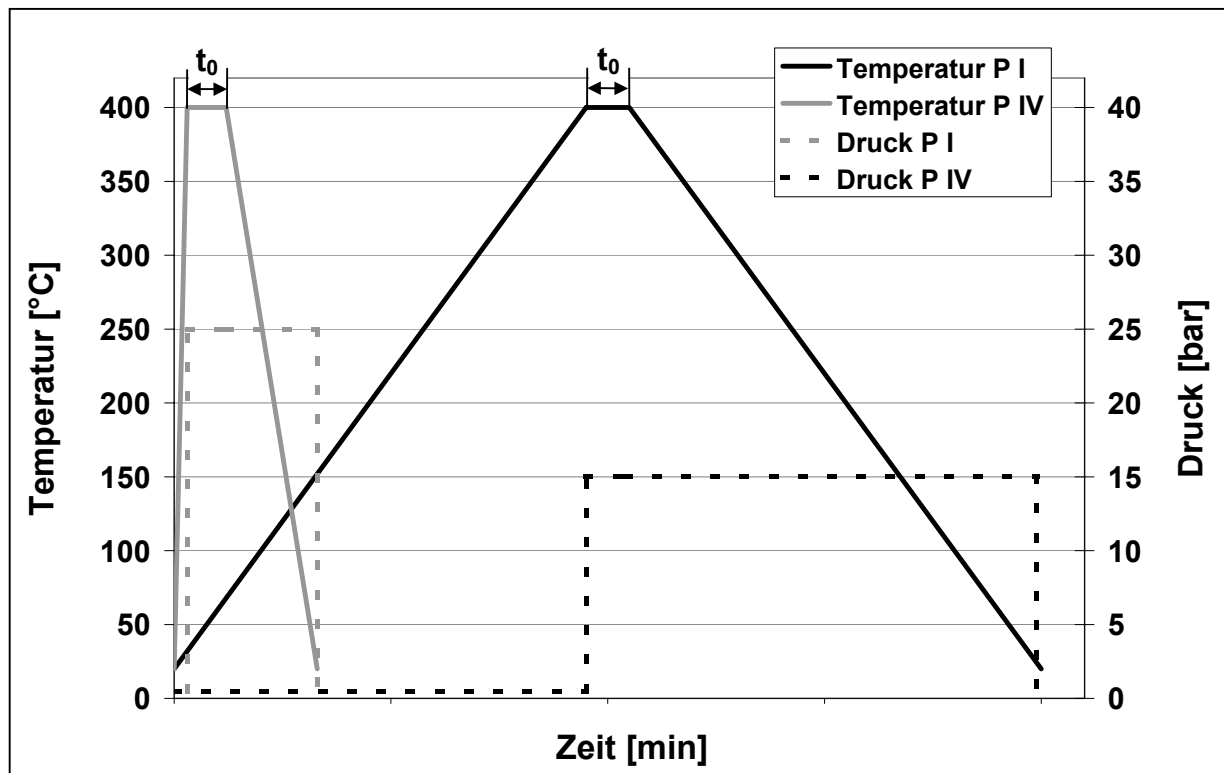


Bild 5.2: Temperatur- und Druckprofile der statischen Pressversuche

Die Laminataufbauten bestanden jeweils aus 6 Gewebelagen die zu einer Laminatdicke um 2 mm verpresst wurden. Die Fläche der Versuchslaminat betrug 180 mm x 200 mm.

### 5.3 Ergebnisse für ausgeglichene Gewebelaminat

#### 5.3.1 Einfluss der Gewebefindung und des Fadensystems

In der ersten Versuchsreihe wurde der Einfluss des Fadensystems untersucht. Der Pressparametersatz I mit einer langsamen Aufheiz- und Kühlrate von 4 °C/min, einem Druck von 15 bar und einer Gesamtzykluszeit von 3h wurde so ausgelegt, dass zeitbedingte Imprägnierunterschiede in den Laminaten ausgeschlossen werden können. Für die erreichbare Imprägnierungsqualität sind nur der Einfluss des Flächengewichts der Textilstruktur und das Fadensystem selbst von Bedeutung.

Die in Bild 5.3 A und B gezeigten Schliffaufnahmen der 6K-Gewebelaminat weisen eine vollständige Imprägnierung auf und lassen keinen Unterschied zwischen den gewählten Herstellungsverfahren (Film-Stacking- oder Pulver-Prepreg-Verfahren) erkennen. Das auf 12K basierende Laminat zeigt eine unvollständige Mikroimprägnierung im Faserbündelbereich. Trotz der ausgedehnten Zykluszeit konnte das 12K-Leinwandgewebe über den transversalen Imprägnierungsvorgang nicht vollständig getränkt werden. Die schlechte Randporositätsklasse von 3 und die geringere Biegefestigkeit belegen zusätzlich die unzureichende Laminatqualität (vgl. Tabelle 5.3). Sicherlich begünstigt das um 90 g/m<sup>2</sup> höhere Flächengewicht des 12K-Gewebes das Ergebnis, weshalb eine abschließende Bewertung des Einflusses des Fadensystems hier noch nicht möglich ist (siehe Kapitel 5.5).

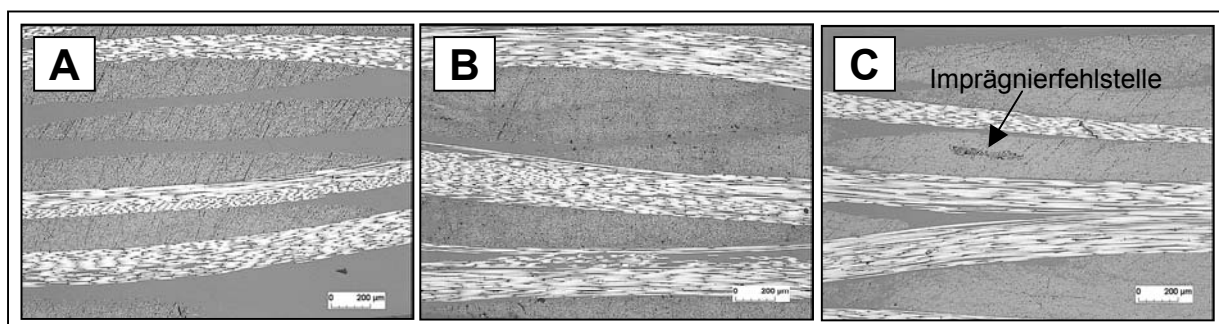


Bild 5.3: Schliffbilder CF/PEEK Leinwandbindung, Parametersatz I (A: 6K mit Folie, B: 6K mit Pulver, C: 12K mit Folie)

Aufgrund der Versuchsergebnisse wurde entschieden, die weiterführenden Untersuchungen an ausgeglichenen Geweben auf 3K- und 6K-Fadensysteme zu begrenzen. Die Ergebnisse zur Variation des Gewebefindungstyps mit den 6K-Fadensystemen und dem Pressparametersatz II sind ebenfalls in Tabelle 5.3 aufgeführt. Bild 5.4 stellt

die ermittelten Randporositätsklassen und die mechanischen Biegefestigkeitswerte der Laminat gegenüber. Mit den Porositätseinstufungen 3 und 2 schneiden die Laminat mit Leinwandbindung am schlechtesten ab. Offensichtlich sind sie schwieriger zu imprägnieren als Gewebe mit Körper- oder Atlasbindung, insbesondere, da das Atlasgewebe sogar ein um 85 g/m<sup>2</sup> höheres Flächengewicht aufweist.

Tabelle 5.3: Kennwerte CF/PEEK Gewebelaminat

Gewebe, Parametersatz, Herstelltechnologie	Haltezeit	P <sub>V</sub> - Klasse	ρ <sub>V</sub> [g/cm <sup>3</sup> ] ±0,01	φ <sub>F</sub> [%] *	σ <sub>B</sub> [MPa]	E <sub>B</sub> [GPa]	Kristallinitätsgrad [%] ±2
6K Leinwand, I, Folie	t <sub>0</sub>	1	1,53	46	960 ±43	49 ±4,1	40
6K Leinwand, I, Pulver	t <sub>0</sub>	2	1,51	41	944 ±44	49 ±0,8	34
12K Leinwand, I, Folie	t <sub>0</sub>	3	1,52	43	810 ±70	51 ±1,7	34
6K Leinwand, II, Folie	t <sub>0</sub>	3	1,50	39	466 ±31	34 ±2,3	38
6K Leinwand, II, Folie	1,7 t <sub>0</sub>	2	1,52	43	578 ±89	37 ±3,7	37
6K Körper 2/2, II, Folie	t <sub>0</sub>	2	1,52	43	376 ±99	29 ±6,5	36
6K Körper 2/2, II, Folie	1,7 t <sub>0</sub>	1	1,53	46	736 ±108	42 ±3,6	31
6K Atlas 1/4, II, Folie	t <sub>0</sub>	2	1,54	48	579 ±42	43 ±2,4	37
6K Atlas 1/4, II, Folie	1,7 t <sub>0</sub>	1	1,56	52	833 ±58	51 ±2,3	35

\* berechnete Kennwerte

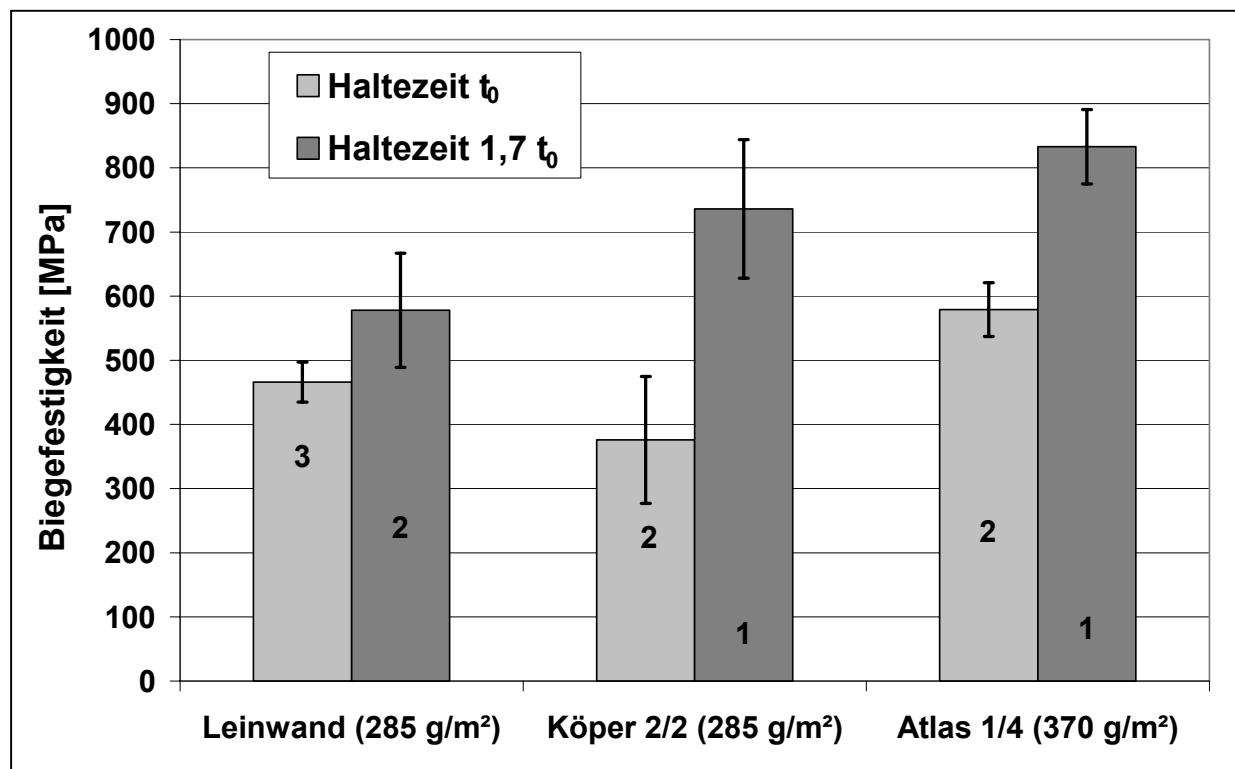


Bild 5.4: Biegefestigkeitswerte und Randporositätsklassen von CF/PEEK 6K-Gewebelaminaten, abhängig vom Bindungstyp und der Haltezeit

Die Randporositätswerte der Atlas-Gewebelamine sind mit den Laminaten aus Köpergewebe auf gleichem Niveau, was in Anbetracht des höheren Flächengewichts zunächst unlogisch erscheint. Vergleicht man aber die Anzahl der Knotenpunkte der Gewebe miteinander, so nimmt diese von Leinwand über Köper hin zur Atlasbindung ab. Die Knotenpunktzahl bestimmt jedoch maßgeblich die Imprägnierzeit, da die Filamentkonzentration und der zurückzulegende Mikrofließweg in diesen Gewebedomänen am größten sind. Aus diesem Grund lässt sich das Atlasgewebe trotz des höheren Flächengewichts in der gleichen Zeit imprägnieren wie das Köpergewebe mit geringerem Flächengewicht. Weniger Knotenpunkte bedeuten auch eine geringere Faserondulation. Folglich wirkt sich die Atlasbindung ergänzend positiv auf die erzielbaren Festigkeitskennwerte aus (siehe Tabelle 5.3).

Die Summe der genannten Faktoren erklärt die weitere Konzentration auf das Atlaswebmuster als die am besten geeignete Bindungsvariante (vgl. Tabelle 5.1).

### 5.3.2 Einfluss der maximalen Verarbeitungstemperatur

Speziell bei thermoplastischen Matrices ist man bestrebt, die Verarbeitungstemperatur zu maximieren, da jegliche Reduktion der Viskosität den Tränkungsprozess beschleunigt. Diesen Zusammenhang bestätigen die in Tabelle 5.4 und Bild 5.5 aufgeführten Kennwerte der hier zu diskutierenden Versuchsreihe eines 6K-Leinwandgewebes mit dem binären PEEK/PEI Blend Nr. 7122. Bei einer Haltezeit von  $1,7 t_0$ , Temperaturen von  $410\text{ °C}$  und  $430\text{ °C}$  erhält man Lamine mit einer Randporositätsklasse von 2, wobei im Vergleich mit  $380\text{ °C}$  und  $400\text{ °C}$  lediglich die Einstufung 3 erreicht wird. Die maximal mögliche Temperaturerhöhung ist jedoch durch den parallel stattfindenden thermisch induzierten Polymerabbau begrenzt. Unter der Temperatureinwirkung kommt es zu einer Verkürzung der Molekülketten, was sich zum einen im verbesserten Fließen äußert, andererseits eine Abnahme der mechanischen Matrixkennwerte zur Folge hat. Will man den Polymerabbau exakt quantifizieren, ist die Molekulargewichtsverteilung vor und nach der Verarbeitung zu bestimmen. Da solche Versuche speziell mit HT-Thermoplastmatrices sehr aufwendig sind, wird eine Bewertung anhand der erreichten Laminatfestigkeitskennwerte vorgenommen. Die in Bild 5.5 dargestellten Biegefestigkeitswerte nehmen mit maximalen Verarbeitungstemperaturen  $> 400\text{ °C}$  stetig ab. Kürzere Haltezeiten bei hohen Temperaturen kön-

nen diesen Effekt nicht kompensieren, da sich die Erhöhung der Fließfähigkeit offensichtlich nicht proportional zur aufzuwendenden Imprägnierzeit verhält. Dies belegen abermals die gemessenen Porositätswerte für  $1,7 t_0$  in Kombination mit den zugehörigen Festigkeitskennwerten.

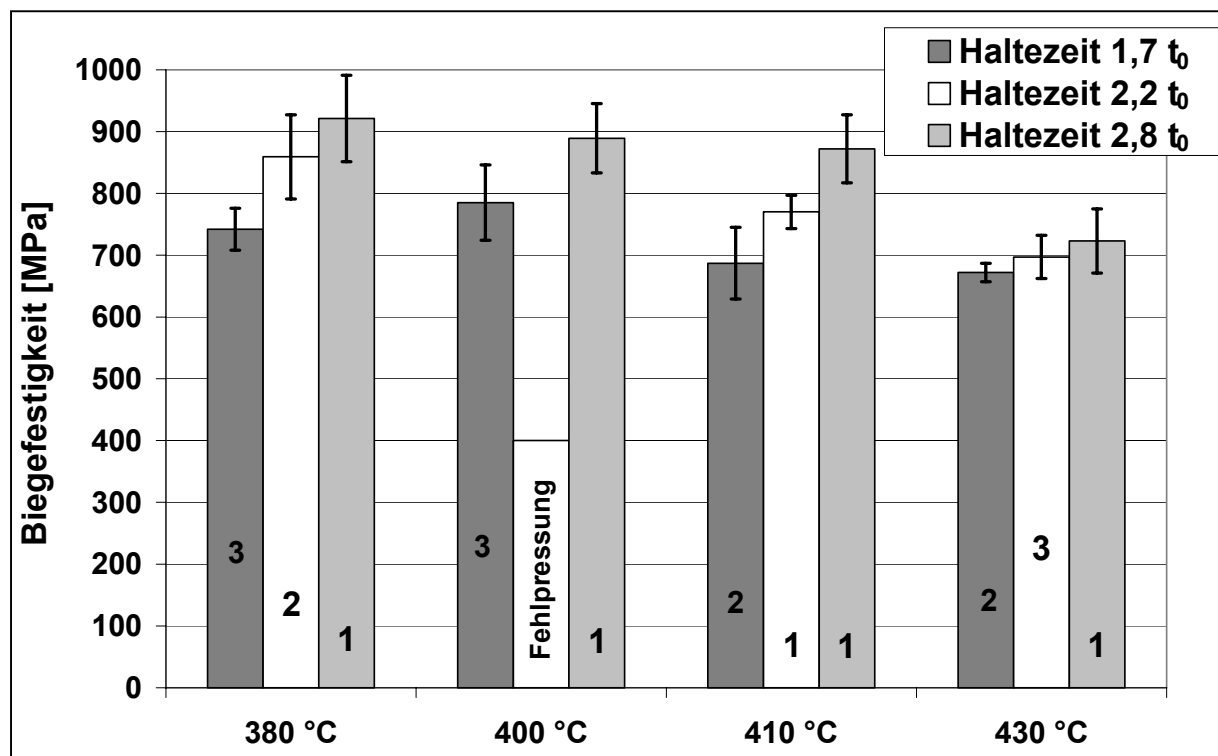


Bild 5.5: Biegefestigkeitswerte und Randporositätsklassen von CF/PEEK/PEI 6K-Leinwandgewebelaminaten, abhängig von  $T_{max}$  und der Haltezeit

Tabelle 5.4: Kennwerte CF/PEEK/PEI Gewebelaminat

$T_{max}$ [°C]	Haltezeit	$P_V$ - Klasse	$\rho_V$ [g/cm <sup>3</sup> ] ±0,01	$\Phi_F$ [%] *	$\sigma_B$ [MPa]	$E_B$ [GPa]	Kristallinitätsgrad [%] ±2	
380	1,7 $t_0$	3	1,50	39	742 ±34	44 ±1,7	31	
	2,2 $t_0$	2	1,51	41	859 ±68	48 ±1,1	27	
	2,8 $t_0$	1	1,52	43	921 ±70	50 ±3,7	36	
400	1,7 $t_0$	3	1,49	37	785 ±61	47 ±1,0	29	
	2,2 $t_0$	Fehlpressung						
	2,8 $t_0$	1	1,52	43	889 ±56	44 ±1,6	32	
410	1,7 $t_0$	2	1,51	41	687 ±58	42 ±1,8	24	
	2,2 $t_0$	1	1,52	43	770 ±27	45 ±2,8	27	
	2,8 $t_0$	1	1,52	43	872 ±55	47 ±2,1	26	
430	1,7 $t_0$	2	1,51	41	672 ±15	40 ±1,2	24	
	2,2 $t_0$	3	1,48	35	697 ±35	40 ±1,0	20	
	2,8 $t_0$	1	1,51	41	723 ±52	42 ±1,4	25	

\* berechnete Kennwerte

Die Differenzierung zwischen 380 °C und 400 °C ist nicht ganz eindeutig, da sich die Festigkeitskennwerte für verschiedene Haltezeiten diametral zueinander verhalten. Eindeutig kann aber für die Verarbeitung der neuen Blendmatrixes eine obere Temperaturgrenze von 410 °C festgelegt werden. In Anlehnung an die vorliegenden Ergebnisse für das binäre Blendsystem und die aus der Literatur bekannten Verarbeitungsparameter für PEEK Matrixes [52] wurde jedoch für die noch ausstehenden Versuchsreihen eine Maximaltemperatur von 400 °C festgesetzt.

### 5.3.3 Einfluss der Materialkombination und der Imprägnierzeit

Die Fokussierung auf 3K- und 6K-Fadensysteme, die Atlas 1/4 Bindung und eine maximale Verarbeitungstemperatur von 400 °C bildete die Basis für die Untersuchungen zur Identifikation der geeigneten ternären Blendmatrix und der minimal erforderlichen Imprägnierzeit. Die vorgenommenen Modifikationen am Werkzeugkonzept, die verbesserten Aufheiz-/Abkühlbedingungen und der erhöhte Prozessdruck von 25 bar (Parametersatz IV, Tabelle 5.2) zielten auf das Erreichen eines zeitoptimierten Verarbeitungsfensters ab, welches ein Prozess-Upscaling in den Bereich der semi-kontinuierlichen oder kontinuierlichen Pressprozesse ermöglichen sollte.

Tabelle 5.5: Kennwerte CF/PEEK und CF/Blend, Atlas 1/4 Gewebelaminat

Matrix		Faden-system	Halte-zeit	P <sub>V</sub> - Klasse	Laminat-dicke [mm]	ρ <sub>V</sub> [g/cm <sup>3</sup> ] ±0,01	φ <sub>F</sub> [%] *	Kristallini-tätsgrad [%] ±2
PEEK 150	Pulver	3K	t <sub>0</sub>	1	1,98 ±0,04	1,54	48	38
		3K	1,7 t <sub>0</sub>	1	1,94 ±0,03	1,55	49	39
		6K	2,2 t <sub>0</sub>	1	2,08 ±0,05	1,54	48	37
	Folie	6K	1,7 t <sub>0</sub>	2	1,99 ±0,05	1,55	51	22
		6K	2,2 t <sub>0</sub>	1	1,92 ±0,04	1,56	53	19
		6K	2,8 t <sub>0</sub>	1	1,91 ±0,04	1,56	53	21
PEEK/PEI/PSU, Nr. 4010, Pulver		3K	1,7 t <sub>0</sub>	1	1,80 ±0,03	1,52	48	14
		3K	2,2 t <sub>0</sub>	1	1,77 ±0,03	1,53	49	12
		6K	1,7 t <sub>0</sub>	2	2,23 ±0,04	1,50	43	14
		6K	2,2 t <sub>0</sub>	2	2,21 ±0,05	1,51	46	11
		6K	2,8 t <sub>0</sub>	2	2,20 ±0,04	1,52	47	11
PEEK/PEI/PES, Nr. 2015, Pulver		3K	1,7 t <sub>0</sub>	1	1,82 ±0,01	1,55	50	-
		3K	2,2 t <sub>0</sub>	1	1,78 ±0,02	1,56	51	-
		6K	1,7 t <sub>0</sub>	1	2,11 ±0,05	1,56	51	13
		6K	2,2 t <sub>0</sub>	1	2,10 ±0,04	1,56	50	12
		6K	2,8 t <sub>0</sub>	1	2,09 ±0,03	1,57	53	11

\* berechnete Kennwerte

In Tabelle 5.5 sind zunächst die getesteten Parameter-/Materialkombinationen und die an den zugehörigen Laminaten gemessenen Dickenwerte sowie die mittels Wasseraufnahme bestimmten Kenngrößen aufgeführt. Ein erneuter Vergleich der Herstellungsverfahren wurde anhand der reinen PEEK-Matrix für das aus Kostengründen favorisierte 6K-Fadensystem durchgeführt.

Die gemessenen Laminatdicken belegen den Einfluss der Materialkombination und der Halte- bzw. Imprägnierzeit. Tendenziell nimmt mit steigender Imprägnierzeit die Laminatdicke ab (Zunahme des Imprägniergrades  $D_{imp}$ ). Folglich steigen Dichte und FVG an (siehe Bild 5.6).

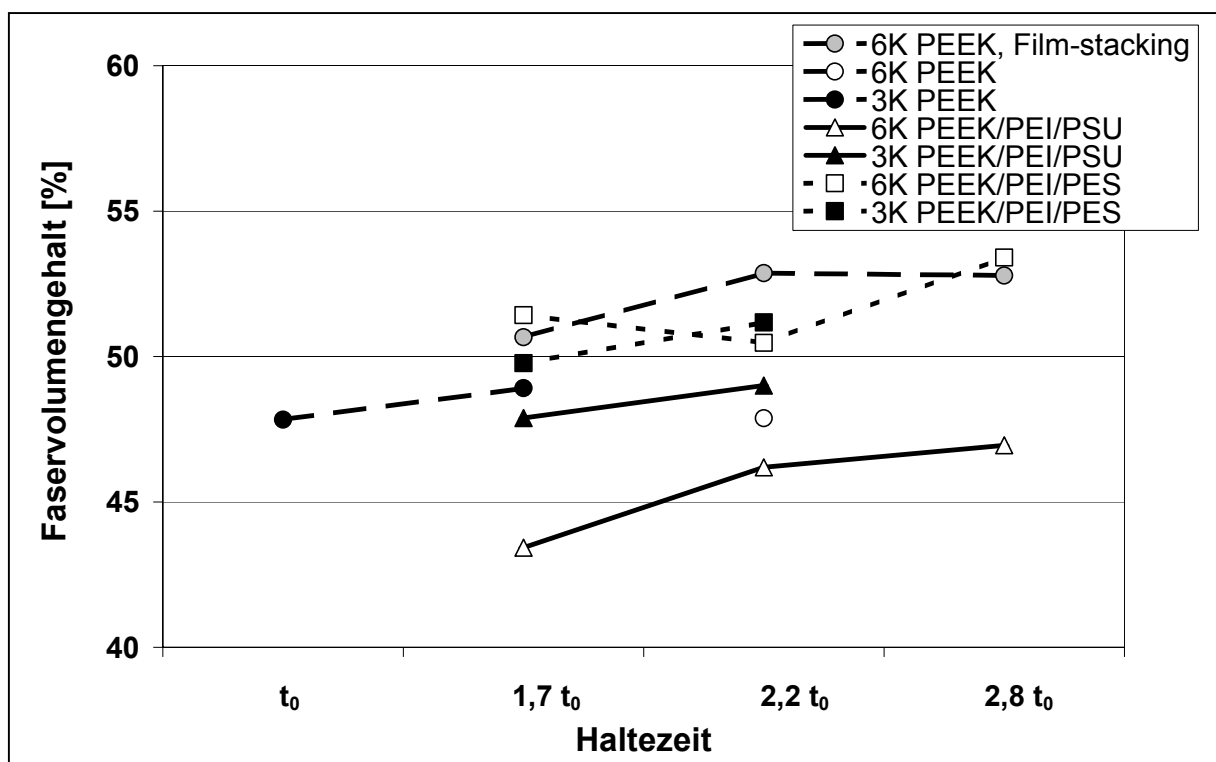


Bild 5.6: FVG CF/PEEK und CF/Blend Atlas 1/4 Gewebelaminat, abhängig von der Haltezeit und vom Fadensystem

Alle 3K-Laminat können matrix- und zeitunabhängig in die Randporositätsklasse 1 eingestuft werden. Auch der auf PSU aufgebaute ternäre Blend kann in einem 3K-Laminat die Grenzwerte noch erfüllen. Eine vollständige Imprägnierung eines 6K-Fadensystems hingegen scheint aber auch bei ausgedehnten Haltezeiten nicht möglich, denn die Grenze von 1,0 % Randporosität wird von keinem der gefertigten 6K/PEEK/PEI/PSU-Laminat unterschritten. Die gemessenen Laminatdichten sowie die hieraus berechneten FVG in Kombination mit den Schliffaufnahmen aus Bild 5.7

bestätigen dies. Als einziges System erreicht diese Materialkombination nicht den Zielkorridor von  $50 \pm 3\%$  FVG, da der aus der gemessenen Dichte errechnete FVG die im Laminat eingeschlossene Luft mit berücksichtigt.

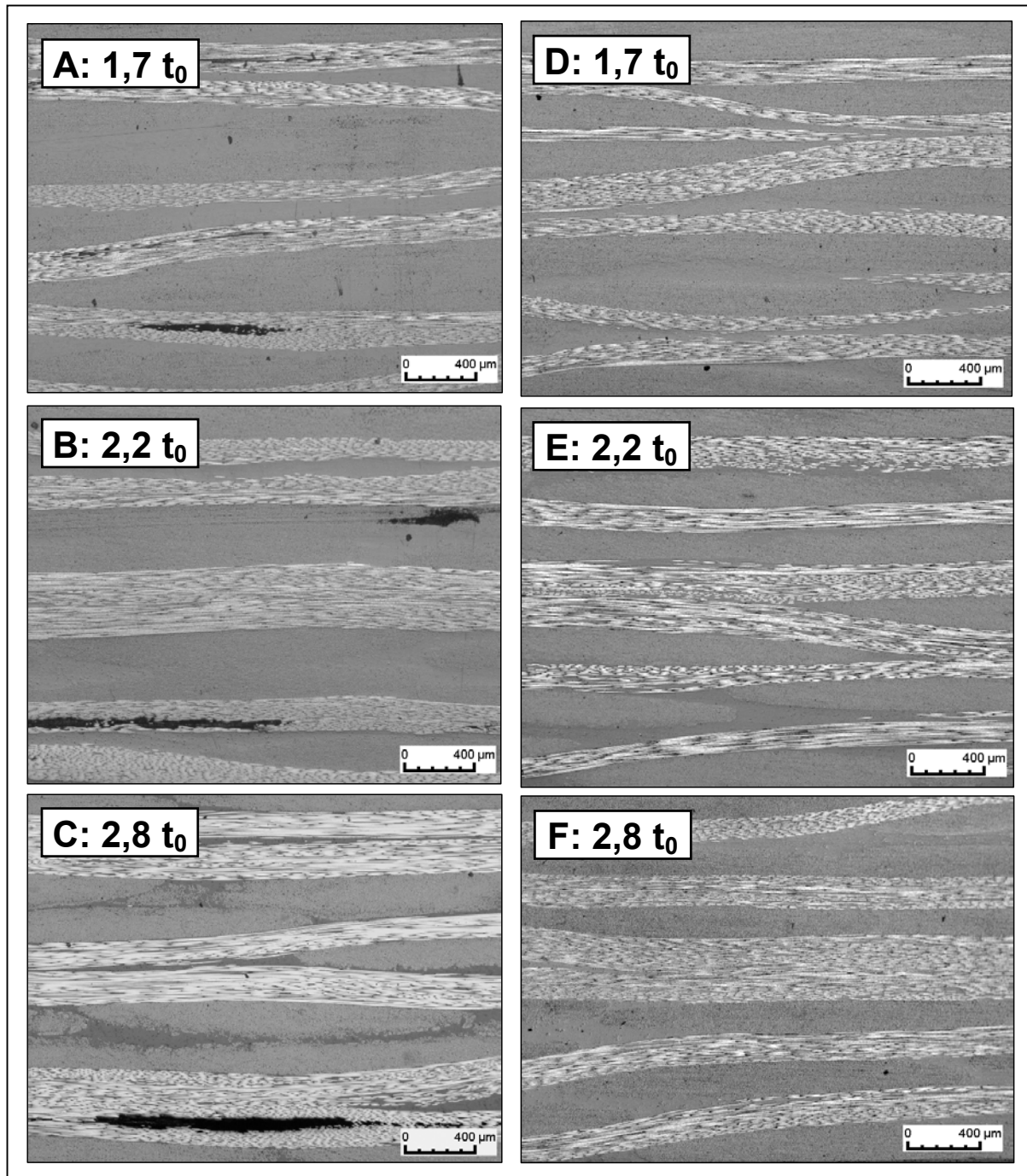


Bild 5.7: Schliffbilder 6K CF Laminat mit PEEK/PEI/PSU (A-C) und PEEK/PEI/PES (D-F), abhängig von der Haltezeit



Wie zu erwarten, liegen aufgrund der amorphen Materialanteile die absoluten Kristallisationsgrade der Lamine mit Blend Matrices in einem Bereich von 10 - 15 %. Die Kristallisationsgrade der über die Pulver-Prepregtechnologie gefertigten PEEK-Lamine erreichen mit 30 – 40 % ein übliches Niveau, das einerseits mit den Literaturangaben vergleichbar ist [85], und zum andern mit den Werten aus den ersten Versuchsreihen korreliert. Unklar sind jedoch die Ergebnisse für die 6K/PEEK-Lamine, die mit der Film-Stacking-Methode hergestellt wurden. Die hier gemessenen Kristallisationsgrade im Bereich 19 - 22 % fallen 30 % niedriger aus als im Vergleich zur Pulver-Prepregmethode. Ein Vergleich mit den Werten in Tabelle 5.3 und 5.4 liefert ebenfalls keine Erklärung. Lediglich bei der zu hohen Verarbeitungstemperatur von 430 °C (vgl. Tabelle 5.4) werden ähnlich niedrige Werte gemessen, die aber auf den thermischen Abbau zurückgeführt werden können.

Um abschließend das mechanische Leistungsniveau der neuen CF/Blend Lamine gegenüber reinen PEEK Laminen zu bewerten, sind in Tabelle 5.6 die Ergebnisse der 3-Punkt-Biegeprüfungen aufgeführt. Eine Darstellung der auf 50 % FVG normierten Biegefestigkeitswerte zeigt Bild 5.8.

Tabelle 5.6: Biegefestigkeitswerte CF/PEEK und CF/Blend, Atlas 1/4 Gewebelamine

Matrix		Faden-system	Haltezeit	$\sigma_B$ [MPa]	Normiert $\varphi_F = 50\%$ [MPa] *	$E_B$ [GPa]	Normiert $\varphi_F = 50\%$ [GPa] *
PEEK 150	Pulver	3K	$t_0$	960 ±85	1004	49 ±2,1	51
		3K	1,7 $t_0$	1117 ±50	1142	55 ±1,9	56
		6K	2,2 $t_0$	1154 ±45	1205	60 ±0,8	63
	Folie	6K	1,7 $t_0$	958 ±134	946	56 ±3,5	55
		6K	2,2 $t_0$	1199 ±95	1134	67 ±2,7	63
		6K	2,8 $t_0$	1247 ±43	1181	67 ±1,6	63
PEEK/PEI/PSU, Nr. 4010, Pulver		3K	1,7 $t_0$	1011 ±25	1056	52 ±1,5	54
		3K	2,2 $t_0$	1034 ±31	1055	52 ±2,1	53
		6K	1,7 $t_0$	756 ±50	870	53 ±1,1	61
		6K	2,2 $t_0$	776 ±68	840	53 ±3,1	57
		6K	2,8 $t_0$	908 ±53	967	55 ±1,5	59
PEEK/PEI/PES, Nr. 2015, Pulver		3K	1,7 $t_0$	1096 ±25	1101	49 ±2,3	49
		3K	2,2 $t_0$	1118 ±15	1092	51 ±1,6	50
		6K	1,7 $t_0$	1066 ±48	1037	60 ±2,2	58
		6K	2,2 $t_0$	1085 ±36	1075	62 ±1,3	61
		6K	2,8 $t_0$	1103 ±13	1033	61 ±1,7	57

\* berechnete Kennwerte

Erwartungsgemäß haben die 6K Gewebelamine mit dem ternären PSU-Blend in Übereinstimmung mit den zuvor genannten Kenngrößen das niedrigste Kennwertni-

veau. In Kombination mit dem 3K-Fadensystem liegen die Biegefestigkeitswerte jedoch nur noch 5 % unterhalb der Werte des PES-Blends. Die Festigkeitswerte der 6K/PES-Blend Laminate reichen bis auf 9 % an die für 6K/PEEK gemessenen Werte heran. Hinsichtlich des Vergleichs vom 3K- zum 6K-Fadensystem bestehen keine nennenswerten Unterschiede in den Biegefestigkeitswerten, lediglich die gemessene Steifigkeitswerte der 6K-Verbunde fallen tendenziell um 8 % höher aus. Weiterhin ist ersichtlich, dass zur optimalen Tränkung des 3K-Fadensystems eine 23 % geringere Imprägnierzeit ( $1,7 t_0$  für 3K zu  $2,2 t_0$  für 6K) gegenüber 6K benötigt wird. Diese Aussage lässt sich auf das 23 % höhere Flächengewicht des 6K-Gewebes und die längeren Mikrofließwege in den Bündeln zurückführen. Andererseits scheinen für 3K-Fadensysteme noch kürzere Zeiten möglich zu sein, da auch das mit  $t_0$  gefertigte Laminat bereits ein hohe Güte aufweist. Generell ist zu klären, ob das Einsparpotenzial im Gewebepreis für 6K den Mehraufwand an Imprägnierzeit rechtfertigt. Betrachtet man einen statischen Pressprozess oder einen Autoklavenzyklus, stehen sicherlich die Gewebekosten im Vordergrund, da die erreichbaren Aufheiz- und Abkühlzeiten etwa 80 % der Gesamtzykluszeit belegen. Eine entsprechende Bewertung für semi-kontinuierliche oder kontinuierliche Prozesse behandelt Kapitel 8 der Arbeit.

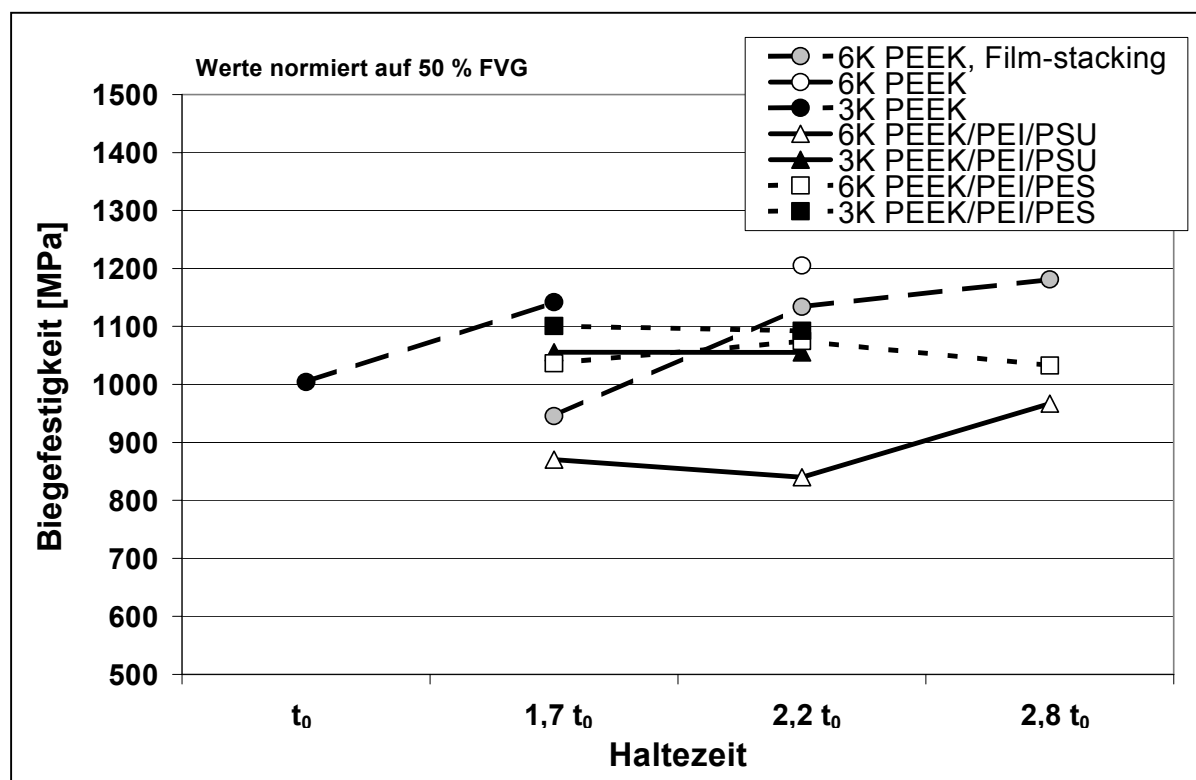


Bild 5.8: Normierte Biegefestigkeitswerte CF/PEEK und CF/Blend Atlas 1/4 Gewebelaminat, abhängig von der Haltezeit und vom Fadensystem

#### 5.4 Ergebnisse für UD-Gewebelamine

Der zweite Schwerpunkt der statischen Pressversuchsserie behandelt Fragestellungen zu den Verfahrensgrenzen bei der Imprägnierung von 6K und 12K UD-Geweben. Die gewonnenen Erkenntnisse bilden einen Ausgangspunkt zur Bewertung des transversalen Imprägnierverhaltens von MAG in Bezug auf die maximal mögliche Filamentanzahl und das Flächengewicht einer einzelnen Gelegelage.

Alle Versuchsreihen wurden mit reinem PEEK im Film-Stacking-Verfahren durchgeführt. Aufgrund der vergleichbaren Viskositätsverhältnisse können die Ergebnisse aber auch auf den neuen ternären Blend Nr. 2015 projiziert werden.

Die durchgeführten Parametervariationen erläutern den Einfluss des Prozessdrucks und der Haltezeit bei 400 °C Prozesstemperatur (vgl. Tabelle 5.2 und Tabelle 5.3). Um die Biegekennwerte der UD-Gewebe miteinander vergleichen zu können und um eine realistische Bezugsgröße zu erhalten, wurde anhand der Laminatkennwerte für ein CF/PEEK UD-Tape-Material (APC-2<sup>®</sup>, 61 Vol. %) [52] ein Erwartungshorizont für die UD-Gewebelamine definiert. Der geringere FVG von 50 % und die Verbundschwächung durch die vorhandenen GF-Schussfäden (Faserondulationen) wurden bei der Abschätzung des Erwartungshorizontes berücksichtigt.

In Tabelle 5.7 und Tabelle 5.8 sind die Ergebnisse der Prüfungen an den UD-Gewebelaminen aufgelistet. Im direkten Vergleich der Biegefestigkeitswerte liegen die Werte für die auf dem 6K-Fadensystem basierenden Proben um 35 % höher als für Lamine mit 12K (vgl. Bild 5.9). Trotz des annähernd gleichen Flächengewichts der Einzellagen des 6K-Laminates gegenüber der 12K-Variante erscheint es nicht möglich, ein ungespreitztes 12K-UD-Gewebe und die dort vorliegenden Bündelquerschnitte vollständig zu imprägnieren. Deshalb kann auch der gesetzte mechanische Erwartungshorizont nicht erreicht werden. Die gemessenen Randporositätswerte und Laminatdichten für 12K untermauern diesen Zusammenhang, der sich bereits in der ersten Versuchsreihe mit ausgeglichenen 12K-Leinwandgeweben angedeutet hatte. Die optimale Imprägnierzeit für ein 270 g/m<sup>2</sup> 6K-UD-Gewebe beträgt hier 3,3 t<sub>0</sub>. Für das ausgeglichene 6K-Gewebe mit 370 g/m<sup>2</sup> (also 185 g/m<sup>2</sup> je Richtung) wurde ein Wert von 2,2 t<sub>0</sub> ermittelt. Bezieht man diesen Wert auf eine Richtung des Gewebes, so muss auch zur Tränkung dieser 185 g/m<sup>2</sup> UD-Lage eine Zeit von 2,2 t<sub>0</sub> aufgewendet werden. Dies ist 35 % weniger an Imprägnierzeit als für das 6K-UD-Gewebe, das ein 31 % höheres Flächengewicht aufweist.

Der Einfluss des Prozessdrucks wird am Beispiel der Versuche mit dem 12K-Fadensystem deutlich. Bereits bei einer Haltezeit von  $2,2 t_0$  bewirkt der um 5 bar höhere Prozessdruck einen verbesserten Imprägnierungsgrad und hebt damit die Biegefestigkeit um 25 % an. Eine beliebige Steigerung des Prozessdrucks ist jedoch nicht zielführend, da parallel die Permeabilität des Faserbündels erniedrigt wird und eine Blockierung von Fließkanälen stattfindet.

Tabelle 5.7: Kennwerte von 6K und 12K CF/PEEK UD-Gewebelaminaten

Faden-system	Druck [bar]	Haltezeit	P <sub>V</sub> - Klasse	Laminat-dicke [mm]	ρ <sub>V</sub> [g/cm <sup>3</sup> ] ±0,01	φ <sub>F</sub> [%] *	Kristallini-tätsgrad [%] ±2
6K	25	1,7 t <sub>0</sub>	1	1,58 ±0,06	1,56	52	31
		2,2 t <sub>0</sub>	1	1,56 ±0,05	1,57	55	34
		3,3 t <sub>0</sub>	1	1,57 ±0,05	1,56	51	29
		4,4 t <sub>0</sub>	1	1,52 ±0,05	1,58	57	43
12K	20	2,2 t <sub>0</sub>	2	1,69 ±0,06	1,50	39	34
		3,3 t <sub>0</sub>	2	1,64 ±0,08	1,53	46	37
		4,4 t <sub>0</sub>	1	1,60 ±0,06	1,54	48	22
	25	2,2 t <sub>0</sub>	2	1,60 ±0,06	1,55	50	38
		3,3 t <sub>0</sub>	1	1,57 ±0,05	1,59	59	25

\* berechnete Kennwerte

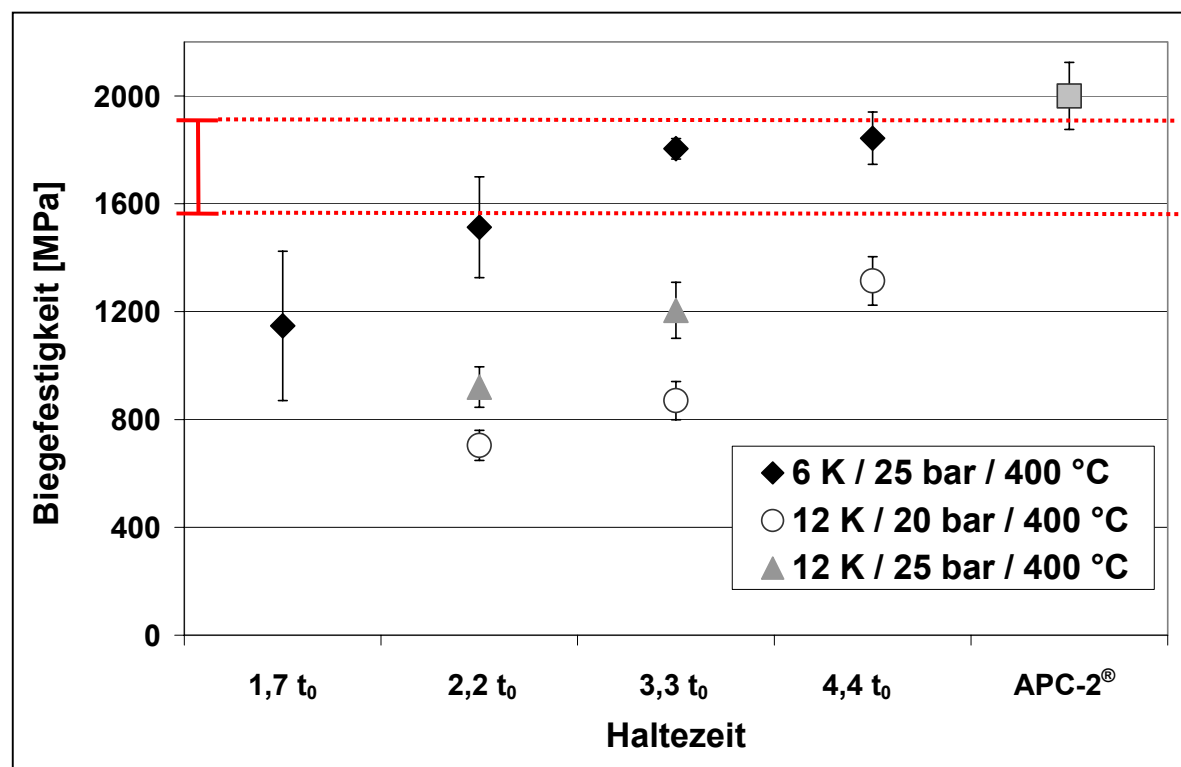
Bild 5.9: Biegefestigkeitswerte von CF/PEEK 6K und 12K CF/PEEK UD-Gewebelaminaten, **I** Erwartungshorizont für UD-Gewebelaminat

Tabelle 5.8: Biegekennwerte von 6K und 12K CF/PEEK UD-Gewebelaminaten

Faden-system	Druck [bar]	Haltezeit	$\sigma_B$ [MPa]	Normiert $\varphi_V = 50\%$ [MPa] *	$E_B$ [GPa]	Normiert $\varphi_F = 50\%$ [GPa] *
6K	25	1,7 $t_0$	1147 $\pm$ 277	1103	90 $\pm$ 9,1	87
		2,2 $t_0$	1513 $\pm$ 187	1375	89 $\pm$ 4,0	81
		3,3 $t_0$	1804 $\pm$ 38	1769	93 $\pm$ 6,2	91
		4,4 $t_0$	1843 $\pm$ 97	1617	97 $\pm$ 3,9	85
12K	20	2,2 $t_0$	704 $\pm$ 62	903	56 $\pm$ 4,2	72
		3,3 $t_0$	870 $\pm$ 45	946	71 $\pm$ 4,1	77
		4,4 $t_0$	1314 $\pm$ 115	1369	76 $\pm$ 7,7	78
	25	2,2 $t_0$	920 $\pm$ 34	920	75 $\pm$ 4,2	75
		3,3 $t_0$	1205 $\pm$ 213	1021	104 $\pm$ 11,2	88

\* berechnete Kennwerte

Basierend auf den vorliegenden Ergebnissen ist grundlegend zu hinterfragen, ob eine wirtschaftliche Imprägnierung eines 12K-Fadensystems durch rein transversale Fließvorgänge überhaupt möglich ist, sofern keine Vorspreizung der Bündel zur Fließwegverkürzung vorgenommen wird. Obwohl es mit dem 6K-Fadensystem gelang, die Imprägnierfehlstellen im Bereich der C-Faserbündel vollständig zu eliminieren (vgl. Bild 5.10), bilden die Poren in den Glasschussfäden (wahrscheinlich bedingt durch ein Ausgasen der Glaspräparation) nach wie vor Verbundschwachstellen. Auch die leichte Ondulation der C-Faserstränge (hervorgerufen durch die Gewebeförderung) und die Matrixanhäufungen wirken sich auf die Biegefestigkeitswerte aus. Hierdurch kann die Kennwertreduktion eines UD-Gewebeverbundes gegenüber einem reinen UD-Laminat erklärt werden. Durch den Einsatz von CF-Schussfäden mit beispielsweise 1K und/oder eines matrixkompatiblen Schussfadens aus PEEK könnten Verbesserungen hinsichtlich dieser Fehlerquellen erreicht werden.

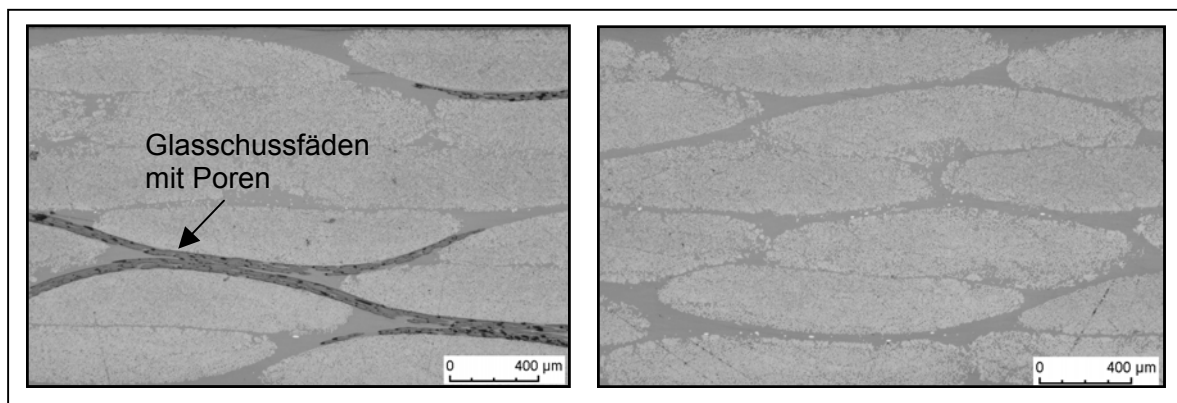


Bild 5.10: Schliffbilder eines CF-PEEK 6K UD-Gewebelaminats, 3,3  $t_0$  (Schliffe aus gleicher Platte präpariert)

## 5.5 Ergebnisse der statischen Pressversuche

Zusammenfassend ergeben sich folgende Aussagen zu den behandelten prozess- und materialspezifischen Fragestellungen für das statische Verpressen von Gewebelaminaten:

### A: Prozessbezogene Aussagen

- Die neuen Blendmatrizes sollten nicht bei Temperaturen oberhalb 410 °C verarbeitet werden, da hier in Analogie zum reinen PEEK-Polymer thermisch induzierte Abbaureaktionen der Matrixkomponente auftreten.

⇒ **Maximale Verarbeitungstemperatur  $T_{max} = 400$  °C**

- Ein seitlich offenes Werkzeug erleichtert die Luftverfrachtung bei transversalen Imprägniervorgängen und führt zur Vermeidung von Lufteinschlüssen.

⇒ **Werkzeug "seitlich offen"**

- Die Erhöhung des Prozessdrucks beschleunigt die Imprägnierungsvorgänge bis zu einem gewissen Punkt, der sich aus dem gegenläufigen Zusammenspiel von beschleunigtem Fließfrontfortschritt und erhöhter Kompaktierung ergibt. Die vorliegenden Versuchsergebnisse zeigen, dass mit dem höchsten Flächendruck von 25 bar die besten Lamine gefertigt wurden.

⇒ **Prozessdruck 25 bar**

- Die Imprägnierung des Atlas 1/4 Gewebes auf Basis eines 6K-Fadensystems (23 % höheres Flächengewicht als das 3K Atlas 1/4 Gewebe) benötigt etwa 23 % mehr Imprägnierzeit im Vergleich zum 3K-Fadensystem. Der annähernd lineare Zusammenhang mit dem Flächengewicht ist nicht allgemein gültig, denn Versuche an 12K-Leinwandgeweben zeigen, dass die Durchmesser der Faserbündel und somit die Filamentanzahl offensichtlich nicht beliebig gegeneinander substituiert werden können.

⇒ **Die vollständige Imprägnierung eines 6K-Fadensystems gegenüber einem 3K-System bedingt eine Erhöhung der Imprägnierzeit im Bereich von 20 – 30 %.**

### B: Materialbezogene Aussagen

- Abhängig von der Gewebefaserbindung nimmt mit steigender Knotenpunktzahl bei transversaler Tränkung die benötigte Imprägnierzeit zu. Diese Aussage deckt sich mit den Erkenntnissen von Mayer [64], die zeigen, dass die Kno-

tenpunkte eines Gewebes aufgrund der erhöhten Fließweglängen und Filamentkonzentrationen die zeiteterminierenden Domänen für das Erreichen einer vollständigen Imprägnierung bilden.

⇒ **Konzentration auf die Atlas 1/4 Gewebefindung**

- Steigert man den zu imprägnierenden Bündelquerschnitt von 3K über 6K auf 12K, kommt es aufgrund der Zunahme des zurückzulegenden Fließweges speziell bei 12K-Fadensystemen vermehrt zur Bildung von Lufteinschlüssen. Diesen Zusammenhang verdeutlicht Bild 5.11 anschaulich.

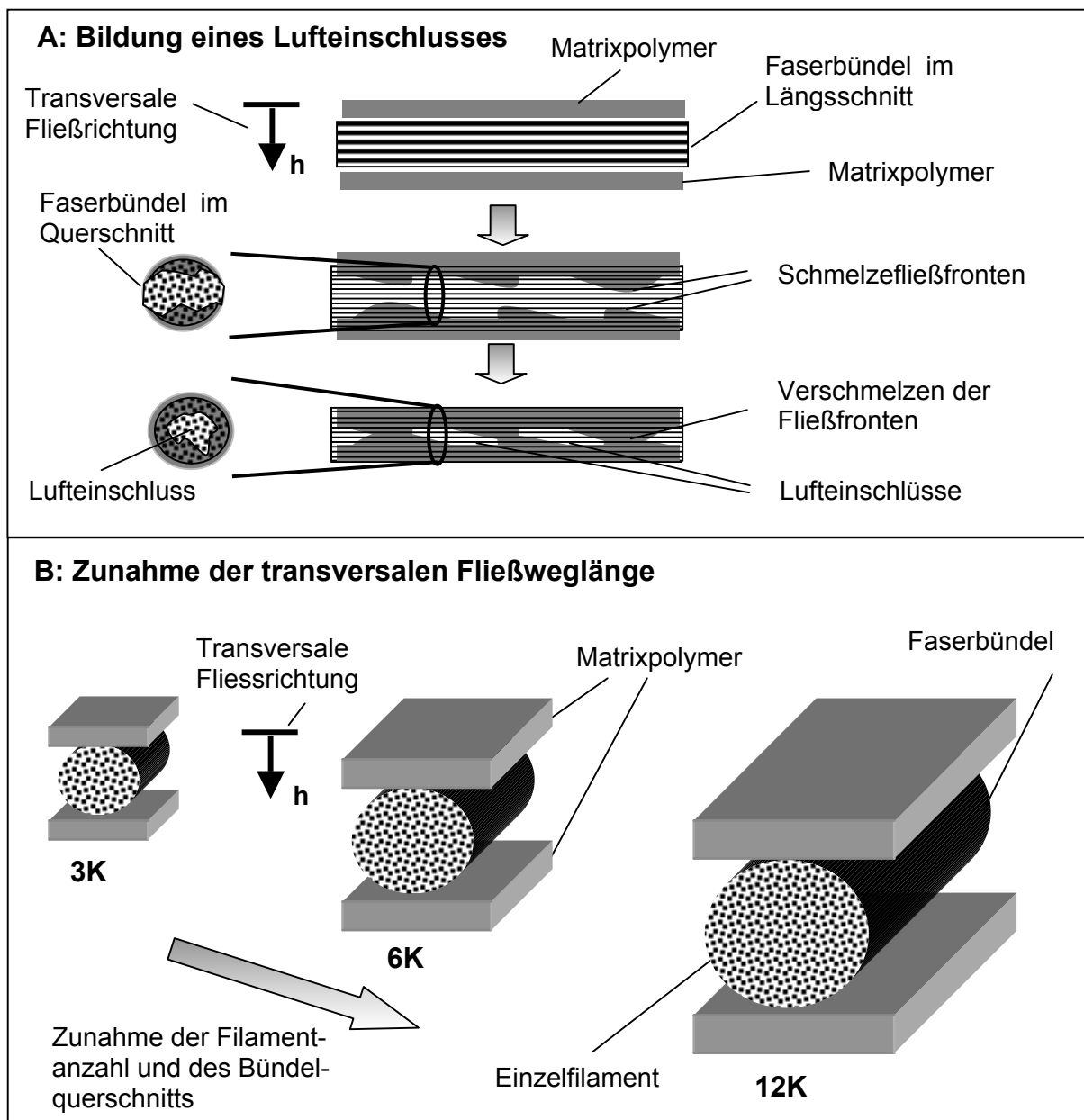


Bild 5.11: Bildung von Lufteinschlüssen (A) und transversale Fließweglängen (B), die Bündeldeformation in Fließrichtung wurde vernachlässigt

Die Ursache für die Bildung des Lufteinschlusses ist das unkontrollierte bzw. verfrühte Aufeinandertreffen zweier Schmelzefläßfronten und die hiermit einhergehende Blockierung des longitudinalen Luftverfrachtungsweges entlang der Faser. Bei vergrößerter Fließweglänge steigt die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten dieses Effektes. Verstärkt konnte dies mit den Untersuchungen an 12K UD-Geweben gezeigt werden, da hier alle Fasern in einer Richtung liegen. Deshalb ist es ohne vorgenommene Bündelspreizung nicht möglich, ein 12K-Fadensystem rein transversal zu imprägnieren.

⇒ **Konzentration auf die 6K-Fadensysteme als Alternative zu 3K**

- Die neu entwickelten Blendmatrizes können analog zu reinem PEEK verarbeitet werden und zeigen im Verbund ein vergleichbares mechanisches Verhalten und Eigenschaftsniveau. Hierbei weist der auf PES aufgebaute ternäre Blend das höhere Substitutionspotenzial gegenüber PEEK auf. Das um ca. 30 % reduzierte Kostenniveau dieser Matrixkomponente schafft in Synergie mit dem günstigeren 6K-Fadensystem eine klare Alternative zu einem konventionellen 3K/PEEK-Laminat.

⇒ **Konzentration auf den PEEK/PEI/PES-Blend Nr. 2015 in Kombination mit dem 6K-Fadensystem als kostengünstige Materialkombination**

- Wie zu erwarten treten keine Unterschiede in den Prozessfenstern für das Film-Stacking-Verfahren und die Verarbeitung von Pulver-Prepregs auf. Die in Tabelle 2.1 gezeigten Schliffbilder für Film- und Pulver-Prepregs lassen erkennen, dass für beide Materialien lediglich eine partielle Imprägnierung der makroskopischen Gewebedomänen vorliegt und kein vorgezogenes Eindringen des Polymers in die mikroskopischen Bündelbereiche vorhanden ist. Geringere Imprägnierzeiten sind beim Einsatz von Lösungsmittel-Prepregs und Suspensions-Prepregs zu erwarten, da solche Materialien bereits eine partielle Mikroimprägnierung der Bündel aufzeigen.

⇒ **Die Prozessfenster für das Film-Stacking-Verfahren und die Verarbeitung von Pulver-Prepregs sind identisch.**

In Bezug auf das Imprägnierverhalten von stark gerichteten Strukturen (MAG) können die Aussagen für ausgeglichene Gewebelamine mit den Ergebnissen für UD-Gewebelamine wie folgt ergänzt werden:



- Da es möglich ist, ein 6K-UD-Gewebe mit  $270 \text{ g/m}^2$  vollständig zu imprägnieren, bei 12K und  $300 \text{ g/m}^2$  jedoch Fehlstellen auftreten, existiert offenbar ein Grenzwert für das maximale Flächengewicht einer rein transversal zu imprägnierenden UD-Lage. Betrachtet man zusätzlich die Ergebnisse für ausgeglichene Gewebe, so ist unter Berücksichtigung der Spreizungsproblematik für 12K-Fadensysteme das maximal mögliche Grenzflächengewicht für die CF-UD-Lage eines MAG im Bereich  $300\text{-}400 \text{ g/m}^2$  anzusetzen.

⇒ **Das maximale Flächengewicht einer noch transversal zu imprägnierenden UD-CF-Lage eines MAG beträgt wahrscheinlich  $300\text{-}400 \text{ g/m}^2$ .**

- Eine weitere Problematik, die anhand der UD-Versuche deutlich wurde, ist die Frage nach dem geeigneten, matrixkompatiblen Schussfaden. Auf die MAG Gelege projiziert ist dies näherungsweise äquivalent mit der Frage nach dem geeigneten Wirkfaden. Die beobachteten Lufteinschlüsse in den GF-Schussfäden reduzieren die Lamineigenschaften und wirken bei Belastungen im Grenzfestigkeitsbereich rissinitiierend. Verbesserungsansätze sind, wie bereits in Kapitel 5.4 erwähnt, durch den Einsatz von CF- und/oder matrixbasierte Schussfäden erzielbar.

⇒ **Ein matrixkompatibler Wirkfaden ist zur Herstellung eines optimierten MAG für Thermoplastanwendungen zwingend erforderlich.**

## 5.6 Prozesstechnische Schlussfolgerungen zur Luftverfrachtung in MAG

Anhand des dargelegten Untersuchungs-/Ergebnisfelds und der in Bild 5.11 dargestellten Luftverfrachtung für eine  $\pm 45^\circ$  Gelegestruktur ist zu hinterfragen, inwieweit die Luftverfrachtung und somit der Imprägnierungsfortschritt bei der Tränkung eines MAG durch prozesseitige Maßnahmen verbessert werden könnte.

Wie bereits geschildert, ist der primäre Verfrachtungsmechanismus der Lufttransport in Längsrichtung des Fadenbündels. Die mehr oder minder zufällige Momentaufnahme in Bild 5.12 für ein  $\pm 45^\circ$  GF/Thermoplast-Gelegelaminat mit einer amorphen Matrix belegt diesen Sachverhalt sehr anschaulich. Damit die transportierte Luft entweichen kann, ist es in jeden Pressvorgang zwingend erforderlich, dass die Ränder des Laminats soweit möglich offen sind. Gleichzeitig muss die einzupressende Matrix daran gehindert werden, in den Randbereichen abzufließen, was eine Abdichtung

bedeutet. Da kein Dichtmaterial existiert, welches zum einen luftdurchlässig ist und zum andern eine hochviskose Polymerschmelze am Abfließen hindert, liegt die Lösung dieser gegenläufigen Anforderungen zumeist in einem Kompromiss aus teilweise seitlicher Werkzeugabdichtung und -Öffnung (vgl. modifiziertes Werkzeugkonzept B). In den dargestellten statischen Pressversuchen mit Geweben wurde diese Thematik am Beispiel der beiden Werkzeugkonzepte behandelt. Hierbei wurde durch die Versuche an den UD-Geweben deutlich, dass die Orientierung des Fadenbündels bei der Festlegung der Randgeometrie (offen bzw. geschlossen) und der Wahl der Einlegerichtung berücksichtigt werden muss.

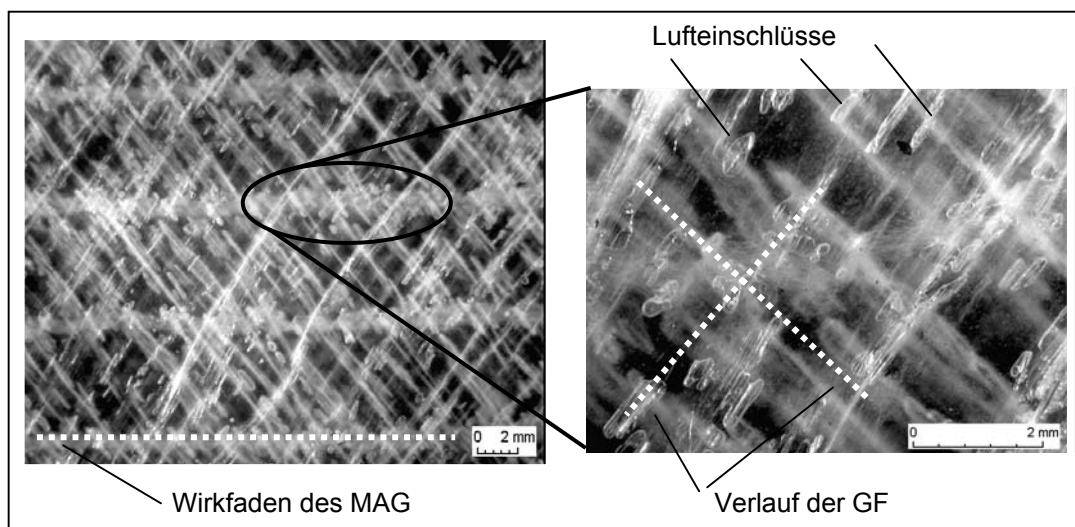


Bild 5.12: Luftpneinschlüsse und Lufttransport in einem  $\pm 45^\circ$  GF/Thermoplast-Gelegelaminat mit amorpher Matrix

Bezogen auf die Imprägnierung eines multiaxialen Gelegeaufbaus, wie er schematisch in Bild 5.13 gezeigt ist, muss zuerst festgestellt werden, welche Lufttransportrichtung als kritisch anzusehen ist. Nimmt man die  $0^\circ$ -Richtung als Prozess- bzw. Hauptrichtung des Einlegens an, reicht die längste Strecke, die die zu verfrachtende Luft zurücklegen muss, von der Laminatmitte unter  $45^\circ$  bis zum Laminatrand. Diese Überlegung ist speziell für semi-kontinuierliche und voll kontinuierliche Pressprozesse von Bedeutung. Ein voll kontinuierlicher Prozess kann maximal an drei Seiten geöffnet sein (Einlaufrichtung + beide Seiten), denn das in Prozessrichtung vorliegende, bereits verfestigte Material bildet eine feste Grenze aus. Gleiches gilt für einen semi-kontinuierlichen Pressprozess, der aber ergänzend während der Transport- bzw. Werkzeugöffnungsphase eine partielle Luftströmung in transversaler Richtung (z-Richtung) zulässt.

Ein Ansatz, um den Lufttransport bei der Gelegeimprägung zu verbessern, ergibt sich aus den bekannten Handlaminierverfahren. Hier streicht und drückt man das Harz mit einer Rolle in die Textilstruktur ein. Hierbei führt man die Rolle auf einer Bahn von innen nach außen. Übertragen auf einen semi-kontinuierlichen oder kontinuierlichen Pressprozess bedeutet dies, die Imprägnierung von der Laminatmitte heraus zu starten und die Schmelzefront entsprechend der Winkelvorgabe des Textils (z.B. MAG) zu steuern. Ergänzend zur Vorgabe des prozessspezifischen Temperatur- und Druckprofils entlang der Prozessrichtung (x-Richtung) müssen die Prozessgrößen zusätzlich über die Laminatbreite (y-Richtung) beeinflussbar sein. Bild 5.13 zeigt, wie dies schematisch durch eine gezielte x- und y-richtungsabhängige Einstellung der Temperaturverteilung realisiert werden könnte. Ein analoges Vorgehen ist auch für die Einstellung des Prozessdrucks denkbar. Unter dem Gesichtspunkt aber, dass die Potenziale für eine Drucksteuerung in Prozessrichtung - Fahren eines Druckprofils in x-Richtung in Abstimmung mit dem Temperaturprofil - derzeit noch wenig genutzt werden, relativiert sich der Ansatz einer gezielten partiellen Druckapplizierung. Weiterhin würde eine solche Lösung einen erhöhten konstruktiven Aufwand bedeuten. Bei Betrachtung der gegebenen Anlagensysteme wäre dies als sehr kostenintensiv einzustufen.

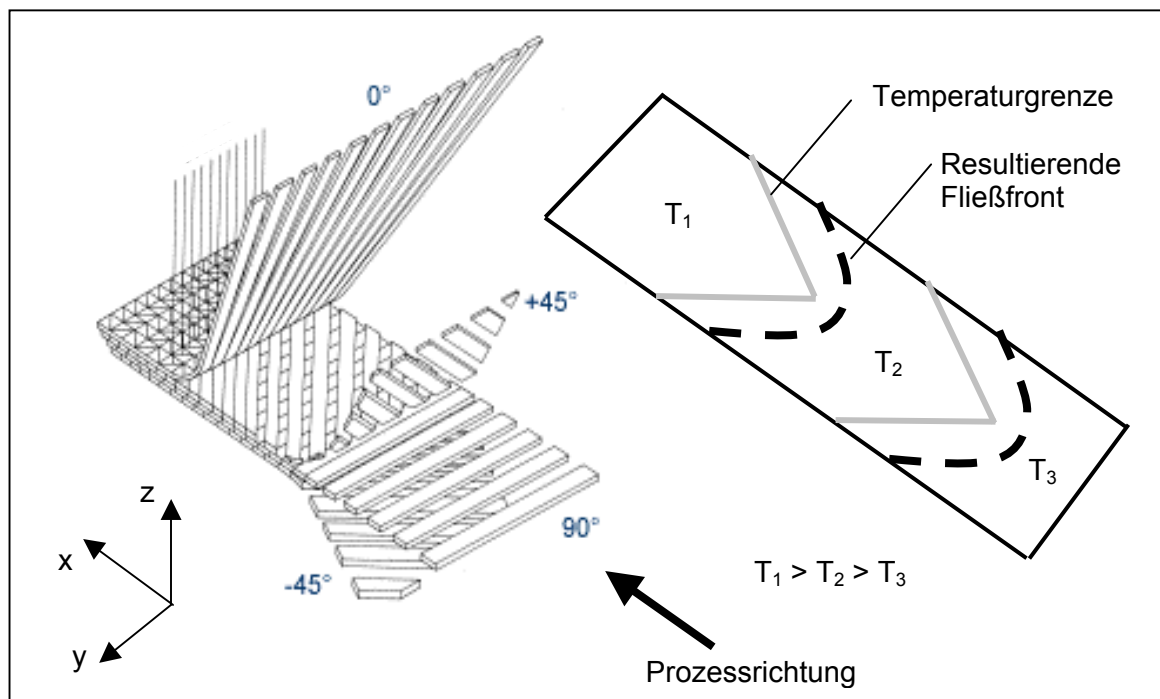


Bild 5.13: Optimierung der Luftverfrachtung mittels winkelabhängiger Temperaturfelder und der hierdurch erzielten Fließfrontbildung

## 6 Semi-kontinuierliche Halbzeugherstellung

Ausgehend von einem statischen Halbzeugherstellungsverfahren kann ein Prozess-Upscaling entweder direkt hin zu einem kontinuierlichen Verfahren stattfinden oder zunächst die Zwischenstufe in Form eines semi-kontinuierlichen Pressprozesses gewählt werden. Speziell für kostenintensive Werkstoffpaarungen (z.B. HTT-Verbunde) mit mittleren Mengenanforderungen ist die Nutzung eines flexiblen semi-kontinuierlichen Verfahrens von großem Interesse. Das folgende Kapitel beschreibt zunächst das in dieser Arbeit betrachtete und zu Versuchszwecken genutzte semi-kontinuierliche Pressverfahren "Intervallheißpresstechnik" (IVHP, ACM GmbH, Markdorf, Deutschland) im Vergleich zur voll kontinuierlichen isobaren Doppelbandpresstechnik. Anhand einer Vorversuchsserie mit GF/PA66 werden grundlegende Fragestellungen zur IVHP-Technologie geklärt. Die hier gewonnenen Erkenntnisse bilden zusammen mit den Ergebnissen der statischen Pressversuche die Basis der Entwicklung der semi-kontinuierlichen Prozessfenster für HTT-Verbunde.

### 6.1 Verfahrensbeschreibung und Vorversuche

#### 6.1.1 Intervallheißpresstechnik (IVHP) im Vergleich zur Doppelbandpresstechnik

Semi-kontinuierliche Anlagensysteme wie die IVHP arbeiten immer im Step-Betrieb. Während der Press- bzw. Druckphase ist die Anlage geschlossen, es wirkt der vollflächige Pressdruck auf das zu verarbeitende Material [86]. In der Transportphase öffnet die Presse kurz und der Aufbau wird nahezu drucklos um eine definierte Strecke weitertransportiert. Nach dem Transport schließt die Presse wieder und baut den Pressdruck erneut auf. Folglich beinhaltet die Transportphase die drei Teilabschnitte Öffnen, Transportieren und erneutes Schließen der Presse. Die resultierende Prozessgeschwindigkeit ergibt sich aus den gewählten Zeitblöcken für die Druck- und Transportphase sowie der Vorschublänge des Laminats.

Je nach Ausführung besteht eine Intervallheißpresse aus einer oder mehrerer in Reihe angeordneten Säulenpressen, in die verschiedene Werkzeuge, Material-, Zulauf- und Auslaufführungen integriert werden können (vgl. Bild 6.1). Die Geometrie und Abmessungen der Werkzeuge sind frei wählbar und lediglich durch die Dimensionierung der Presse begrenzt. Deshalb können neben rein ebenen auch profilierte Halb-

zeuggeometrien, z.B. Winkel-, U-Profile usw. endlos gefertigt werden. Die Heiz- und Kühlsektionen sind modular unter den meist durchgehend konzipierten Werkzeughälften angeordnet. Mittels dieser selektiven Wärmegenerierung werden die materialspezifischen Temperaturprofile in den Werkzeugen eingestellt (vgl. Bild 6.1). Die Heizkreisläufe arbeiten elektrisch, die Kühlkreisläufe werden mit reinem Wasser oder einem Luft-Wassergemisch temperiert. Im Bedarfsfall können zusätzliche Heiz- und Kühlfunktionen direkt in das Werkzeugkonzept integriert werden. Den Materialvorschub übernimmt eine pneumatisch oder hydraulisch betätigte Klemmvorrichtung, die durch einen hydraulisch oder pneumatisch arbeitenden Vorschubzylinder in Prozessrichtung bewegt wird (siehe Vorschubeinheit Bild 6.1).

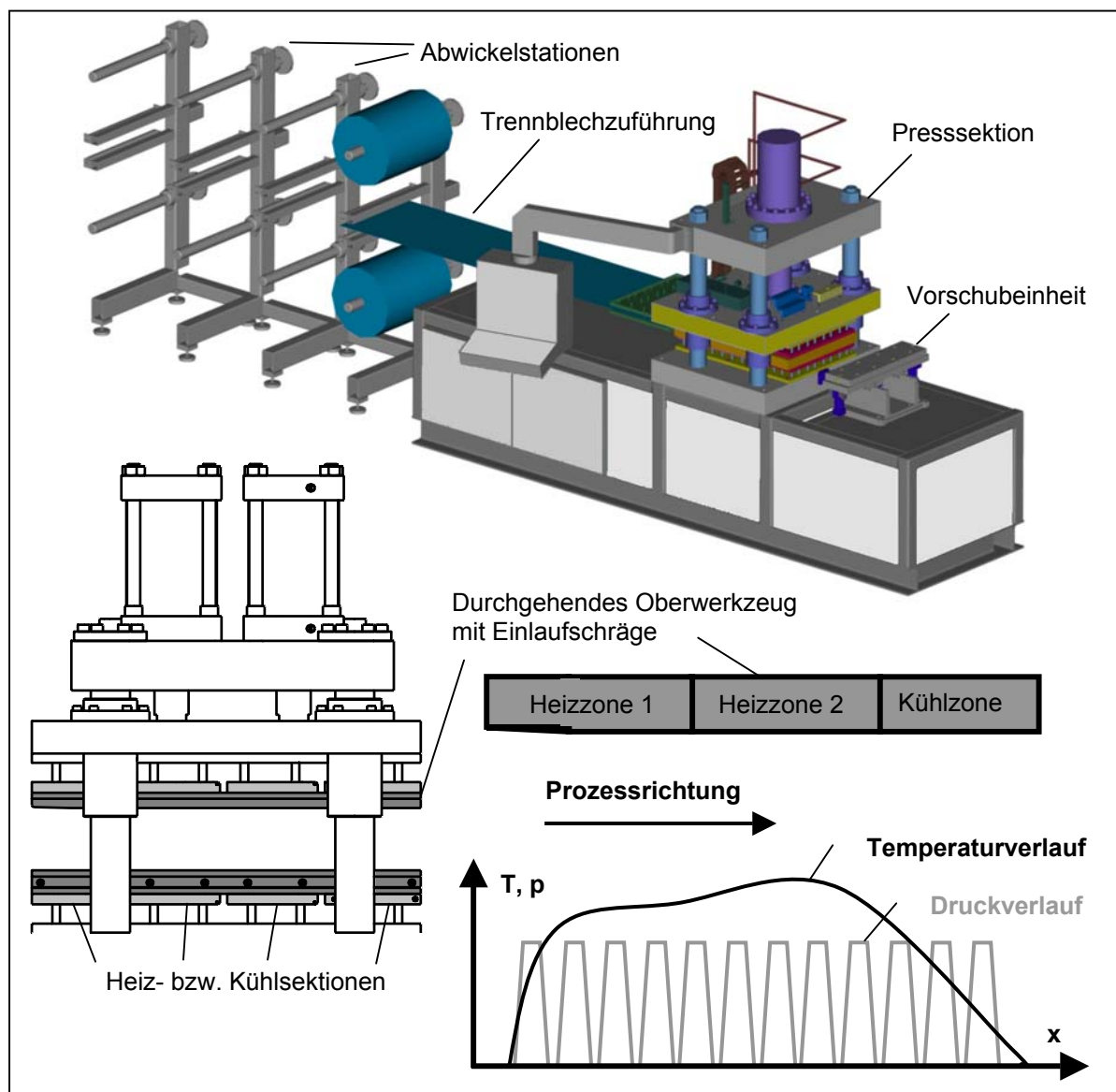


Bild 6.1: Intervallheißpresstechnik (IVHP) ACM GmbH und qualitativer Temperatur- und Druckverlauf im Laminat

Um das Anhaften des flüssigen Thermoplasten am Ober- und Unterwerkzeug zu verhindern und somit die Transportfunktion sicherzustellen, müssen während des Betriebes auf der Materialober- und Unterseite Trennhilfen in Form von Trennblechen oder Trennfolien (0,1 - 0,5 mm Dicke) mitgeführt werden. Alternativ können bei Prozesstemperaturen kleiner 260 °C GF/PTFE-Verbundschichten auf die Werkzeughälften aufgeklebt werden, die dann die Trennfunktion gewährleisten.

Die semi-kontinuierlichen Pressversuche im Rahmen der Arbeit wurde auf einer Laboranlage der ACM GmbH durchgeführt. Hierbei kam das in Bild 6.1 schematisch gezeigte ebene, durchgängige Plattenwerkzeug mit einer Länge von 600 mm und einer Arbeitsbreite von 250 mm bzw. 500 mm zum Einsatz. Das Werkzeug ist mit Tauchkanten die seitlich angeschraubt werden, bestückt und verfügt zusätzlich über eine Einlaufschräge. Diese Einlaufschräge erleichtert die Laminatkompaktierung und bewirkt zusätzlich eine Luftverdrängung entgegen der Prozessrichtung. Die Zonenaufteilung entspricht der Aufteilung der Heiz- und Kühlzonen, die unter dem Werkzeug sitzen (2/3 Heizzone und 1/3 Kühlzone). Neben der Zonenaufteilung sind in Bild 6.1 qualitativ der Temperatur- und der Druckverlauf im Laminat während eines Pressendurchlaufs dargestellt. Die kurzen drucklosen Phasen repräsentieren die Transportvorgänge. Die Haltezeiten unter Druck liegen bei der betrachteten Anlage zwischen 5 und 20 Sekunden. Die Transportphase nimmt 2 – 5 s in Anspruch, wobei die Vorschublängen im Bereich 5 - 200 mm variierbar sind. Mit Hilfe dieser Einstellmöglichkeiten lassen sich Prozessgeschwindigkeiten bis 2 m/min realisieren. Da die Laminaterwärmung größtenteils durch Kontakt erfolgt, kann die gewünschte Prozesstemperatur sehr schnell erreicht werden. Gleiches gilt auch für den Wärmeaustrag aus dem Laminat.

Im Gegensatz zur Intervallheißpresse arbeiten isobare Doppelbandpressen (DBP) kontinuierlich. Der Pressdruck liegt auch während des Materialtransports an und sinkt nur im Übergang zwischen zwei Druckkissen leicht ab (vgl. Bild 6.3). Das Prinzip der Druckerzeugung einer solchen Presse ist zusammen mit der am IVW vorhandenen Laboranlage (System Contilam<sup>®</sup>, HELD Technologie GmbH, Trossingen, Deutschland) in Bild 6.2 dargestellt. Das Kissen wird durch die Heizplatte mit Drucköl gespeist und überträgt den Druck direkt an das Stahlband. Der entstehende Leckölstrom wird über eine Vakuumbaugung zwischen zwei umlaufenden Formdichtun-

gen abgesaugt. Dieser kontinuierliche Ölfluss reduziert die Reibung zwischen Stahlband und Formdichtungen, wodurch der kontinuierliche Transport des Bandes erleichtert wird. Gleichzeitig bedeutet dies, dass ein Minimum an Bandbewegung vorhanden sein muss, um nicht vom Zustand der Gleitreibung in die Haftreibung überzugehen. Diese minimale Bandgeschwindigkeit ist um so größer, je höher der aufzubringende Prozessdruck ist (höherer Kissendruck  $p \Rightarrow$  höherer Anpressdruck der Formdichtungen). Aus diesem Grund ist das Doppelbandpressenprinzip in der Prozessgeschwindigkeit nach unten hin begrenzt (Geschwindigkeitsuntergrenze der IVW-Laboranlage: 0,15 m/min).

Die meisten isobaren Doppelbandpressen arbeiten mit 2 oder 3 Druckkissen. Zum einen sind der Kissendimensionierung Grenzen gesetzt. Zum anderen ist man bestrebt, die Heiz- und Kühlzonen thermisch voneinander zu entkoppeln. Die obere Grenze der Kissendimensionierung gibt hierbei die maximale Zugfestigkeit des Stahlbandes vor. Die Kraft im Stahlband wiederum hängt von der aufzubringenden Dichtkraft zwischen bewegtem Band und der umlaufenden Druckkissenformdichtung ab. Deshalb müssen manche Anlagen je nach geforderte Länge und Breite in mehrere Druckzonen unterteilt werden.

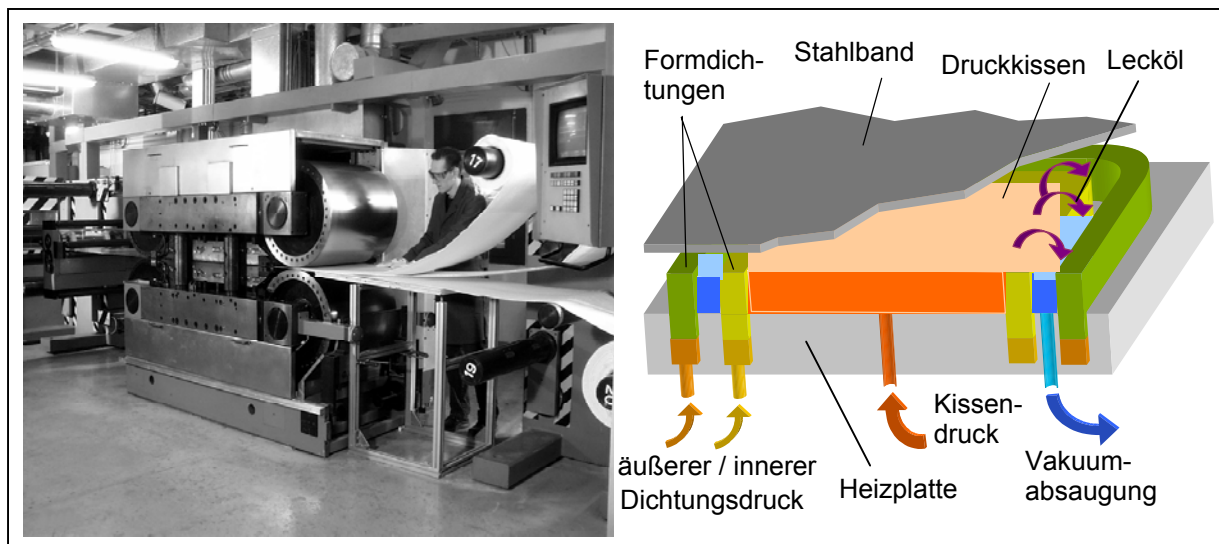


Bild 6.2: Isobare Doppelbandpresse IVW GmbH (linkes Bild) und Prinzip der Druckerzeugung einer solchen Anlage (rechtes Bild)

Die eigentliche Wärmeübertragung an das Stahlband gewährleisten Kupferbrücken, die in die Heiz- bzw. Kühlplatten eingelassen sind und über Federsysteme gegen das Band drücken (vgl. Bild 1.6). Auch hier wird die entstehende Reibung der Festkörper

Stahl/Kupfer gegeneinander durch das Öl des Druckkissens herabgesetzt. Die Heiz- und Kühlplatten des Systems werden teilweise elektrisch beheizt oder mittels Öl beheizt bzw. gekühlt. Der Aufbau der Heiz- und Kühlzonen der Laboranlage sowie die sich qualitativ ergebenden Temperatur- und Druckverläufe im Laminat sind in Bild 6.3 dargestellt. In der Skizze ist zu erkennen, dass die Hochtemperaturzone, welche elektrisch beheizt wird, als separate Platte in die Heizzone integriert ist (Hüllplatte, ölbeheizt). Zur thermischen Trennung ist die Kühlzone als separate Platte mit einem eigenen Druckkissen ausgeführt (Ölkühlung). Um zusätzlich die einlaufenden Materialien und das Stahlband vorzuwärmen, kann die Einlauffrommel elektrisch temperiert werden.

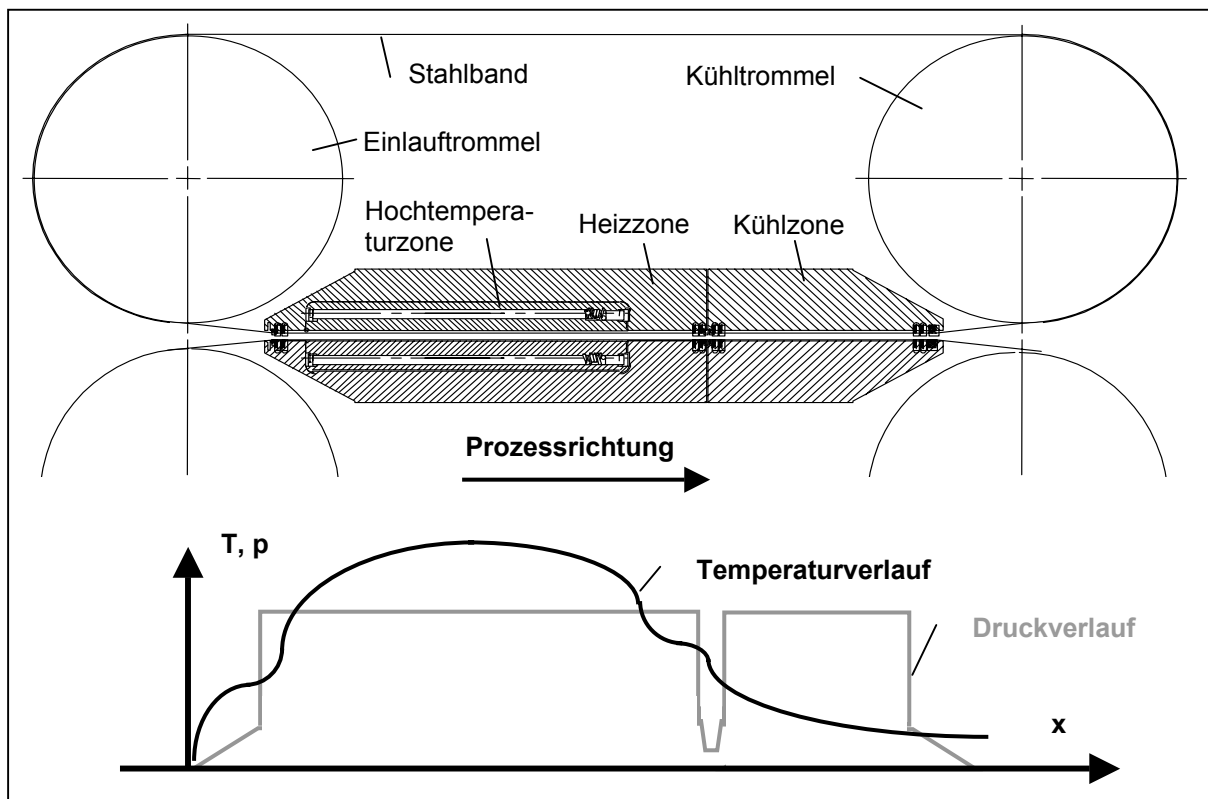


Bild 6.3: Zonenaufteilung der IVW-Doppelbandpresse und qualitativer Temperatur- und Druckverlauf im Laminat

Bedingt durch die Art der Druckaufbringung der isobaren DBP (vgl. Bild 6.2) ist es im Gegensatz zur IVHP stets nötig, die Anlagenbreite vollständig (d.h. gleiche Materialhöhe über der Breite) mit Material zu beschicken. Dies gilt auch für den Bereich über den Dichtungen, der nicht beheizt wird. Findet man keinen geeigneten Dichtwerkstoff der als Seitenbegrenzung unter den Dichtungen mitgeführt werden kann, stellt sich immer ein minimaler Randverschnitt (ca. 3 cm pro Seite) ein. Insgesamt entschei-



dend für den Prozess ist aber das von der Gesamtanlagenbreite vorgegebene Verhältnis von Randbeschnitt zur effektiven Halbzeugbreite. Mit einem seitlich geschlossenen Werkzeugkonzept auf einer IVHP können Randbeschnitte in der Größenordnung von 0,5 - 1 cm pro Seite realisiert werden.

Ergänzend zu der bislang aufgeführten Technologieanalyse stellt Tabelle 6.1 eine zahlenbezogene Gegenüberstellung der Laboranlagensysteme dar. Eine erste, stichpunktartige Differenzierung in Bezug auf die grundlegenden Unterschiede der Pressensysteme ist in Tabelle 6.2 angeführt.

Tabelle 6.1: Zahlenvergleich der Pressensysteme

	<b>IVHP, Laboranlage ACM GmbH</b>	<b>Isobare DBP, Laboranlage IVW GmbH</b>
Länge der Presszone [mm]	600	1240
Arbeitsbreite [mm]	0 - 650	635
Max. Verarbeitungstemp. [°C]	410	410
Max. Verarbeitungsdruck [bar]	25	45
Min. Prozessgeschw. [m/min]	keine	0,15
Max. Prozessgeschw. [m/min]	2	2

Tabelle 6.2: Vor- und Nachteile der Pressensysteme

	<b>IVHP</b>	<b>Isobare DBP</b>
<b>Vorteile</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Isobares Verfahren</li> <li>▪ Flexibles Verfahren, auch profilierte Halbzeuge möglich</li> <li>▪ Geringe Investitionskosten</li> <li>▪ Effektiver Temperatureintrag</li> <li>▪ Geringer Materialverschnitt und Randabfall</li> <li>▪ Geringe Geschwindigkeiten sind möglich</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Kontinuierliches Verfahren</li> <li>▪ Isobares Verfahren</li> <li>▪ Gleichmäßige Dickenqualität</li> <li>▪ Hohe Oberflächenqualität</li> <li>▪ Effektiver Temperatureintrag</li> <li>▪ Hohe Prozessdrücke und sehr homogene Druckverteilung</li> <li>▪ Hohe Prozessgeschwindigkeiten</li> <li>▪ Einfacher Trennmittelauftrag auf die Bänder möglich</li> </ul>
<b>Nachteile</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Abzeichnung der Step-Stellen an der Oberfläche</li> <li>▪ Mangelnde Planheit über die Breite bei <math>T &gt; 300\text{ °C}</math> möglich</li> <li>▪ Trennhilfen fast immer notwendig</li> <li>▪ Nicht für dünne Lamine &lt; 0,3 mm geeignet</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Hohe An- und Abfahrverluste beim Materialwechsel</li> <li>▪ Randabfall nur durch aufwändige Seitendichtsysteme reduzierbar (schwierig bei <math>T &gt; 300\text{ °C}</math>)</li> <li>▪ Hohe Investitionskosten</li> <li>▪ Nur wirtschaftlich im Schichtbetrieb</li> </ul>

### 6.1.2 Vorversuche mit GF/PA66-Laminaten

Aufbauend auf dem unter 6.1.1 begonnenen Systemvergleich für die beiden Press-technologien sollen die im vorliegenden Kapitel beschriebenen Vorversuche klären,

inwieweit die Intervallheißpresstechnik zur "Organoblech"-Herstellung generell und speziell für das hier fokussierte Thema der Verarbeitung von HTT-Verbunden eingesetzt werden kann. Da sich bereits bei den statischen Pressversuchen zeigte, dass die Verarbeitung dieser Materialkombination bei Temperaturen um 400 °C nicht einfach ist, wurde die Vorversuchsserie mit einer einfacheren Werkstoffkombination durchgeführt, um grundlegende Aspekte des IVHP-Prozesses zu untersuchen.

Werden Lamine in einem semi-kontinuierlichen Step-Prozess wie der IVHP gefertigt, weisen sie häufig eine Art „Streifenmuster“ an der Oberfläche auf (vgl. Bild 6.4). Dieses Muster ist abhängig von der Einstellung der Prozessparameter, insbesondere dem Vorschub, der Materialkombination selbst und der gewählten Trennhilfe. Es stellt sich zunächst die Frage nach der Ursache für die Unterschiede im visuellen Oberflächenerscheinungsbild und deren Auswirkung auf die Laminatqualität.

Durch den Step-Betrieb wird der Werkstoff teilweise von der Schmelzphase direkt in die Kühlphase überführt, während er beispielsweise an einer weiteren Laminatposition zwischen diesen Prozesszuständen liegt. Es treten also verschiedene Abkühlraten an unterschiedlichen Laminatpositionen auf, die im Gegensatz zu einem voll kontinuierlichen Prozess für den Zeitabschnitt der Pressphase lokal konstant sind. Dieser Sachverhalt kann somit auch Einfluss auf den Imprägnierungsfortschritt und insbesondere bei teilkristallinen Matrixwerkstoffen auf die Ausbildung der Morphologie haben. Mögliche Unterschiede in der sich lokal einstellenden Kristallinität können wiederum Ursache für die streifenartige Oberflächenerscheinung sein (variierender Brechungsindex). Deshalb wurden anhand der Vorversuche folgende Effekte näher untersucht:

- Lokale Imprägnierunterschiede
- Lokale Kristallinitätsunterschiede
- Beschaffenheit der Oberfläche

Neben diesen materialtechnischen Aspekten mussten fertigungstechnische Grundlagen bezüglich der Materialführung, der Trennmittelwahl und dem Trennmittelauftrag in den Vorversuchen erarbeitet werden.

Für die ausgewählte GF/PA66 Verbundkombination (vgl. Tabelle 6.3) existierte bereits eine Reihe von Versuchsergebnissen [83, 87], die aus DBP-Versuchen auf der IVW-Laboranlage stammen und somit eine breite Datenbasis für einen Materialab-

gleich und eine Bewertung der Materialqualität bilden. Die IVHP-Vorversuche wurden auf einem 500 mm bzw. 250 mm breiten Plattenwerkzeug mit einer Länge von 600 mm im Film-Stacking-Verfahren durchgeführt (vgl. Bild 6.1), so dass ein realer Bezug zur Produktbreite von 550 – 570 mm und der Herstelltechnologie auf der DBP besteht.

Tabelle 6.3: GF/PA66 Verbundkombination der IVHP-Vorversuche

Materialpaarung, Herstelltechnologie	Polymer	Verstärkungs- struktur	Dicke [mm]	$\phi_V$ [%]
GF/PA66 Film-Stacking, 4 x Gewebe, 5 x Folie	PA66 Folie, 100 $\mu\text{m}$ , $T_m = 260\text{ }^\circ\text{C}$ , $T_c = 220\text{ }^\circ\text{C}$ $\rho = 1,14\text{ g/cm}^3$ (DARTEK <sup>®</sup> , DuPont Pack- aging Films, Canada)	E-Glas Gewebe, Atlas 1/7 Bindung Gewicht = 296 g/m <sup>2</sup> (Hexcel Fabrics, Frankreich)	0,96 - 0,97	48

Tabelle 6.4 gibt eine Übersicht zu den gewählten Parameterpaarungen. Die Prozessgeschwindigkeit der ersten IVHP-Versuchsreihen I - III wurde in Anlehnung an die bekannte Prozessgeschwindigkeit von  $v = 24\text{ m/h}$  für den DBP-Prozess (Presszonenlänge der DBP ca. Faktor 2 der IVHP) mit  $v = 5,6\text{ m/h}$  niedrig angesetzt, da im Vorfeld noch keine Informationen zum Wärmeübergang in der IVHP vorlagen. Deshalb stand hier die Variation der maximalen Verarbeitungstemperatur und des Prozessdrucks im Vordergrund. Versuch IV ist mit den Gegebenheiten der DBP vergleichbar, da die Prozessgeschwindigkeit von 11,4 m/h bezogen auf die Werkzeuglänge von 600 mm dem Verhältnis von 24 m/h zu 1240 mm Presszonenlänge auf der DBP nahezu entspricht. Hinsichtlich der Trennmittelwahl führten die Versuche mit Kapton- oder Aluminium-Folien zu keiner befriedigenden Oberflächenqualität. Daraufhin wurden bei allen weiteren Versuchen zwei mitlaufende Stahlbleche mit einer Dicke von je 0,2 mm als Trennhilfe eingesetzt. Um ein Anhaften des Laminats am Stahl zu verhindern, wurden die Bleche zuvor mit einem Trennmittel versehen.

Tabelle 6.4: Parameterkombinationen der GF/PA66 Vorversuche

Nr.	Press- system	Produktbreite [mm]	$T_{\text{max}}$ [ $^\circ\text{C}$ ]	$T_k$ [ $^\circ\text{C}$ ]	Druck [bar]	$v$ [m/h]	Druck-/ Trans- portzeit [%]
I	IVHP	500	300	50	12	5,6	75 / 25
II		500	320			5,6	75 / 25
III		500	340		25	5,6	75 / 25
IV		250	340			11,4	75 / 25
V	DBP	550-570	340	40	25	24	-

Referenzwerte

## 6.1.3 Ergebnisse der Vorversuche mit GF/PA66-Laminaten

Bild 6.4 zeigt eine Draufsicht des mit der Parameterpaarung IV gefertigten Versuchslaminats und gibt einen Einblick in dessen Mikrostruktur an verschiedenen Step-Stellen. Lokale Unterschiede im Imprägnierungsgrad sind nicht erkennbar.

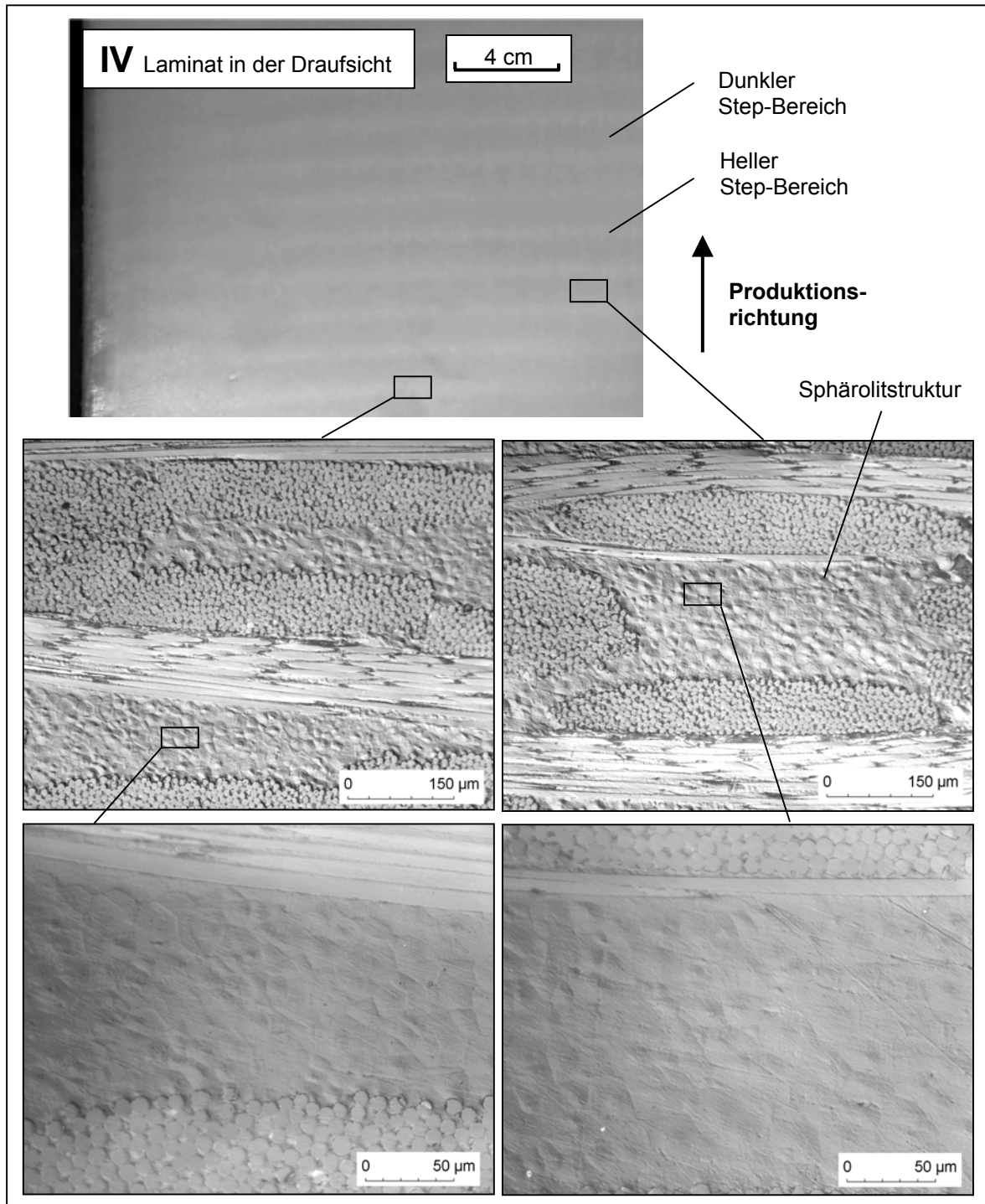


Bild 6.4: Lokaler Imprägnierungsgrad und Mikrostruktur in unterschiedlichen Step-Bereichen eines GF/PA66 IVHP-Laminats, Versuch IV

Die Faserbündel weisen durchgehend eine vollständige Imprägnierung auf. In der vergrößerten Auflösung können bereits die Sphärolitstrukturen der Teilbereiche miteinander verglichen werden. Auch hier sind keine Unterschiede in der Sphärolitgrößenverteilung und deren Anordnung erkennbar, was auf eine identische Morphologie in den Step-Bereichen hindeutet. Die DSC-Untersuchungen der lokalen Kristallinitätsgrade bestätigen dies. Sowohl in den heller erscheinenden als auch in den dunkler wirkenden Step-Bereichen wurde ein Kristallinitätsgrad von  $32 \pm 1 \%$  ermittelt. Nachdem die beiden Aspekte der lokalen Imprägnierungs- und Morphologieunterschiede ausgeräumt sind, kann lediglich die Oberflächentopologie für das Erscheinungsbild maßgebend sein. Anhand der in Bild 6.5 dargestellten Profilometrie-

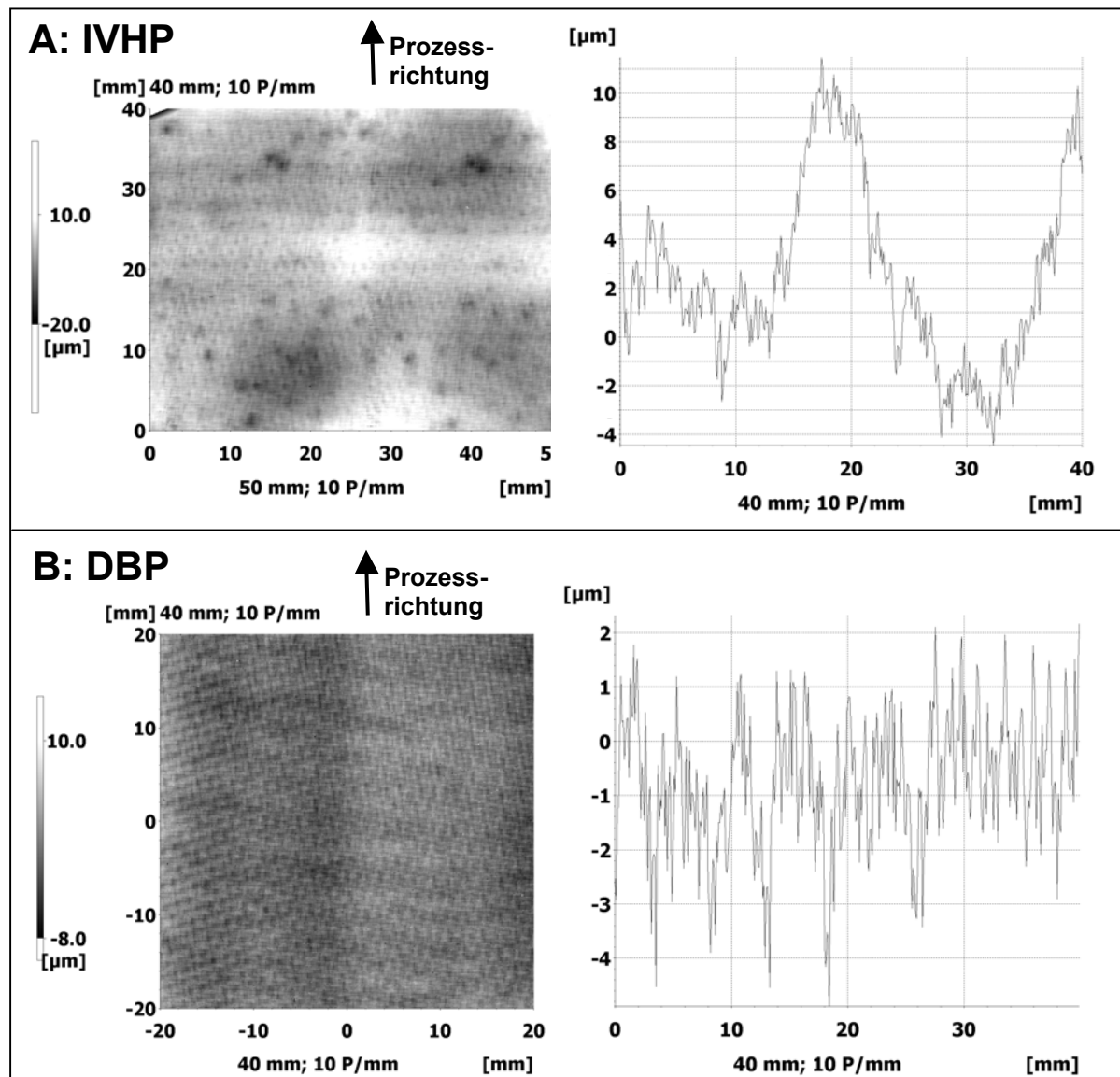


Bild 6.5: Oberflächentopologie eines IVHP-Laminats (IV, Bild A) im Vergleich zu einem DBP-Laminat (V, Bild B)

aufnahmen der Oberfläche eines IVHP-Laminats im Vergleich zu einem DBP-Laminat können die Unterschiede im optischen Erscheinungsbild direkt erklärt werden. Die Schnittansichten in Prozessrichtung in der linken Bildhälfte zeigen, dass sich im Step-Prozess ein Oberflächenprofil einstellt, welches dem gewählten Prozessvorschub folgt und mit einer Amplitude von ca. 10  $\mu\text{m}$  um 500 % größer ist als für den kontinuierlichen Prozess (Amplitude ca. 2  $\mu\text{m}$ ). Dies ist die Ursache für das „streifenartige“ Oberflächenmuster der IVHP-Lamine. Die die nach DIN 4776 gemessenen Mittenrauhwerte  $R_a$  von  $0,96 \pm 0,14 \mu\text{m}$  für den IVHP-Prozess und  $0,83 \pm 0,08 \mu\text{m}$  für den DBP-Prozess liegen in einer ähnlichen Größenordnung.

Einen Vergleich der mechanischen Kennwerte und der Laminatdicken liefert Tabelle 6.5. Die angegebenen FVG wurden aus den gemessenen Laminatdicken berechnet und dienen der Normierung der Biege Kennwerte.

Tabelle 6.5: Kennwerte der GF/PA66 Lamine aus den IVHP-Versuchen und Referenzwerte für die Verarbeitung auf der DBP

Nr.	Press-system	Laminat-dicke [mm]	$\varphi_F$ [%] *	$\sigma_B$ [MPa]	Normiert $\varphi_F = 50$ % [MPa] *	$E_B$ [GPa]	Normiert $\varphi_F = 50$ % [GPa] *
I	IVHP	$0,99 \pm 0,02$	47	$780 \pm 39$	833	$29 \pm 0,5$	30
II		$0,99 \pm 0,02$	47	$825 \pm 17$	879	$30 \pm 0,8$	31
III		$0,95 \pm 0,02$	49	$849 \pm 25$	876	$30 \pm 0,6$	32
IV		$0,98 \pm 0,02$	47	$705 \pm 16$	750	$28 \pm 0,6$	31
V	DBP*	$0,97 \pm 0,02$	48	$795 \pm 8$	834	$28 \pm 0,4$	30

\* berechnete Kennwerte  Referenzwerte

Mit der Erhöhung der maximalen Prozesstemperatur und des Prozessdruckes von Versuch I zu Versuch III ist zunächst ein tendenzieller Kennwertanstieg der nicht normierten Biegefestigkeitswerte erkennbar. Dieser Sachverhalt relativiert sich jedoch bei Betrachtung der normierten Kennwerte in Kombination mit den Schlibbildern in Bild 6.6. Der Grund für den Anstieg liegt offensichtlich nicht in einem verbesserten Imprägnierungsgrad, sondern in der Erhöhung des Faservolumengehalts, bedingt durch das Herauspressen der Matrixkomponente am Laminatrand (vgl. abnehmende Laminatdicken in Tabelle 6.5). Die Schwankungen der Laminatdicke über der gesamten Produktionsbreite betragen lediglich  $\pm 0,02$  mm und liegen damit in einem tolerierbaren Bereich für die Organoblech-Herstellung. Das mit der als vergleichend konzipierten Parameterpaarung IV gefertigte IVHP-Laminat zeigt gegenüber dem DBP-Laminat eine 10 % geringere Biegefestigkeit. Dieser Sachverhalt kann auf die etwas

geringere Einwirkungszeit des Prozessdrucks und den geringeren Wärmeeintrag in Folge des Step-Betriebes zurückgeführt werden. Offensichtlich ist unter den gegebenen Voraussetzungen eine direkte Substitution der Prozessfenster von DBP- und IVHP-Parametern nicht möglich. Dennoch belegen die sehr guten mechanischen Kennwerte der Versuche I - III bei einer Geschwindigkeit von 5,6 m/h das hohe Potenzial der IVHP-Technologie. Hier kann sogar mit geringen Drücken von 12 bar bei verringerter Maximaltemperatur ein qualitativ hochwertiges Organoblech hergestellt werden.

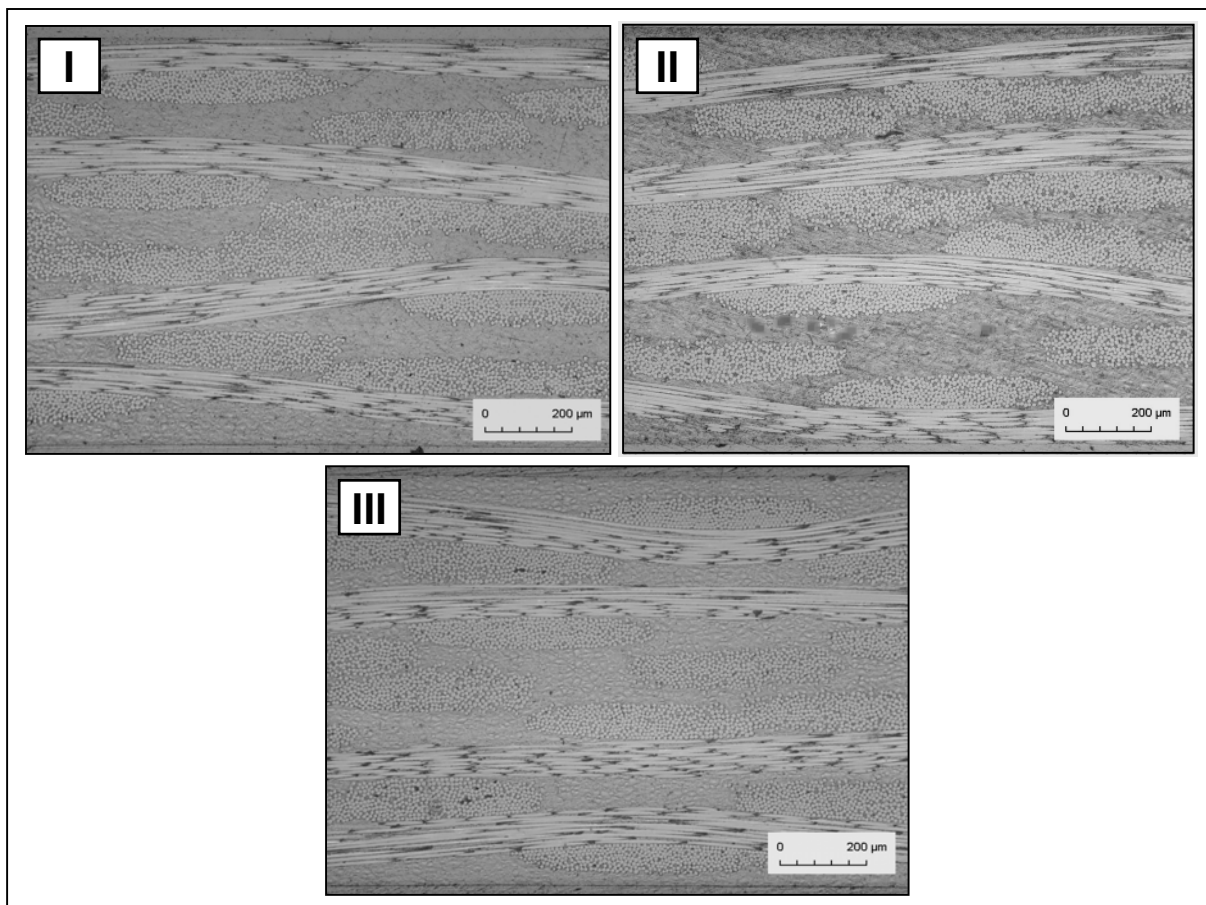


Bild 6.6: Schliffbilder der GF/PA66 IVHP-Laminat Versuch I-III

#### 6.1.4 Fazit der GF/PA66-Vorversuche

Abschließend lässt sich für die in den Vorversuchen betrachteten GF/PA66-Verbunde festhalten, dass mit beiden Prozesstechnologien hochwertige Laminatqualitäten herstellbar sind. Lediglich in den erreichbaren lokalen Oberflächenqualitäten konnten noch Unterschiede zwischen der IVHP- und der DBP-Technologie fest-

gestellt werden. Durch die geeignete Wahl des Vorschubs für den IVHP-Prozess und/oder eine angepasste Temperaturführung im Presswerkzeug sind aber noch Verbesserungspotenziale vorhanden.

Geht man davon aus, dass die Halbzeuge in einem sich anschließenden Thermoformprozess weiterverarbeitet werden (vgl. Bild 1.3) bzw. im Nichtsichtbereich zum Einsatz kommen, ist der Texturunterschied von geringer Bedeutung, da auch die Laminatfestigkeitswerte hierdurch nicht negativ beeinflusst wurden. Erste Umformversuche mit Halbrohrprofilen bestätigten diese Einschätzung. Die Versuchsprofile aus IVHP-Laminaten zeigten nach dem Umformprozess kein Streifenmuster mehr.

## 6.2 IVHP-Versuche mit HT-Thermoplasten und deren Blends

### 6.2.1 Versuchsdurchführung

Die IVHP-Versuchsreihe auf Basis der HT-Thermoplaste wurde ebenfalls mit dem 250 mm breiten und 600 mm langen Plattenwerkzeug, dessen Zonenaufteilung in Bild 6.1 dargestellt ist, durchgeführt. Als Fasermaterial kam das auf einem 3K-Fadensystem basierende und in Tabelle 3.5 beschriebene ausgeglichene Atlas 1/4 Gewebe mit 285 g/m<sup>2</sup> zum Einsatz. Seitens der Matrices wurde neben dem reinem PEEK der neu entwickelte ternäre PEEK/PEI/PES Blend Nr. 2015 (vgl. Tabelle 3.1) verwendet, der im Ergebnisfeld der statischen Pressversuche bereits die besten Eigenschaften im Vergleich mit PEEK aufzeigte. Analog zu den statischen Pressversuchen erfolgte die eigentliche Laminatherstellung im IVHP-Prozess unter Verwendung von Pulver-Prepregs. Tabelle 6.6 zeigt die gewählten Parameterkombinationen der IVHP-Versuche und gibt eine Übersicht der zum Vergleich heranzuziehenden statischen Verarbeitungsbedingungen.

Die gewählten Prozessgeschwindigkeiten und -drücke für die PEEK-Versuche orientieren sich primär an den optimalen statischen Verarbeitungsfenstern. Für einen Teil der Versuche wurde die Haltezeit bei maximaler Prozessstemperatur so eingestellt, dass sie innerhalb des statischen Zeitkorridors von  $t_0$  bis  $1,7 t_0$  liegt (vgl. Tabelle 6.6, Nr. II, IV, V). Die parallel geplanten Versuche mit höheren Prozessgeschwindigkeiten bzw. verkürzter Verweilzeit dienen dem Ausloten der Verfahrensgrenzen (vgl. Tabelle 6.6, Nr. I, III, VI). Zusätzlich wurde bei diesen Versuchen die Lagenanzahl variiert.



Die 6-lagigen Lamine mit dem Blendsystem Nr. 2015 wurden durchgehend bei einer Haltezeit von  $1,7 t_0$  gefertigt.

Die Fragestellung nach dem Einfluss des Verhältnisses von Druckzeit zu Transportzeit bildete einen weiteren Untersuchungsschwerpunkt, der für beide Polymere im Ansatz betrachtet wurde. Um den Effekt zu verstärken, wurde bei reduziertem Prozessdruck und einer ausgedehnten Haltezeit von  $1,7 t_0$  gearbeitet.

Tabelle 6.6: Parameterkombinationen der IVHP-Versuche mit HTT-Verbunden und Vergleichswerte für die Verarbeitung im statischen Pressprozess

Nr.	Press-system	Matrix	Lagen-anzahl	Halte-zeit	$T_{max}$ [°C]	$T_k$ [°C]	Druck [bar]	v [m/h]	Druck-/Transportzeit [%]
I	IVHP	PEEK	4	0,7 $t_0$	400	50	25	3,4	75 / 25
II				1,3 $t_0$				2,0	75 / 25
III			0,8 $t_0$	2,9				75 / 25	
IV			6	1,7 $t_0$			20	1,2	90 / 10
V				1,7 $t_0$				1,2	50 / 50
VI			8	0,9 $t_0$			25	2,9	75 / 25
VII		2015	6	1,7 $t_0$			20	1,2	90 / 10
VIII				1,7 $t_0$				1,2	50 / 50
IX	Statisch	PEEK	6	$t_0$	400	-	25	-	-
X				1,7 $t_0$					
XI		2015		1,7 $t_0$					
XII				2,2 $t_0$					

■ Vergleichswerte aus Kapitel 5.3

### 6.2.2 Ergebnisse im Vergleich zu den statischen Pressversuchen

Tabelle 6.7 stellt die gemessenen geometrischen und morphologischen Laminat-kennwerte der IVHP-Versuche den statischen Ergebnissen gegenüber. Fast alle IVHP-Lamine haben eine Randporositätsklasse von 1 und liegen damit unterhalb des geforderten Grenzwertes. Nur der Blend-Versuch VIII mit erhöhter Transportzeit liegt mit der Einstufung 2 etwas über dem Grenzwert. Generell scheint die Erhöhung der Transportzeit auch erhöhte Randporositätswerte zur Folge zu haben. Dies bestätigen auch tendenziell die für reines PEEK gemessenen Werte. Grund hierfür ist die in Folge der vergrößerten Transportzeit reduzierte Verweilzeit bei maximalem Prozessdruck. Optisch lässt sich dies anhand der Schliffaufnahmen für die Blend-Lamine in Bild 6.7 belegen. Die Luftporen im Versuchslaminat VIII sind deutlich sichtbar. Obwohl die makroskopische Randporositätsmessung diese innenliegenden Poren nicht erfasste, korreliert die Einstufung mit den Schliffbildaufnahmen.

Weiterhin ist zu erkennen, dass sich die Luftporenschlüsse nicht innerhalb der Faserbündel befinden. Hieraus kann interpretiert werden, dass der Imprägnierungsvorgang trotz der erzwungenen, zeitlich verkürzten Druckeinwirkung abgeschlossen wurde.

Tabelle 6.7: Kennwerte der IVHP-Versuche mit HTT-Verbunden und Vergleichswerte für die Verarbeitung im statischen Pressprozess

Nr.	Press-system	Matrix	Lagen-anzahl	Halte-zeit	P <sub>V</sub> - Klasse	Laminat-dicke [mm]	ρ <sub>V</sub> [g/cm <sup>3</sup> ] ±0,01	Φ <sub>F</sub> * [%]	Kristallini-tätsgrad [%] ±2
I	IVHP	PEEK	4	0,7 t <sub>0</sub>	1	1,27 ±0,07	1,53	46	30
II				1,3 t <sub>0</sub>	1	1,28 ±0,06	1,53	46	42
III			6	0,8 t <sub>0</sub>	1	1,91 ±0,04	1,55	50	30
IV				1,7 t <sub>0</sub>	1	1,70 ±0,07	1,55	50	27
V				1,7 t <sub>0</sub>	1	1,70 ±0,07	1,54	48	30
VI			8	0,9 t <sub>0</sub>	1	2,52 ±0,06	1,53	45	36
VII		2015	6	1,7 t <sub>0</sub>	1	1,75 ±0,07	1,57	54	15
VIII				1,7 t <sub>0</sub>	2	1,74 ±0,06	1,56	51	14
IX	Statisch	PEEK	6	t <sub>0</sub>	1	1,98 ±0,04	1,54	48	38
X				1,7 t <sub>0</sub>	1	1,94 ±0,03	1,55	49	39
XI		2015		1,7 t <sub>0</sub>	1	1,82 ±0,01	1,55	50	-
XII				2,2 t <sub>0</sub>	1	1,78 ±0,02	1,56	51	-

\* berechnete Kennwerte

■ Vergleichswerte aus Kapitel 5.3

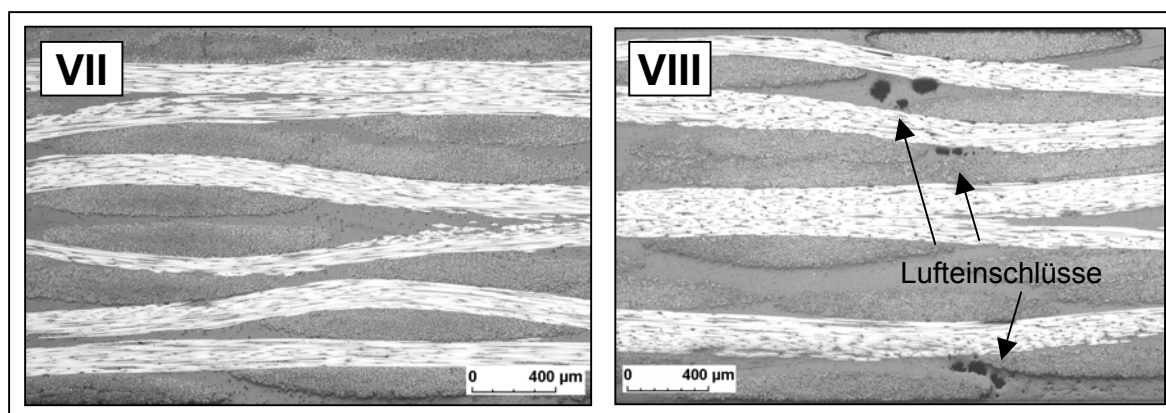


Bild 6.7: Schliffbilder 3K CF IVHP-Laminat mit PEEK/PEI/PSU, Einfluss des Verhältnisses Druck-/Transportzeit (VII: 90/10, VIII: 50/50)

Die Entstehung der Luftporenschlüsse muss also auf das Fehlen des Drucks in der Konsolidierungsphase zurückgeführt werden. In dieser Prozessphase bewirken die elastischen Rückstellkräfte der Textilstruktur ein leichtes Öffnen des Laminats in Dickenrichtung und führen somit zur Porenbildung innerhalb der Matrixbereiche. Ähnliche Einschlüsse, jedoch in wesentlich geringerem Ausmaß (ca. 60 – 70 % weniger Fehlstellen), zeigte auch das mit reinem PEEK gefertigte IVHP-Laminat V.

Die Schliffbilder der Versuche I, III und VI mit erhöhter Prozessgeschwindigkeit und variierender Lagenanzahl sind in Bild 6.8 dargestellt. Trotz der verkürzten Haltezeiten auf Werte kleiner  $t_0$  sind keine Imprägnierfehlstellen oder Lufteinschlüsse in den Laminaten erkennbar. In Übereinstimmung mit den gemessenen Porositätswerten im Bereich von 0,1 - 0,3 % konnten alle Systeme vollständig imprägniert werden, obwohl das gewählte Verhältnis von Druck-/Transportzeit lediglich 75 % / 25 % betrug.

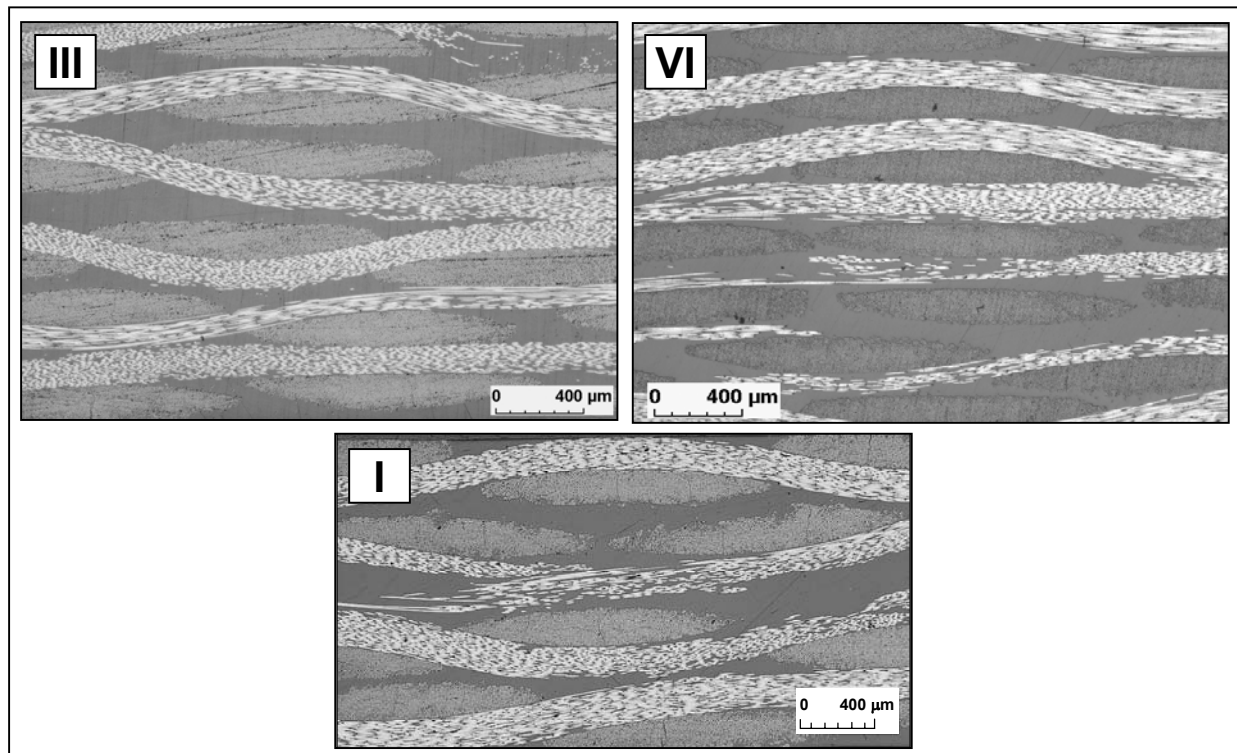


Bild 6.8: Schliffbilder 3K CF IVHP-Laminats mit PEEK, Einfluss der Lagenanzahl und erhöhte Prozessgeschwindigkeit

Insgesamt ist das Ergebnisfeld der IVHP-Versuche aus Tabelle 6.7 mit den statischen Pressergebnissen vergleichbar. Lediglich die FVG der IVHP-Versuche Nr. I, II und VI liegen mit Werten um 45 – 46 % etwas zu niedrig, da offensichtlich weniger Matrix seitlich aus dem Werkzeug verdrängt wurde. Es ist festzuhalten, dass für die Laminatherstellung in einem semi-kontinuierlichen Pressprozess mit erhöhten Prozessgeschwindigkeiten (Haltezeiten kleiner  $t_0$ ) die Toleranzen der Pulver-Prepregmaterialien enger zu definieren sind.

Trotz der schnelleren Abkühlung (20 – 50 °C/min) im IVHP-Prozess liegen die gemessenen Kristallinitätsgrade der PEEK-Laminats bis auf einen Wert oberhalb 30 %. Dies deckt sich mit den Angaben aus der Fachliteratur [88, 89], die bei Abkühlgeschwindigkeiten im Bereich von 4 – 60 °C/min für PEEK Matrizes ein konstant hohes

Kristallinitätsniveau > 30 % vorhersagen. Teilweise werden Kennwerte im Bereich 35 – 40 % erreicht die mit den statischen Ergebnissen übereinstimmen.

Abschließend sind in Tabelle 6.8 die Ergebnisse der mechanischen 3-Punkt-Biegeprüfungen angegeben. Die graphische Darstellung der normierten Festigkeitswerte der Aufbauten mit 6-Lagen bei unterschiedlichen Haltezeiten in Bild 6.9 verdeutlicht, dass die IVHP-Laminat tendenziell ein ca. 10% geringeres Festigkeitsniveau im direkten Vergleich zu den statischen Pressergebnissen aufweisen. Diese Abweichungen können insbesondere auf die Unterschiede in den Druckverhältnissen zurückgeführt werden, da keine optischen Defekte in der Mikrostruktur der Faserbündel detektiert wurden (vgl. Bild 5.6, 6.7 und 6.8) und, wie bereits diskutiert, die Kristallinitätskennwerte miteinander korrelieren.

Tabelle 6.8: Mechanische Kennwerte der IVHP-Versuche mit HTT-Verbunden und Vergleichswerte für die Verarbeitung im statischen Pressprozess

Nr.	Press-system	Matrix	Lagen-anzahl	Halte-zeit	$\sigma_B$ [MPa]	Normiert $\varphi_F = 50\%$ [MPa] *	$E_B$ [GPa]	Normiert $\varphi_F = 50\%$ [GPa] *		
I	IVHP	PEEK	4	0,7 $t_0$	1083 ±85	1177	60 ±1,8	65		
II				1,3 $t_0$	1119 ±62	1216	59 ±1,8	64		
III			6	0,8 $t_0$	1015 ±20	1015	52 ±1,4	52		
IV				1,7 $t_0$	1054 ±50	1054	54 ±3,3	54		
V				1,7 $t_0$	1010 ±35	1052	51 ±3,3	53		
VI			2015	6	8	0,9 $t_0$	1008 ±19	1120	56 ±1,5	62
VII					1,7 $t_0$	1064 ±22	985	57 ±0,5	53	
VIII					1,7 $t_0$	998 ±50	978	54 ±1,4	53	
IX	$t_0$	960 ±85			1004	49 ±2,1	51			
X	Statisch	PEEK	6	1,7 $t_0$	1117 ±50	1142	55 ±1,9	56		
XI				1,7 $t_0$	1096 ±25	1101	49 ±2,3	49		
XII				2015	2,2 $t_0$	1118 ±15	1092	51 ±1,6	50	

\* berechnete Kennwerte  Vergleichswerte aus Kapitel 5.3

Die IVHP-Laminat mit einer Haltezeit von 1,7  $t_0$  wurden im Vergleich zu den statischen Platten nur mit 20 bar Prozessdruck beaufschlagt und zeigen deshalb ein geringeres mechanisches Kennwertniveau. Speziell die Laminat mit Blend-Matrizes scheinen in diesem Zusammenhang sensibler auf den Druckeinfluss zu reagieren. Es ist möglich, dass hier die intermolekularen Diffusionsvorgänge (Autohäson) zwischen den einzelnen Laminatschichten aufgrund der Transportphasen im IVHP-Prozess eine nicht ausreichende Druckunterstützung erfahren und somit nicht vollständig abgeschlossen werden. Die Unterschiede für die mit reinem PEEK gefertig-

ten Laminat sind verhältnismäßig geringer und relativieren sich bei Betrachtung der gemessenen Standardabweichungen.

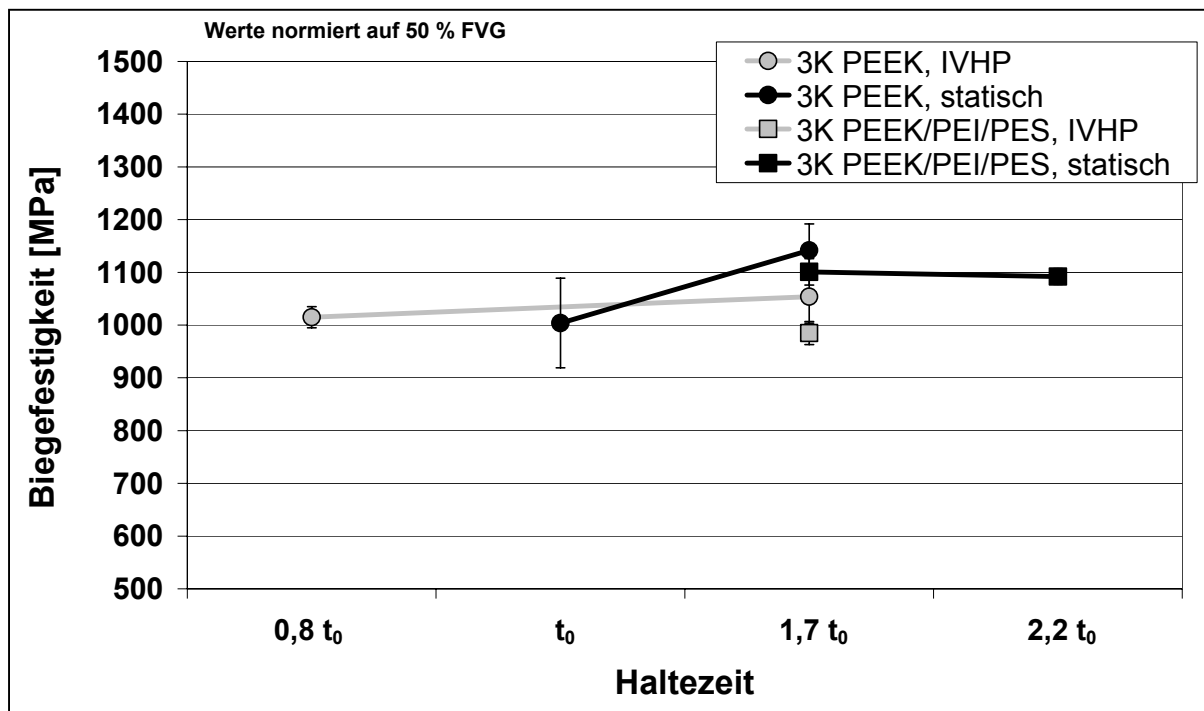


Bild 6.9: Normierte Biegefestigkeitswerte der CF-Laminat mit PEEK (Nr. III, IV, IX, X) und Blend 2015 (Nr. VII, XI, XII), Einfluss der Haltezeit und des Herstellprozesses

Der unterstützende Einfluss des Prozessdrucks wird weiterhin an dem mit  $0,8 t_0$  und 25 bar hergestellten IVHP-Laminat mit PEEK Matrix deutlich. Der hier erreichte Festigkeitswert von 1015 MPa liegt trotz kürzerer Haltezeit auf gleicher Höhe mit dem statischen Kennwert bei  $t_0$ , 25 bar (1004 MPa) und dem IVHP-Kennwert bei  $1,7 t_0$ , 20 bar (1054 MPa). Obwohl der Pressdruck aufgrund des Step-Betriebes insgesamt kürzer anliegt, hat die zyklische Druckaufbringung offensichtlich auch Vorteile in Bezug auf den Imprägnierungsfortschritt. Die zyklischen „Pump- und Walkeffekte“ beschleunigen den Tränkungsfortschritt und reduzieren somit die benötigten Halte- bzw. Imprägnierzeiten. Diese Feststellung bekräftigen die Resultate an Laminaten mit variierender Lagenanzahl. Die durchgehend hohen Laminatqualitäten sind bis auf geringe Differenzen von  $0,1 - 0,2 t_0$  von der Haltezeit unabhängig (vgl. Tabelle 6.8 Nr. I, III, VI).

### 6.2.3 Fazit für die Verarbeitung von HT-Thermoplasten mit der IVHP

Die vorliegenden Ergebnisse für Lamine mit HT-Thermoplast Matrizes belegen im Einklang mit den Resultaten der GF/PA66 Vorversuche deutlich die Eignung des semi-kontinuierlichen Fertigungsverfahrens „Intervallheißpresstechnik“ im Zuge der FKV-Plattenhalbzeugherstellung. Das im Vergleich zu den statischen Ergebnissen ca. 10 % geringere mechanische Kennwertniveau für die HTT-Gewebelamine ist in Anbetracht der noch nicht ausreichend optimierten Prozessfenster und/oder Verfahrensrandbedingungen (z.B. seitliche Werkzeugabdichtungssysteme) bereits auf einem sehr hohen Niveau. Auch ein Abgleich mit den bekannten Literaturangaben [90, 91, 92] belegt diese Aussage, denn dort werden für solche Materialkombinationen Biegefestigkeitswerte im Bereich von 835 – 1035 MPa aufgeführt. Zukünftige Entwicklungsansätze für die IVHP-Technologie, auch in Bezug auf die Verarbeitungsfenster, können eindeutig anhand der durchgeführten Versuchsreihen mit verkürzten Haltezeiten und variierender Lagenanzahl identifiziert werden.

Berücksichtigt man weiterhin die in Kapitel 6.1.1 aufgeführten Erläuterungen zum Aufbau der beiden Pressensysteme, so kann die IVHP-Technologie als sehr einfaches und somit kostengünstiges Verfahren eingestuft werden. Deshalb ist sie im Gegensatz zur voll kontinuierlichen DBP-Technologie speziell bei mittleren Produktionsmengen mit hoher Variantenvielfalt gut geeignet.

Für das gesamte Werkstoffspektrum der endlosverstärkten, thermoplastischen FKV-Plattenhalbzeuge und deren Weiterverarbeitung ist die IVHP-Technologie im derzeitigen Spannungsumfeld einer gerade beginnenden bzw. andauernden Materialeinführung/-etablierung in verschiedenen neuen Märkten und Anwendungsbereichen ein Verfahren, das für den Endanwender neue Potenziale bereitstellt. Die Frage nach dem Break-Even-Point, ab dem diese semi-kontinuierliche Technologie durch ein rein kontinuierliches Verfahren wie die Doppelbandpresse ersetzt werden kann, stellt sich beim derzeitigen Marktanteil der „Organobleche“ noch nicht. Weiterführende Ansätze zur mengenbezogenen Prozessauswahl werden im abschließenden Kapitel 8 der Arbeit behandelt.

## 7 Prozessmodellierung und thermodynamische Modellbildung

Nachdem in den vorausgegangenen Kapiteln sowohl die statischen als auch die semi-kontinuierlichen Verarbeitungsfenster für die betrachteten HTT-Verbunde ermittelt wurden, befasst sich das folgende Kapitel mit Modellierungsansätzen zur Vorhersage solcher Prozessfenster. Mit diesen Modellen können im Anschluss für verschiedene Pressprozesse und Materialkombinationen anlagenspezifische Datensätze (z.B. Dimensionen einer Anlage) generiert werden. Ziel ist es, über einen solchen theoretischen Ansatz dem Endanwender ein Werkzeug bereitzustellen, das die Auswahl und die Dimensionierung eines Pressprozesses in Abhängigkeit von der Werkstoffkombination und der geforderten Materialausbringung ermöglicht.

Aufbauend auf den empirischen Erkenntnissen wird hierzu im Rahmen der Prozessmodellierung anhand eines Bilanzierungsfaktors (B-Faktor) untersucht, inwieweit die Verarbeitungsfenster eines statischen Pressprozesses mit den betrachteten semi-kontinuierlichen bzw. kontinuierlichen Prozessabläufen korrelieren und gegeneinander substituierbar sind. Als Ausgangs- und Verifikationsdatenbasis dienen die gemessenen Temperaturprofile und Laminatkennwerte der Pressversuche aus den Kapiteln 5 und 6. Sie werden ebenfalls für die Entwicklung eines thermodynamischen Modells zur Vorhersage prozessspezifischer Temperaturprofile genutzt.

### 7.1 Grundlagen der Prozessmodellierung

Das grundlegende Ziel der Prozessmodellierung bei der Halbzeugherstellung ist es, einen Zusammenhang zwischen den in Bild 1.4 allgemein dargestellten Verarbeitungsprozessphasen (Imprägnierung, Konsolidierung und Solidifikation) und den Prozessregelgrößen Temperatur ( $T$ ), Zeit ( $t$ ) und Druck ( $p$ ) zu entwickeln.

Wie bereits in Kapitel 3.1.2 angeführt, basiert die Beschreibung des Tränkungs- bzw. Imprägnierungszusammenhangs eines Prozessmodells zumeist auf dem Fließgesetz nach D'Arcy, dessen Randbedingungen nach Tabelle 3.2 bei der Verarbeitung von thermoplastischen Matrices jedoch größtenteils nicht erfüllt werden. Deshalb ist es äußerst schwierig, alle auftretenden Effekte und Wechselwirkungen vollständig bei der Modellbildung zu berücksichtigen. Man bedient sich halbempirischer Ansätze, die auf Basis von experimentellen Grundlagedaten und funktionalen Abhängigkeiten eine Vorhersage des Imprägnierungs- und Konsolidierungsverhaltens ermöglichen. Ein in

diesem Zusammenhang von Mayer [64] vorgeschlagener Ansatz simuliert das Verarbeitungsverhalten eines textil verstärkten thermoplastischen FKV-Verbundes während der Halbzeugherstellung durch Anwendung eines Voigt-Kelvin Modells. Die dem Modell zugrundeliegende abstrahierte, zweidimensionale Betrachtungsweise des transversalen Imprägnierungsvorgangs zeigt Bild 7.1.

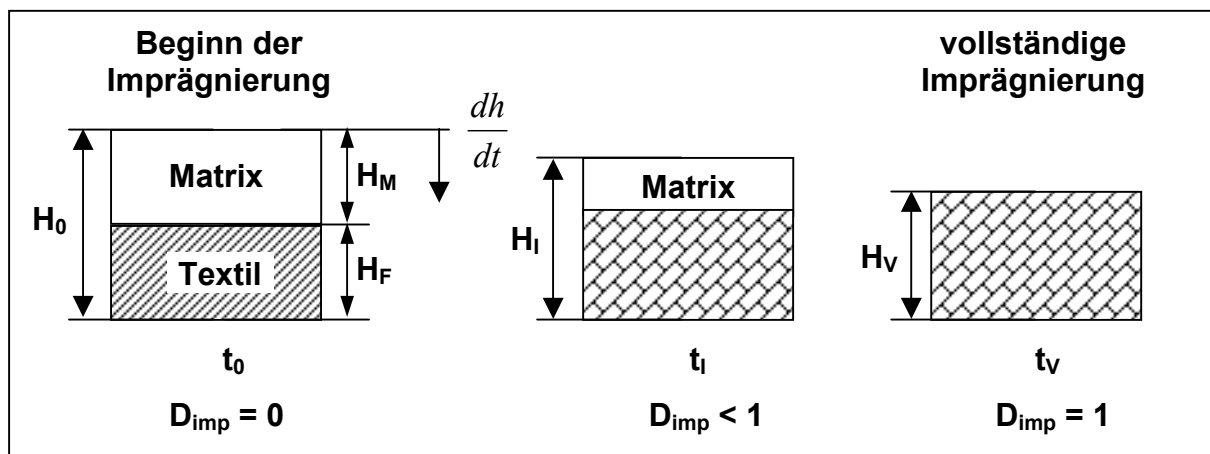


Bild 7.1: 2-D-Modell zur Beschreibung des transversalen Imprägnierungsvorgangs thermoplastischer FKV-Verbunde [64]

Zu Beginn der Imprägnierung liegen idealisiert die zwei voneinander getrennten Bereiche Matrix und Textil (poröser Verstärkungsbereich) mit den definierten Ausgangshöhen  $H_M$  und  $H_F$  vor. Die Gesamtdicke des Systems wird mit  $H_0$  bezeichnet. Während des Imprägnierungsvorgangs dringt die Matrix in den Textilbereich ein, verdrängt hierbei die im Textil vorhandene Luft, bis im Idealfall der Endzustand des vollständig imprägnierten Halbzeuges erreicht wird (Endhöhe  $H_v$ ,  $D_{imp} = 1$ ). Nicht vollständig imprägnierte Systeme bzw. Zustände zwischen Anfangs- und Endstadium besitzen die Materialdicke  $H_1$ . Über die in Gleichung 11 – 13 gegebenen Zusammenhänge kann der in Bild 7.1 dargestellte Imprägnierungsfortschritt und das Konsolidierungsverhalten einer einzelnen Materialpaarung in Abhängigkeit von den gewählten Prozessparametern berechnet werden.

Imprägnierungs- und  
Konsolidierungsfortschritt: 
$$\Delta H = H_1 - H_v = H_\infty \cdot \exp(-k \cdot B) \quad (11)$$

$H_\infty$ : beliebiger reeller Anfangswert  
 $k$ : dimensionslose Konstante



Hierbei ist  $H_\infty$  ein beliebiger Anfangswert und  $k$  eine dimensionslose Konstante. Beide hängen von der zu verarbeitenden Werkstoffpaarung ab und bilden somit einen Teil der materialspezifischen Gegebenheiten in Bezug auf das Imprägnierungs- und Konsolidierungsverhalten ab. Durch die vorgenommene Bilanzierung der Prozessregelgrößen in einer dimensionslosen Kenngröße, dem sogenannten B-Wert, wird der verfahrensbedingte Einfluss während der Verarbeitung anlagenunabhängig beschrieben. Die prinzipielle Vorgehensweise zur Ermittlung dieses Faktors ist in Bild 7.2 graphisch dargestellt.

B-Wert: 
$$B = b \cdot p = \int_{t_m(T_m)}^{t_E(T_E)} \frac{p}{\eta_0(T(t))} dt \quad (12)$$

b-Integral: 
$$b = \int_{t_m(T_m)}^{t_E(T_E)} \frac{1}{\eta_0(T(t))} dt \quad (13)$$

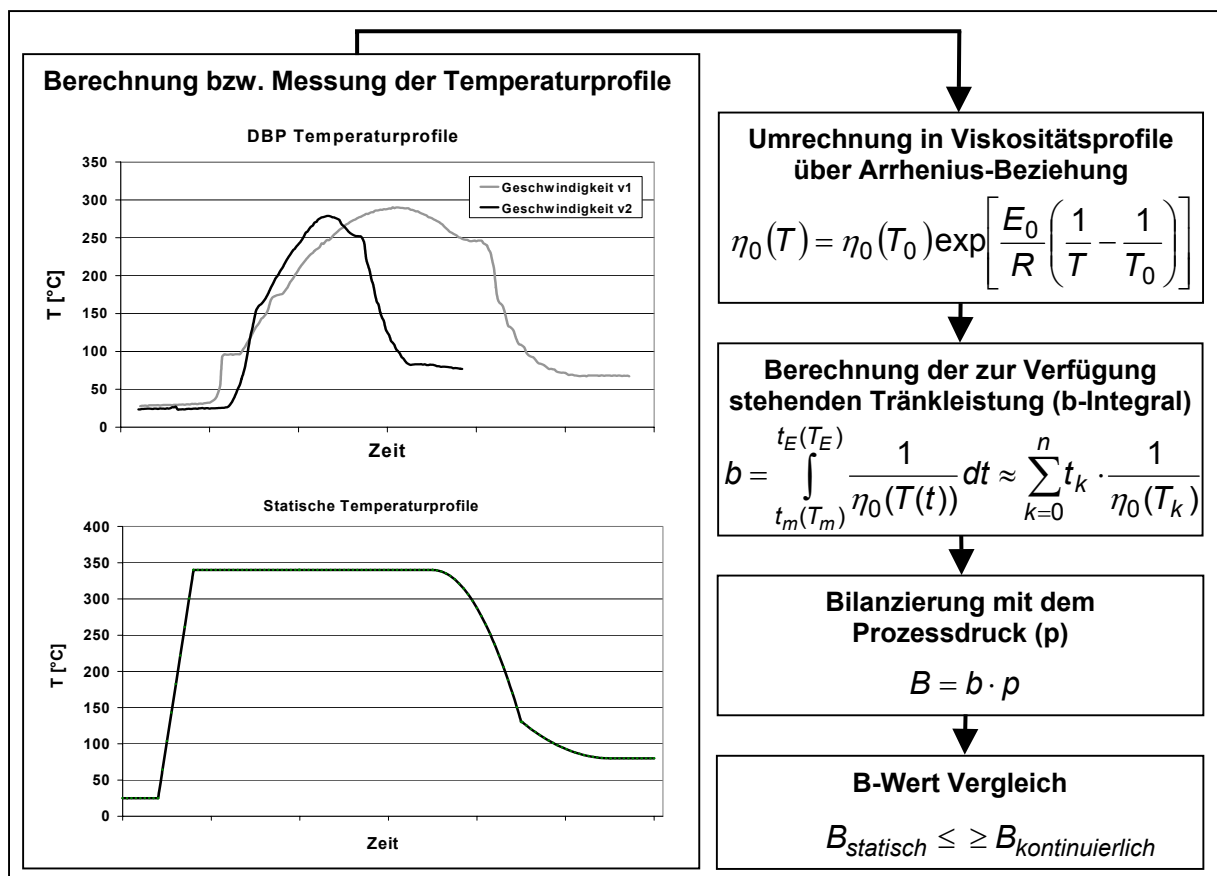


Bild 7.2: Ermittlung des B-Wertes

Ausgangspunkt zur Ermittlung des B-Wertes ist die Kenntnis des zugrundeliegenden Temperaturprofils und des Arbeitsdrucks eines Pressprozesses. Mit der in Gleichung 3 angeführten Arrhenius-Beziehung kann für den Zeitraum, in dem die Matrix fließfähig ist, auf Basis des vorliegenden Temperaturprofils das zugehörige reziproke Viskositätsprofil errechnet werden. Im Anschluss wird die Fläche unter dem reziproken Viskositätsverlauf, das sogenannte b-Integral bestimmt (vgl. Gleichung 13). Als Integrationsgrenzen wählt man die Zeitpunkte  $t_m$  und  $t_E$  für das Erreichen der charakteristischen Temperaturen  $T_m$  und  $T_E$ . Wie bekannt, bezeichnet  $T_m$  die Schmelztemperatur der thermoplastischen Matrix und somit den Beginn des Fließens (Kristallitschmelztemperatur  $T_m$  bei teilkristallinen bzw.  $T_m = T_g + 100$  K bei amorphen Matrices).  $T_E$  ist die "Now-Flow"- oder Einfriertemperatur, bei der die Fließbewegung der Matrix zum Stillstand kommt (Kristallisationstemperatur  $T_c$  bei teilkristallinen bzw.  $T_E = T_g + 100$  K bei amorphen Matrices). Für den Prozessdruck wird von einem zeitlich konstanten Wert ausgegangen, so dass sich der eigentliche B-Wert aus einer einfachen Multiplikation mit dem b-Integral ergibt.

In der Praxis kann der B-Wert als eine Art Tränkungsleistung der Matrix aufgefasst werden, deren Größe durch das matrixinhärente Viskositätsverhalten, das prozessspezifische Temperaturprofil und den Prozessdruck determiniert wird. Da der B-Wert sowohl den gesamten Imprägnierungsfortschritt als auch das Konsolidierungsverhalten berücksichtigt, besteht eine eindeutige Abhängigkeit von den Laminateneigenschaften bzw. den Imprägnier-/Konsolidierzuständen. Beispielhaft hierfür sind in Bild 7.3 die qualitativen Verläufe der Plattendicke, der Laminatfestigkeit und -steifigkeit über dem logarithmisch aufgetragenen B-Wert dargestellt. Anhand charakteristischer Imprägnierzustände und der auftretenden Fließ- und Degradationseffekte nach dem Erreichen von  $D_{imp} = 1$  kann eine Aufteilung der Verläufe in fünf verschiedene Phasen vorgenommen werden (vgl. symbolische Darstellung in Bild 7.3). Diese Phasenaufteilung verdeutlicht weiterhin, dass die Gegenüberstellung der materialspezifischen B-Werte für verschiedene Verarbeitungsfenster einen Vergleich und somit eine Bewertung von Prozesseinstellungen und/oder der Pressprozesse selbst ermöglicht. Idealerweise sollte also anhand eines bekannten B-Wertes einer Materialkombination in Prozess A ein mögliches Verarbeitungsfenster für Prozess B vorhersagbar sein.

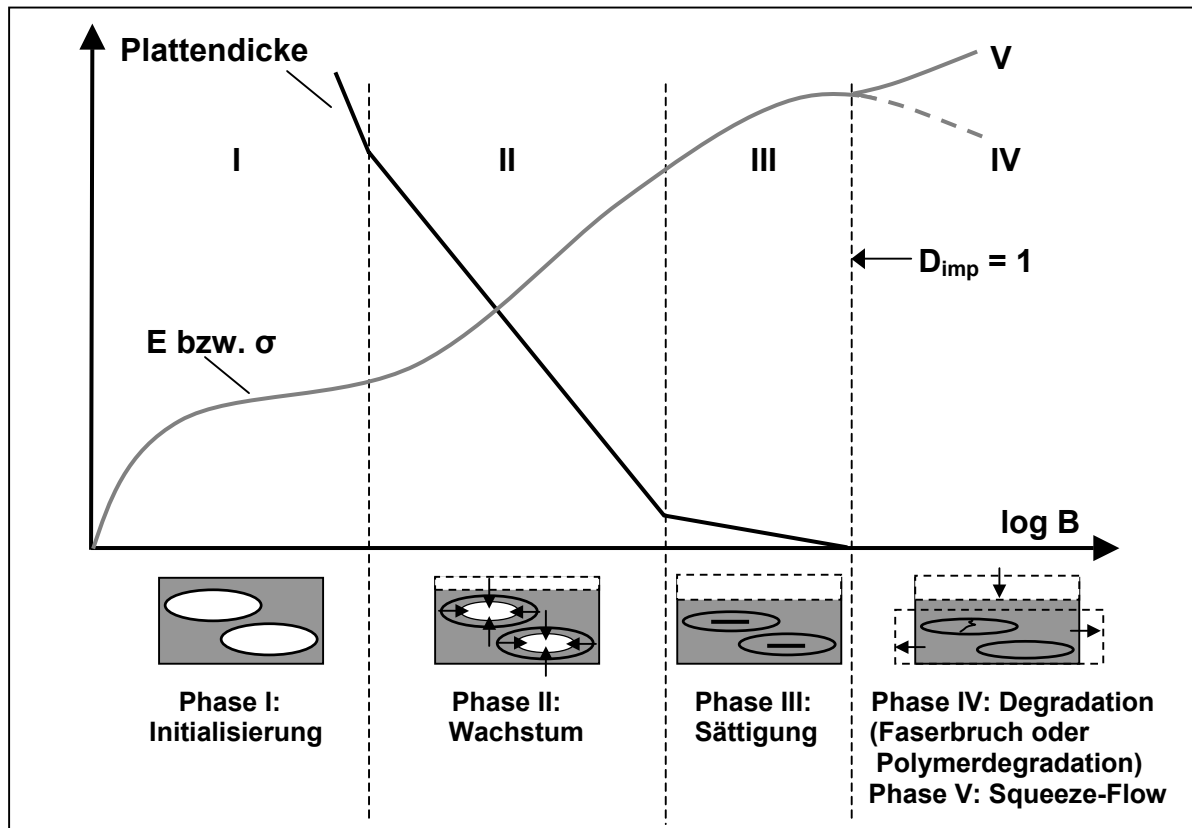


Bild 7.3: Korrelation des Imprägnierungs- und Konsolidierungsfortschritts bzw. der Laminatkennwerte mit dem B-Wert

## 7.2 Thermodynamische Modellbildung

Wie aus Kapitel 7.1 hervorgeht, bildet das Temperaturprofil, dem das Laminat im Pressprozess unterliegt, die Basis des Berechnungsansatzes zur Ermittlung des B-Wertes. Ziel des thermodynamischen Modellierungsansatzes ist es deshalb, das prozess- und materialspezifische Temperaturprofil im Laminat aus der Anlagen- und Materialcharakteristik zu berechnen. Aufbauend hierauf kann dann im Vorfeld einer Anwendung die am besten geeignete Presstechnologie ausgewählt werden.

Entscheidend für die thermodynamischen Berechnungsansätze des Modells sind zunächst die zugrundeliegenden Wärmeübergänge an den Grenzflächen Maschine/Trennschicht und Trennschicht/Laminat oder lediglich an der Grenzfläche Maschine /Laminat (vgl. Bild 1.6 und 7.4). Diese können hinsichtlich ihrer Effizienz im Vorfeld nicht immer abgeschätzt werden, da sie beispielsweise von der Oberflächentopologie des zu verarbeitenden Materials abhängig sind. Aus diesem Grund wird auf eine empirische Vorgehensweise zur Ermittlung der relevanten Kenngrößen zurück-

gegriffen. Aus real gemessenen Temperaturprofilen lassen sich die Wärmeübertragungskennwerte für die Kombination Material/Presse bestimmen, die dann als Berechnungsgrundlage für neu zu definierende Prozessfenster oder Anlagengegebenheiten dienen.

Der in der vorliegenden Arbeit gewählte Modellaufbau zur Berechnung der Wärmeübertragung in Dickenrichtung des Laminats wurde so gewählt, dass er prinzipiell auf alle in Bild 1.6 dargestellten Wärmeübertragungsmechanismen anwendbar ist. Das Gesamtmodell besteht aus dem in Bild 7.4 dargestellten Dreischichtaufbau mit einem äußeren anlagenseitigen Wärmeübergang, der hier konvektiv gewählt wurde. Obwohl es sich bei der IVHP-Technologie um eine Art zyklische Wärmeleitung handelt, wurde diese modellhaft durch einen konvektiven Wärmeübergang substituiert, um die Vergleichbarkeit zur kontinuierlichen DBP-Technologie zu ermöglichen.

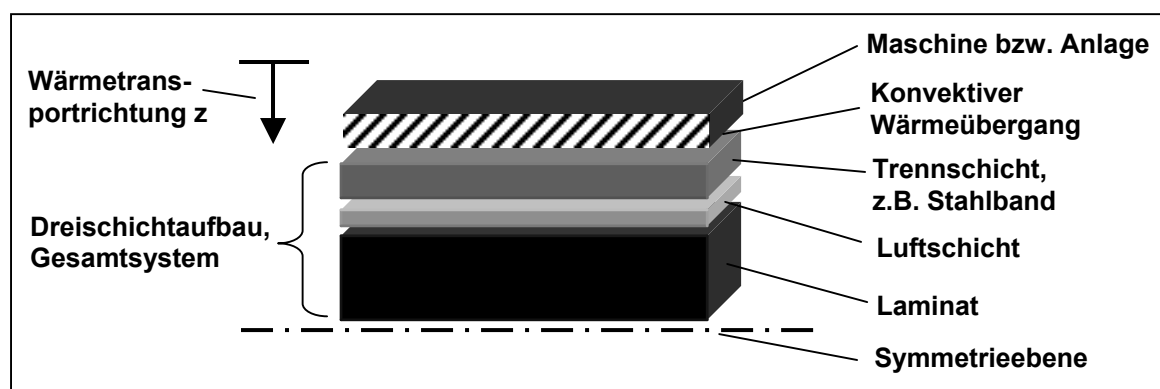


Bild 7.4: Schichtmodell zur Berechnung der instationären Wärmeübertragung in Dickenrichtung  $z$

Für die Berechnung wird der Dreischichtaufbau (Trennschicht-Luftschicht-Laminat) als Körper mit unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeits- und Wärmekapazitätswerten interpretiert. Ausgehend von einer vorgegebenen Maschinen- bzw. Anlagentemperatureinstellung erfolgt der äußere Wärmeübergang zunächst an eine „Trennschicht“ beliebiger Dicke, die entweder ein mitzuführendes Stahlband und/oder eine Trennhilfe (z.B. Trennfolie) symbolisiert. Der eigentliche Wärmeübertragungsmechanismus des Anlagensystems und somit die Effizienz des Wärmeeintrags kann durch die Wahl des Wärmeübergangskoeffizienten  $\alpha$  abgebildet werden. Die Wärmeübertragung zwischen der Trennschicht und dem Laminat simuliert eine Luftschicht mit einem konstanten Wärmewiderstand bzw. einem Wärmedurchgangskoeffizienten  $k$  (vgl. hierzu auch Gleichung 25).

Der Temperaturverlauf in dem Dreischichtaufbau und somit im Laminat infolge ein-dimensionaler, instationärer Wärmeleitung in Dickenrichtung  $z$  wird unter folgenden Annahmen berechnet:

- Die Temperaturverteilung über der Laminatbreite ist konstant.
- Der Wärmefluss in Prozessrichtung ist vernachlässigbar.
- Der zusätzliche Wärmeeintrag oder - Verbrauch infolge der Kristallisationswärme und der Schmelzwärme ist vernachlässigbar [93].
- Der Aufbau des Systems ist symmetrisch.

Als Berechnungsgrundlage verwendet man den ersten Hauptsatz der Thermodynamik (Energiebilanz) und das Fourier'sche Grundgesetz der Wärmeleitung (kinetischer Ansatz). Hieraus erhält man unter der Annahme temperaturunabhängiger Stoffwerte folgende Ansatzgleichung [94]:

$$\text{Eindimensionale Wärmeleitungs-DGL:} \quad \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda_{\perp}}{\rho \cdot c_p} \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \quad (14)$$

$$\text{Temperaturleitfähigkeit } a: \quad a = \frac{\lambda_{\perp}}{\rho \cdot c_p} \quad (15)$$

Da die Wärmeleitung in Dickenrichtung betrachtet wird, muss, bedingt durch die Anisotropie der FKV mit der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda_{\perp}$ , senkrecht zur Laminatrichtung gerechnet werden. In Anbetracht des komplexen Dreischichtaufbaus des Modells scheidet eine geschlossene, analytische Lösung für die in Gleichung 14 gegebene partielle Differentialgleichung (DGL) aus. Stattdessen wird ein numerischer Ansatz mittels eines Differenzenverfahrens (z.B. Binder-Schmidt [95]) benutzt. Hierzu müssen die Ableitungen  $\partial T / \partial t$ ,  $\partial T / \partial z$  und  $\partial^2 T / \partial z^2$ , die in der Wärmeleitungsgleichung und in den Randbedingungen auftreten, durch Differenzenquotienten ersetzt werden. Infolge der Diskretisierung geht die Differentialgleichung in eine Differenzgleichung über, deren Lösung diejenige der DGL an diskreten Raum- und Zeitstellen approximiert. Dabei wird der Dreischichtaufbau gedanklich in  $n$  einzelne Abschnitte  $\Delta z$  unterteilt (vgl. Bild 7.5). Die Temperaturen werden direkt an den Grenzflächen dieser Abschnitte berechnet. Die örtliche Laufvariable erhält den Index  $i$  ( $z_i = z_0 + i \Delta z$ ), die zeitliche Variable wird mit dem Index  $k$  ( $t_k = t_0 + k \Delta t$ ) belegt. In den Gleichungen 16 und 17 sind die Differenzenquotienten der in Gleichung 14 enthaltenen Ableitungen

dargestellt. Mit ihnen kann die partielle Wärmeleitungs-DGL als einfache Differenzgleichung geschrieben werden (vgl. Gleichung 18 und 19).

Erster Differenzenquotient: 
$$\left(\frac{\partial T}{\partial t}\right)_i^k = \frac{T_i^{k+1} - T_i^k}{\Delta t} \quad (16)$$

Zweiter Differenzenquotient: 
$$\left(\frac{\partial^2 T}{\partial z^2}\right)_i^k = \frac{T_{i-1}^k - 2 \cdot T_i^k + T_{i+1}^k}{\Delta x^2} \quad (17)$$

Differenzgleichung: 
$$T_i^{k+1} = M \cdot T_{i-1}^k + (1 - 2 \cdot M) \cdot T_i^k + M \cdot T_{i+1}^k \quad (18)$$

Fourier-Zahl des Differenzenverfahrens: 
$$M = \frac{a \cdot \Delta t}{\Delta x^2} \quad (19)$$

Bild 7.5 verdeutlicht die vorgenommene Gittereinteilung in z-Richtung. Es ist ersichtlich, dass aus Symmetriegründen zunächst Gleichung 20 gilt. Um die anlagenseitige Wärmeübergangsbedingung zu berücksichtigen, wurde eine Randschichttemperatur  $T_{n+1}^k$  außerhalb des Dreischichtaufbaus eingeführt, die als reine Rechengröße dient (Gleichung 21). Die Oberflächentemperatur des Systems  $T_{OB}^k$  wird durch einen parabolischen Verlauf (Gleichung 23) und somit nicht nur über das arithmetische Mittel der Temperaturen  $T_n^k$  und  $T_{n+1}^k$  angenähert. Diese Vorgehensweise minimiert den Diskretisierungsfehler in z-Richtung.

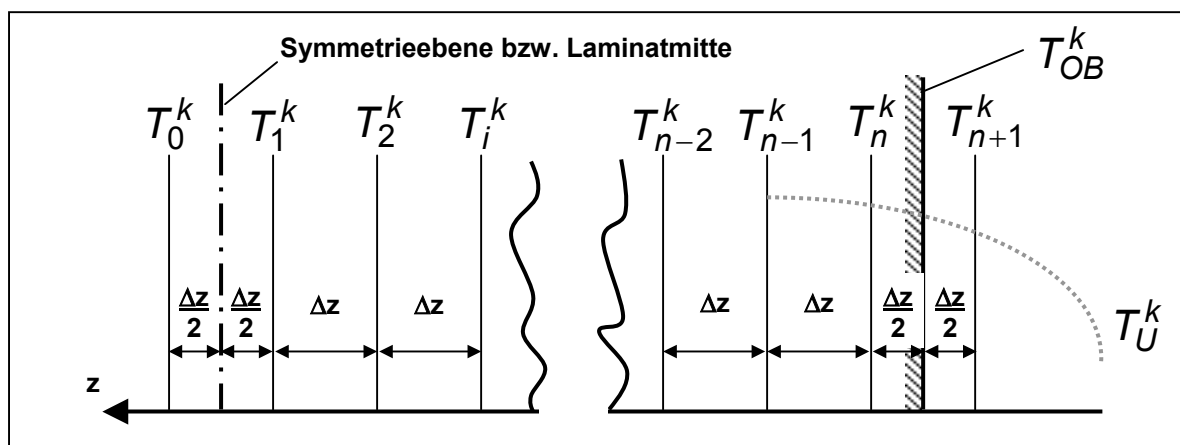


Bild 7.5: Gittereinteilung des Dreischichtaufbaus aus Bild 7.4

Symmetriebedingung:  $T_0^k = T_1^k$  (20)

Äußere Rand-  
schichttemperatur  $T_{n+1}^k$ :  $T_{n+1}^k = \frac{8 - 6 \cdot B_i^*}{8 + 3 \cdot B_i^*} \cdot T_n^k + \frac{B_i^*}{8 + 3 \cdot B_i^*} \cdot T_{n-1}^k + \frac{8 \cdot B_i^*}{8 + 3 \cdot B_i^*} \cdot T_U^k$  (21)

Biot-Zahl des Differenzenverfahrens:  $B_i^* = \frac{\alpha \cdot \Delta z}{\lambda_{\perp}}$  (22)

Oberflächentemperatur  $T_{OB}^k$ :  $T_{OB}^k = \frac{1}{8} \cdot (3 \cdot T_{n+1}^k + 6 \cdot T_n^k - T_{n-1}^k)$  (23)

Für eine sprunghafte Änderung der Umgebungstemperatur  $T_U$  zum Zeitpunkt  $t_0 = 0$  auf einen Wert  $T_U^k$  kann nun mittels der Gleichungen 18 bis 23 das sich im Schichtaufbau einstellende Temperaturprofil schrittweise berechnet werden. Damit die Berechnung numerisch stabil abläuft und keine Summation der Anfangs- und Rundungsfehler auftritt, muss bei der Festlegung der Orts- und Zeitunterteilung (Gitterabstände) das in Gleichung 24 angegebene Stabilitätskriterium erfüllt werden.

Stabilitätsbedingung:  $M \leq \frac{2 + B_i^*}{2 + 3 \cdot B_i^*}$  (24)

Die Netzgenerierung für die zu betrachtenden Material- und Anlagenkonfigurationen sowie die Implementierung des Berechnungsalgorithmus wurden im Visual Basic Programmcode der Microsoft-Anwendung Excel umgesetzt. Hierdurch konnten sehr kleine Zeitschritte ( $\Delta t = 0,0001$  s) bei einer Ortsdiskretisierung von  $\Delta z = 0,1$  mm realisiert werden. Mit dieser Einteilung ist sichergestellt, dass das Stabilitätskriterium aus Gleichung 25 für jede Einzelschicht des Aufbaus aus Bild 7.4 erfüllt wird.

Die Dicke der Luftschicht sowie deren thermische Kennwerte (vgl. Tabelle 7.1) werden für alle Berechnungen konstant gehalten. Nach Gleichung 25 erhält man für 200 °C warme Luft und eine Luftschichtdicke von 0,1 mm einen Wärmedurchgangskoeffizienten von  $k_L = 385$  W/m<sup>2</sup>K. Der hierbei angenommene Wert für  $k_L$  stützt sich auf bekannte Angaben aus der Literatur [52, 96].

Wärmedurchgangskoeffizienten  $k_L$ :  $k_L = \frac{\lambda_L}{z_L}$  (25)

### 7.3 Thermische Stoffgrößen der Versuchsmaterialien

Zur Berechnung der eindimensionalen Wärmeleitungs-DGL nach Gleichung 14, bezogen auf den Dreischichtaufbau, müssen die Materialdichten und die thermischen Stoffgrößen der Einzelschichten bekannt sein (siehe Tabelle 7.1).

Tabelle 7.1: Thermische Stoffgrößen und Materialdichten

Nr.	Material	$\varphi_V$ [%]	$\rho_V$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$\lambda_{\perp}$ [W/mK]	$c_P$ [J/kgK]
I	Stahl	-	7850	50	477
II	Luft (bei 200 °C)	-	0,933	0,04	1002
III	CF/PEEK	50	1550	0,64	siehe Bild 7.6
IV	CF/PPS	50	1540	0,30	
V	GF/PA 66	48	1807	0,44	
VI	GF/PP	35	1545	0,32	

Die Verbundkombinationen (Laminare) hingegen weisen speziell für die spezifische Wärmekapazität ein stark temperaturabhängiges Verhalten auf, das primär durch die thermoplastische Matrixkomponente bestimmt wird. In Bild 7.6 ist der temperaturabhängige Verlauf der Wärmekapazität für verschiedene Werkstoffkombinationen dargestellt. Die Kennwerte wurden mit Hilfe der DSC-Methode (vgl. Kapitel 4.2.3) unter Stickstoffatmosphäre gemessen. Alternativ kann der Verlauf über die in Gleichung 26 und 27 gegebenen Zusammenhänge aus den Kennwerten der einzelnen Verbundpartner und dem Fasergewichts- bzw. Faservolumenanteil bestimmt werden.

Spezifische Wärmekapazität:  $c_{PV}$ : 
$$c_{PV} = \Psi \cdot c_F + (1 - \Psi) \cdot c_M \quad (26)$$

Fasermasseanteil  $\Psi$ : 
$$\Psi = \frac{m_F}{m_V} = \frac{\rho_F \cdot \varphi}{\rho_F \cdot \varphi + \rho_M \cdot (1 - \varphi)} \quad (27)$$

Um der Annahme konstanter Stoffkennwerte aus Kapitel 7.2, die zur Lösung von Gleichung 14 getroffen wurde, zu genügen und dennoch die Temperaturabhängigkeit der Wärmekapazität zu berücksichtigen, wurden die in Bild 7.6 gezeigten Verläufe in sechs charakteristische Bereiche unterteilt (vgl. die beispielhaft für CF/PEEK eingefügten Markierungslinien). Für diese Bereiche wurde dann die Wärmekapazität durch den Mittelwert über der Temperaturspanne angenähert. Betrachtet man die in der Literatur angegebene Lösung für temperaturabhängige Stoffkennwerte [97] für den Fall konstanter Werkstoffdichte und Wärmeleitfähigkeit, so belegt diese die gewählte Vorgehensweise. Die Bereichsunterteilung hat jedoch zusätzlich den Vorteil stark verkürzter Rechenzeiten.



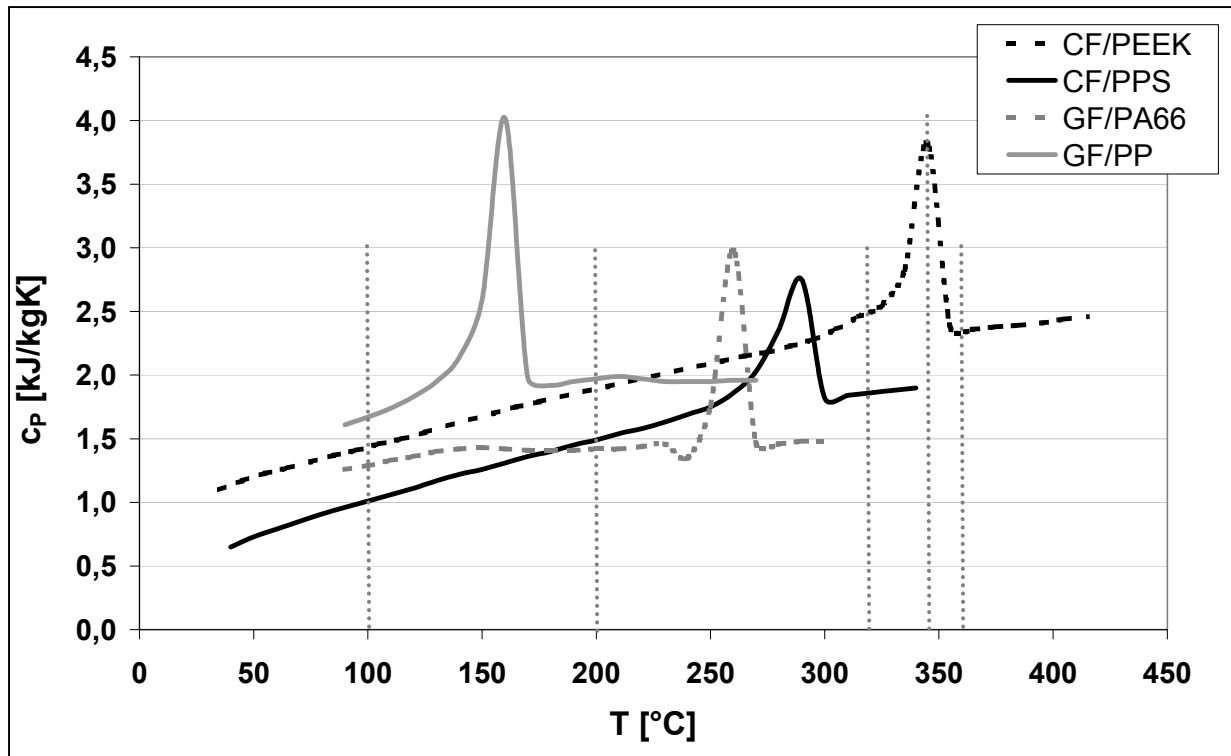


Bild 7.6: Spezifische Wärmekapazitäten der Verbundkombinationen aus Tabelle 7.1 in Abhängigkeit von der Temperatur (DSC Messergebnisse) und beispielhafte Aufteilung für CF/PEEK in 6 Bereiche.

Die in Tabelle 7.1 angegebenen Wärmeleitfähigkeiten der Verbunde senkrecht zur Faserrichtung wurden mit der Halpin-Tsai Approximation der Gleichungen 28-30 berechnet [98, 99].

$$\text{Leitfähigkeit quer zur Faserrichtung } \lambda_{\perp}: \lambda_{\perp} = \lambda_M \cdot \left( \frac{1 + \xi \cdot \kappa \cdot \varphi}{1 - \kappa \cdot \varphi} \right) \quad (28)$$

$$\text{Dabei gilt: } \kappa = \frac{(\lambda_F / \lambda_M) - 1}{(\lambda_F / \lambda_M) + \xi} \quad (29)$$

$$\text{und: } \xi = \log^{-1} \cdot \sqrt{3} \cdot \log \frac{x}{y} \quad (30)$$

mit:   
 x Faserquerschnitt in Wärmeleitrichtung   
 y Faserquerschnitt quer zur Wärmeleitrichtung

Das Verhältnis x/y kann für kreisrunde Faserquerschnitte zu 1 gesetzt werden, womit sich für  $\xi$  ebenfalls ein Wert von 1 ergibt.

#### 7.4 Thermodynamische Modellierung der semi-kontinuierlichen IVHP

Zur Verifizierung des thermodynamischen Modells in Bezug auf die IVHP wurden real gemessene Temperaturprofile der GF/PA66-Vorversuche (vgl. Kapitel 6.1.2) und der CF/PEEK-Versuche (vgl. Kapitel 6.2) herangezogen. In Anlehnung an die Versuche wurde auch bei der Modellierung von einer Trennblechdicke von 0,2 mm ausgegangen. Die spezifischen Grundzusammenhänge, wie z.B. die Auswirkung der thermischen Interaktionen der Heiz- und Kühlsektionen auf das sich im Presswerkzeug ausbildende Temperaturprofil oder der systembedingte Wärmeübergangskoeffizient  $\alpha$ , wurden für eine ausgewählte Parametereinstellung adaptiert. Mit dieser Vorgehensweise ergab sich aus einem für CF/PEEK gemessenen Temperaturprofil ein Wärmeübergangskoeffizient von  $\alpha_{IVHP} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$  für den IVHP-Prozess. Alle weiterhin berechneten Temperaturprofile basieren dann unabhängig von der Materialpaarung auf diesem prozessspezifischen Wärmeübertragungskennwert.

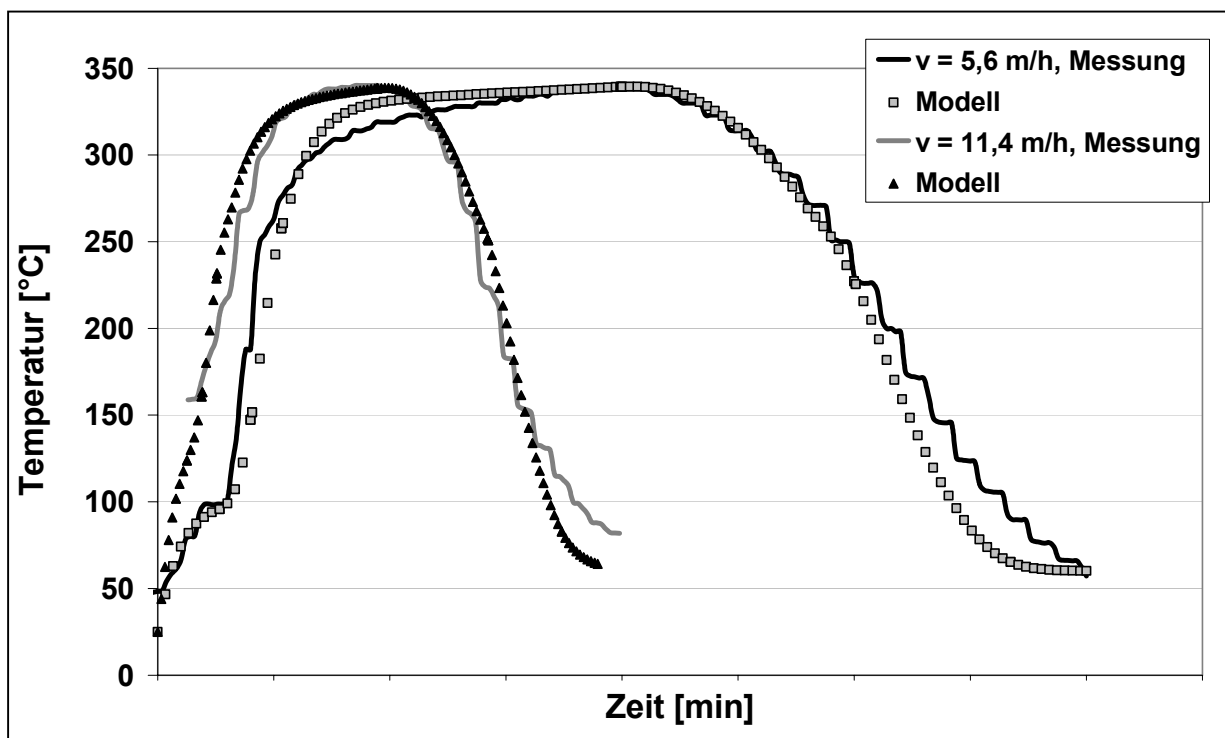


Bild 7.7: Vergleich der IVHP-Temperaturprofile für GF/PA 66-Verbunde

Die graphische Gegenüberstellung der gemessenen sowie der berechneten Temperaturprofile der Materialpaarung in Bild 7.7 und Bild 7.8 für verschiedene Geschwindigkeiten lässt bereits eine gute Übereinstimmung zwischen den modellierten und den gemessenen Datensätzen erkennen. Tendenziell liegen die berechneten Profile

in der Abkühlphase unterhalb der real gemessenen Temperaturverläufe. In den Heizphasen kommt es zu einem Unter- und Überschwingen. Maßgeblich für die qualitative Bewertung der Simulationsergebnisse ist jedoch die Auswirkung der Abweichungen auf den sich anhand der berechneten Verläufe ergebenden B-Wert, da dieser zur Beurteilung des Imprägnierungsfortschrittes dient. Tabelle 7.2 zeigt die entsprechenden Wertepaarungen der b-Integrale, die den anteiligen Beitrag der Temperaturprofile bei der B-Wert-Bestimmung liefern. Zusätzlich sind die Schmelzeverweilzeiten angegeben, die ebenfalls als repräsentativer Vergleichsmaßstab herangezogen werden können.

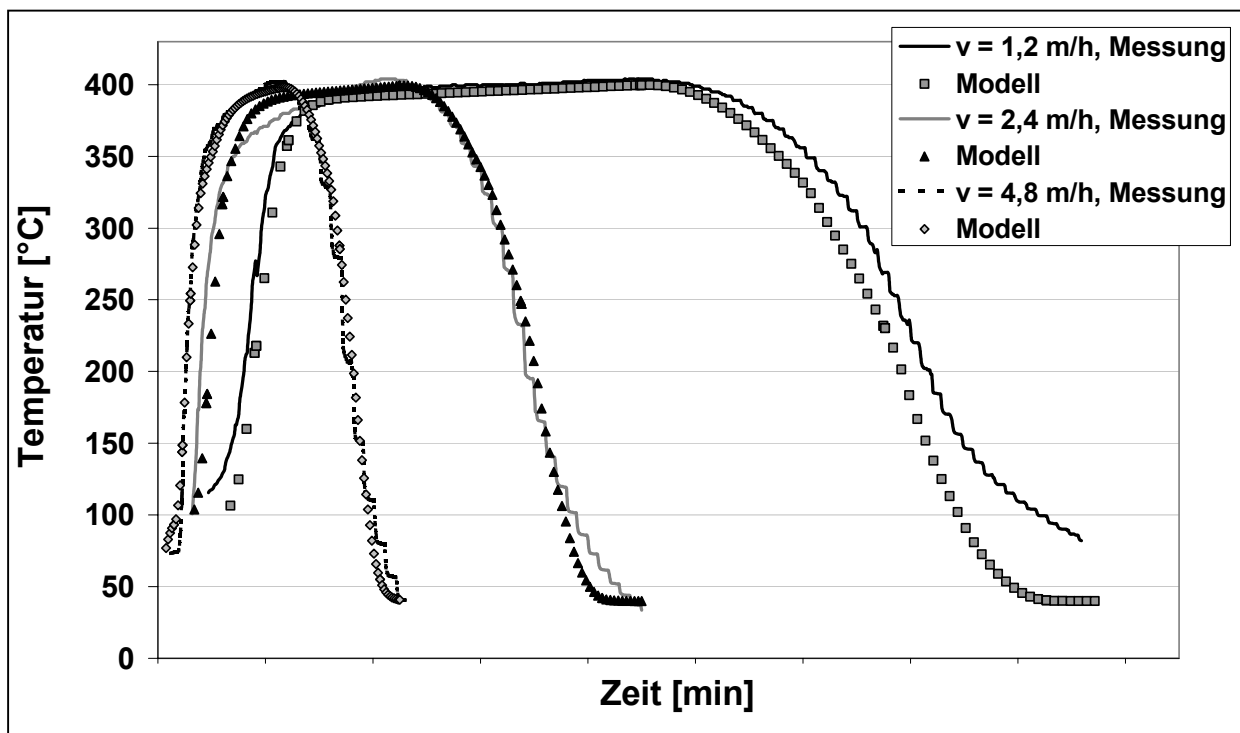


Bild 7.8: Vergleich der IVHP-Temperaturprofile für CF/PEEK-Verbunde

Tabelle 7.2: Vergleich der Wertepaarung für die IVHP

Nr.	Material	v [m/h]	b-Integral [1/Pa]		Delta [%]	Verweilzeit [min]		Delta [%]
			Real	Modell		Real	Modell	
III	GF/PA66	5,6	5,72	5,98	5	4,4	4,1	-6
IV	Tabelle 6.3 / 6.4	11,4	2,48	2,68	8	1,8	1,9	6
IV	CF/PEEK Tabelle 6.6	1,2	4,70	4,29	-9	17,2	18,5	-7
*		2,4	2,00	2,08	+4	8,5	8,6	-1
*		4,8	0,94	0,95	-1	4,0	4,0	0

\* Versuche/Parameterpaarungen die nicht in Kapitel 5 und 6 aufgeführt sind

Sowohl für die b-Integrale als auch für die Verweilzeiten kann bei beiden Werkstoffkombinationen eine Abweichung der simulierten Ergebnisse im Grenzbereich von  $\pm 10\%$  festgestellt werden. Diese Aussagen belegen die Eignung des gewählten Modellansatzes und des Systemaufbaus zur Vorhersagbarkeit von laminatspezifischen Temperaturprofilen bei der Verarbeitung im IVHP-Prozess.

### 7.5 Modellverifizierung für den kontinuierlichen DBP-Prozess

Die in dem vorliegenden Unterkapitel beschriebene Anwendung des thermodynamischen Ansatzes auf die Zusammenhänge bei der Laminatherstellung im kontinuierlichen DBP-Prozess soll die Praktikabilität des Modells weiterführend aufzeigen. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass der DBP-Prozess eines der thermodynamisch komplexesten Anlagensysteme repräsentiert und somit eine noch sensitivere Modellbewertung zulässt. Die Dicke des Trennblechs bzw. des Stahlbands betrug 1,1 mm. Analog zur Berechnung der semi-kontinuierlichen Temperaturprofile wurden im kontinuierlichen Fall anhand einer ausgewählten Prozesseinstellung die anlagenspezifischen Grunddaten (Wärmeübergangskoeffizient und Interaktion der Zonen) bestimmt. Der dabei ermittelte Wärmeübergangskoeffizient von  $\alpha_{\text{DPB}} = 350 \text{ W/m}^2\text{K}$  deckt sich mit den in der Literatur genannten Kennwerten [100, 101].

Tabelle 7.3: Vergleich der Wertepaarungen für den DBP-Prozess

Nr.	Material	v [m/h]	b-Integral [1/Pa]		Delta [%]	Verweilzeit [min]		Delta [%]
			Real	Modell		Real	Modell	
V	GF/PA66 Tabelle 6.3 / 6.4	24	1,93	2,31	20	1,73	1,80	4
*		48	0,70	0,77	10	0,75	0,80	7
*		72	0,31	0,32	3	0,42	0,46	10

Die Berechnungsergebnisse in Tabelle 7.3 und die in Bild 7.9 erkennbaren Abweichungen in den Kurvenverläufen zwischen real gemessenen und simulierten Kennwerten betragen maximal 20 %. Damit liegen sie 10 % höher als im Vergleich zu den Ergebnissen für die semi-kontinuierlichen IVHP. In Anbetracht des erhöhten Komplexitätsgrades der kontinuierlichen Anlagentechnik kann die genannte maximale Abweichung nach wie vor als hinreichend genau eingestuft werden.

Als Hauptaussage der hier präsentierten Ergebnisse ist jedoch die aufgezeigte Übertragbarkeit des Modellansatzes auf einen kontinuierlichen Prozess zu bewerten. Die

Unterschiede in den ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten zwischen  $\alpha_{IVHP}$  und  $\alpha_{DPB}$  sowie die realistische Größenordnung der Werte untermauern diese Feststellung.

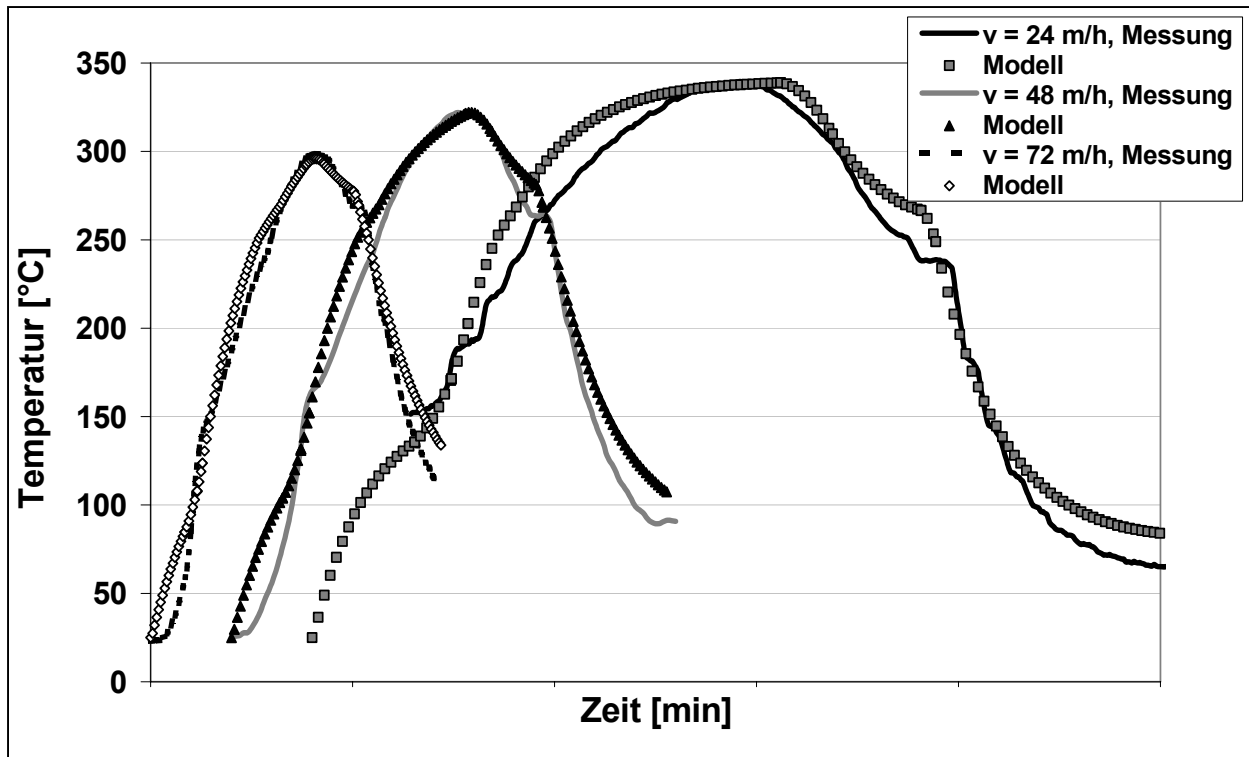


Bild 7.9: Vergleich der DBP-Temperaturprofile für GF/PA 66-Verbunde

## 8 Synthese und Prozessauswahl

### 8.1 Grundschemata des Temperaturprofils

Eine praktikable Vorgehensweise zur übergreifenden Beschreibung von anlagen- und prozessspezifischen Temperaturprofilen muss auf einer Abstraktion der Verläufe zu einem allgemein gültigen Grundschemata basieren. Betrachtet man die in den Bildern 7.7 bis 7.9 gezeigten Temperaturprofile, lässt sich jedes Profil in die drei grundlegenden Abschnitte Aufheizphase, Haltephase und Kühlphase unterteilen (vgl. Bild 8.1). Wie in Bild 8.1 idealisiert dargestellt, wird die Anlageneinstellung durch drei vorgegebene Temperaturstufen abgebildet. Auftretende Wärmeflüsse zwischen diesen Abschnitten werden vernachlässigt, so dass ein eindeutiges Stufenprofil vorliegt. Diese Vorgehensweise ist auch auf andere Pressverfahren wie z.B. eine statische Presse (vgl. Tabelle 1.3) übertragbar.

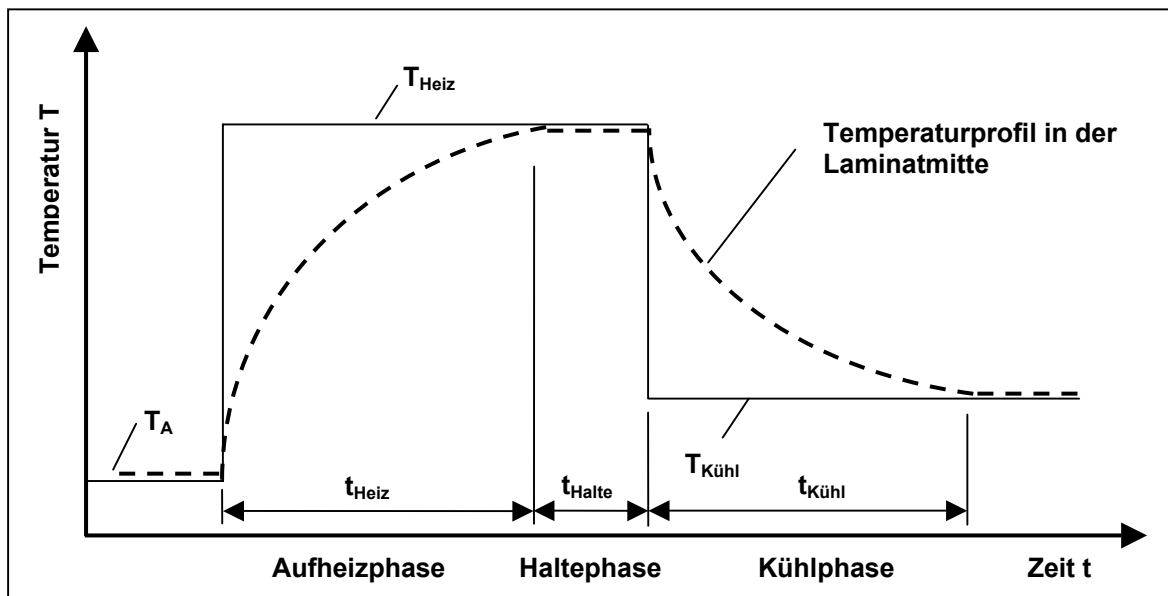


Bild 8.1: Quantitativer Temperaturverlauf im Laminat für das idealisierte Stufenprofil

Die anlagen- und prozessunabhängige Berechnung des resultierenden Temperaturprofils in der Laminatmitte anhand des vorgegebenen Stufenprofils kann für beliebige Materialdaten, äußere Wärmeübergangskoeffizienten und Trennschichteigenschaften mit dem thermodynamischen Modellansatz erfolgen. Für gleichbleibende Randbedingungen wie konstante Trennschichteigenschaften und Temperaturstufen, können dann Verarbeitungs- und/oder Prozessdiagramme in Abhängigkeit von der Materialdicke und dem äußeren Wärmeübergangskoeffizienten errechnet werden.

## 8.2 Verarbeitungs-/Prozessdiagramme am Beispiel CF/PEEK

Bei vorgegebener Anlagenbreite ergibt sich der Materialausstoß eines Pressprozesses aus der Zykluszeit oder der Geschwindigkeit und der Werkzeug- bzw. Anlagenlänge. Die Festlegung der Länge und somit des geforderten Materialausstoßes entspricht also gleichfalls einer Abschätzung der maximal möglichen Zykluszeit bzw. Prozessgeschwindigkeit. Sind die Größen der drei in Bild 8.1 angegebenen Zeitabschnitte  $t_{\text{Heiz}}$ ,  $t_{\text{Halte}}$  und  $t_{\text{Kühl}}$  bekannt, können die Zykluszeit oder die Geschwindigkeit direkt errechnet werden. Diese Zeitabschnitte wiederum hängen von der Werkstoffkombination, welche implizit die Temperaturstufen  $T_{\text{Heiz}}$  und  $T_{\text{Kühl}}$  vorgibt, der herzustellenden Materialdicke, der Trennschicht und dem äußeren Wärmeübergangskoeffizienten ab. Zur Einstufung der sich aus dem vereinfachten Temperaturprofil ergebenden Materialqualität, muss abschließend der aus dem Profil resultierende B-Wert bestimmt und mit einem bekannten Referenzwert der Materialpaarung ins Verhältnis gesetzt werden.

Die Berechnungen in Kapitel 7 haben gezeigt, dass der äußere Wärmeübergangskoeffizient systemspezifisch ist ( $\alpha_{\text{DPB}} = 350 \text{ W/m}^2\text{K}$ ,  $\alpha_{\text{IVHP}} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$ ). Ist dieser Kennwert bekannt oder kann er aus einem vorhandenen Temperaturprofil abgeleitet werden, dann sind - wie beispielsweise für die Materialpaarung CF/PEEK in den Bildern 8.2 und 8.3 dargestellt - unmittelbar die entsprechenden Zeitabschnitte für die Aufheiz- und Abkühlphase aus den Verarbeitungs-/Prozessdiagramm ablesbar. Die hier gezeigten Diagramme beziehen sich auf eine konkrete Materialpaarung (CF/PEEK), das hierfür optimale Stufenprofil ( $T_{\text{A}} = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $T_{\text{Heiz}} = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $T_{\text{Kühl}} = 100 \text{ }^\circ\text{C}$ ) in Kombination mit einer festgelegten Trennschicht (Stahlblech, 0,2 mm). Variable Größen in den Diagrammen sind die Materialdicke, der äußere Wärmeübergangskoeffizient eines Prozesses und die gewünschte Prozessgeschwindigkeit. Für eine vorgegebene Kombination dieser drei Variablen können die benötigten Zonenlängen und die Zeitabschnitte ( $t_{\text{Heiz}}$  und  $t_{\text{Kühl}}$ ) unmittelbar abgelesen werden. Zur Aufheizung eines 2 mm dicken CF/PEEK-Laminats wird nach der Pfeildarstellung in Bild 8.2 bei einem äußeren Wärmeübergangskoeffizienten von  $200 \text{ W/m}^2\text{K}$  - dies entspricht der IVHP - eine Zeit von  $t_{\text{Heiz}} = 160 \text{ s}$  benötigt. Bei einer gewünschten Prozessgeschwindigkeit von  $30 \text{ m/h}$  ist hierzu eine Heizzonenlänge von  $x_{\text{Heiz}} = 1,35 \text{ m}$  erforderlich.

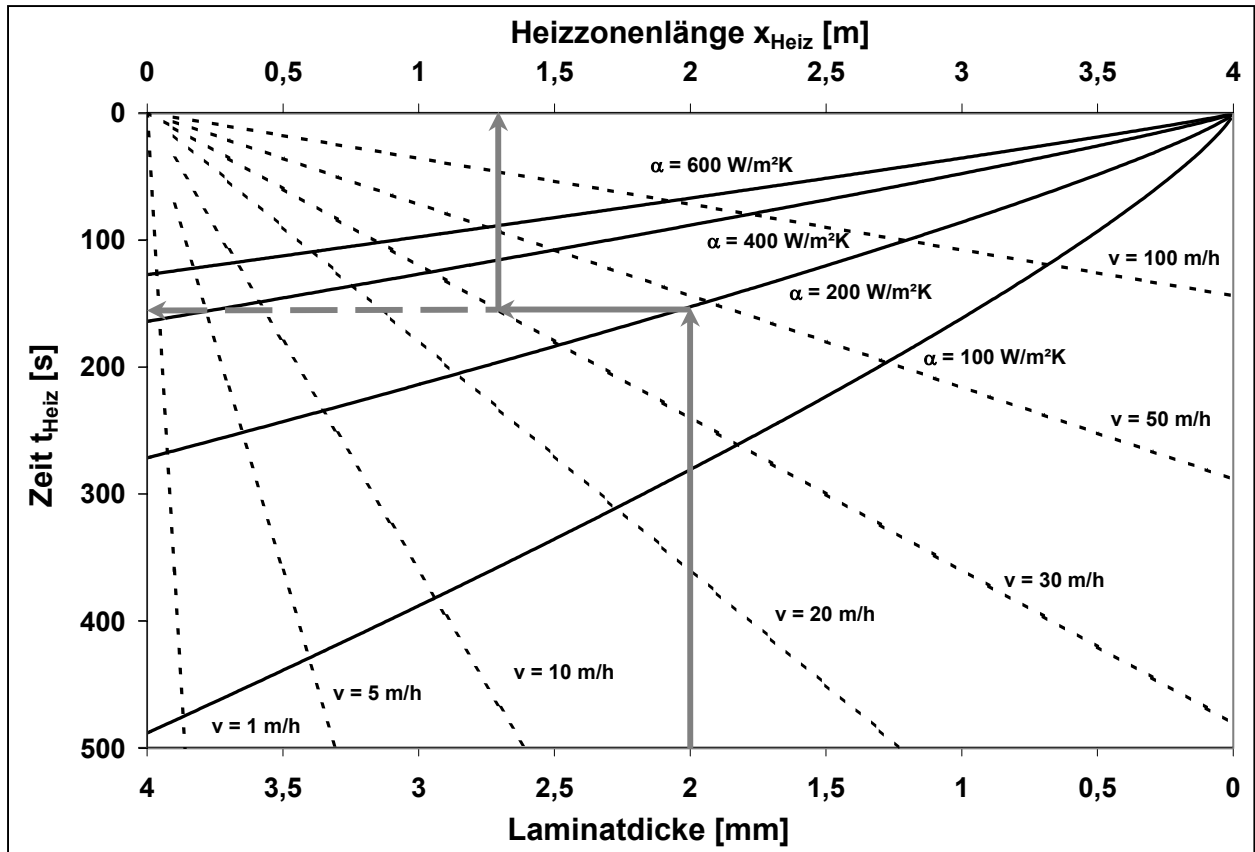


Bild 8.2: Aufheizdiagramm CF/PEEK,  $T_A = 25$  °C,  $T_{\text{Heiz}} = 400$  °C, 0,2 mm Stahlblech

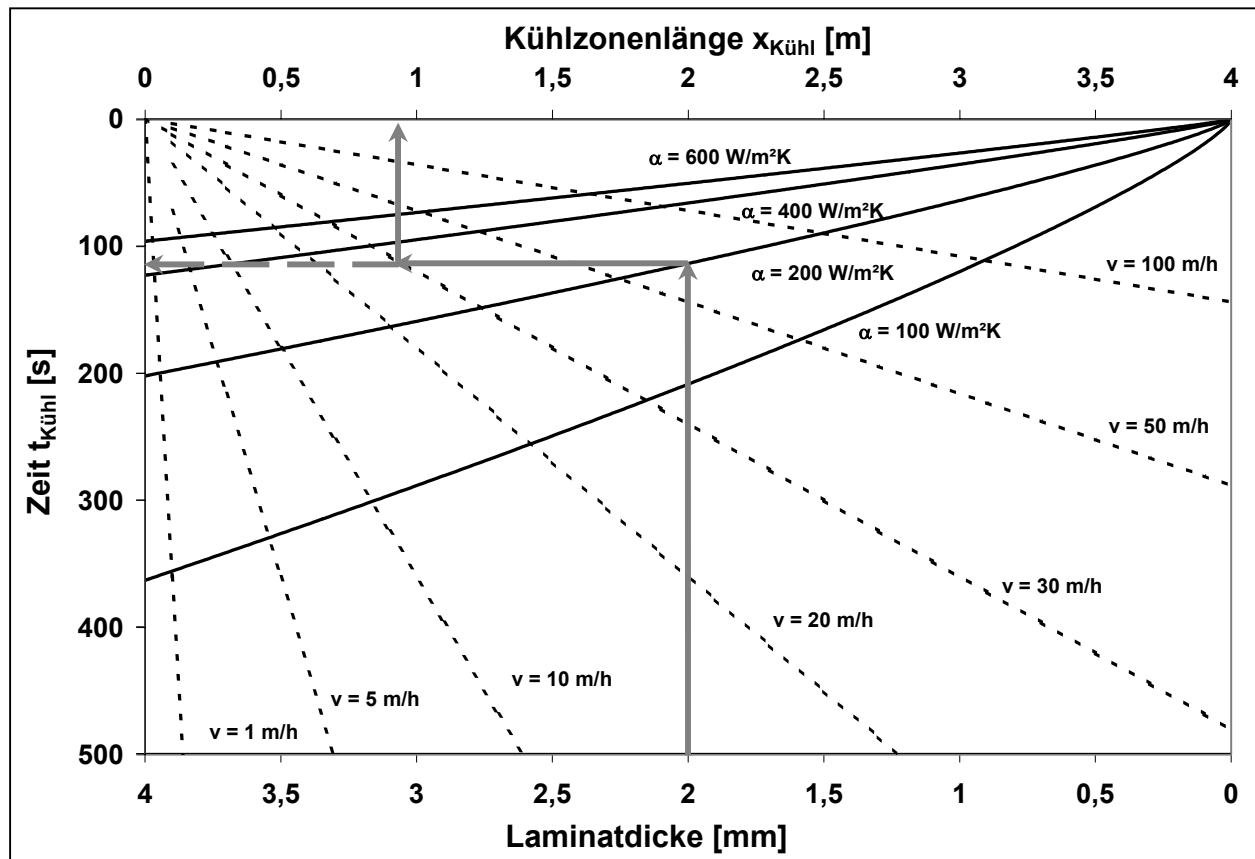


Bild 8.3: Kühlendiagramm CF/PEEK,  $T_{\text{Heiz}} = 400$  °C,  $T_{\text{Kühl}} = 100$  °C, 0,2 mm Stahlblech



Für das gleiche Szenario ergibt sich aus der Pfeildarstellung in Bild 8.3 eine Kühlzeit von  $t_{\text{Kühl}} = 115$  s und eine Kühlzonenlänge von  $x_{\text{Kühl}} = 0,90$  m. Der Zeitabschnitt  $t_{\text{Halte}}$  für die Haltezeit bei maximaler Temperatur und die zugehörige Zusatzlänge der Heizzone  $x_{\text{Halte}}$  muss, wie in den vorangegangenen Kapiteln beschrieben, durch Vorversuche bestimmt werden oder ergibt sich rückwirkend aus einem vorgegebenen B-Wert. Anhand der Angaben in Tabelle 7.2 kann für ein 2 mm dickes CF/PEEK-Laminat eine Haltezeit von  $t_{\text{Halte}} = 8$  min angesetzt werden. Hieraus errechnet sich eine zusätzliche Heizzonenlänge von  $x_{\text{Halte}} = 4$  m ( $v = 30$  m/h). Aus der Summe der einzelnen Teillängen  $x_{\text{Heiz}}$ ,  $x_{\text{Halte}}$  und  $x_{\text{Kühl}}$  ergibt sich eine Gesamtanlagenlänge von 6,25 m bei der gewünschten Geschwindigkeit von 30 m/h.

Die abschließende Bestimmung des B-Werts bzw. des b-Integrals muss ebenfalls abschnittsweise durchgeführt werden. Da jedoch die anteiligen b-Werte der Aufheiz- und Abkühlphase unabhängig vom gewählten Wärmeübergangskoeffizienten sind und lediglich einer linearen Zeitabhängigkeit unterliegen (vgl. Bild 8.4), vereinfacht sich die Vorgehensweise. Mit den Zeitabschnitten  $t_{\text{Heiz}} = 160$  s und  $t_{\text{Kühl}} = 115$  s aus den Bildern 8.2 und 8.3 können die Teilintegrale aus Bild 8.4 abgelesen werden.

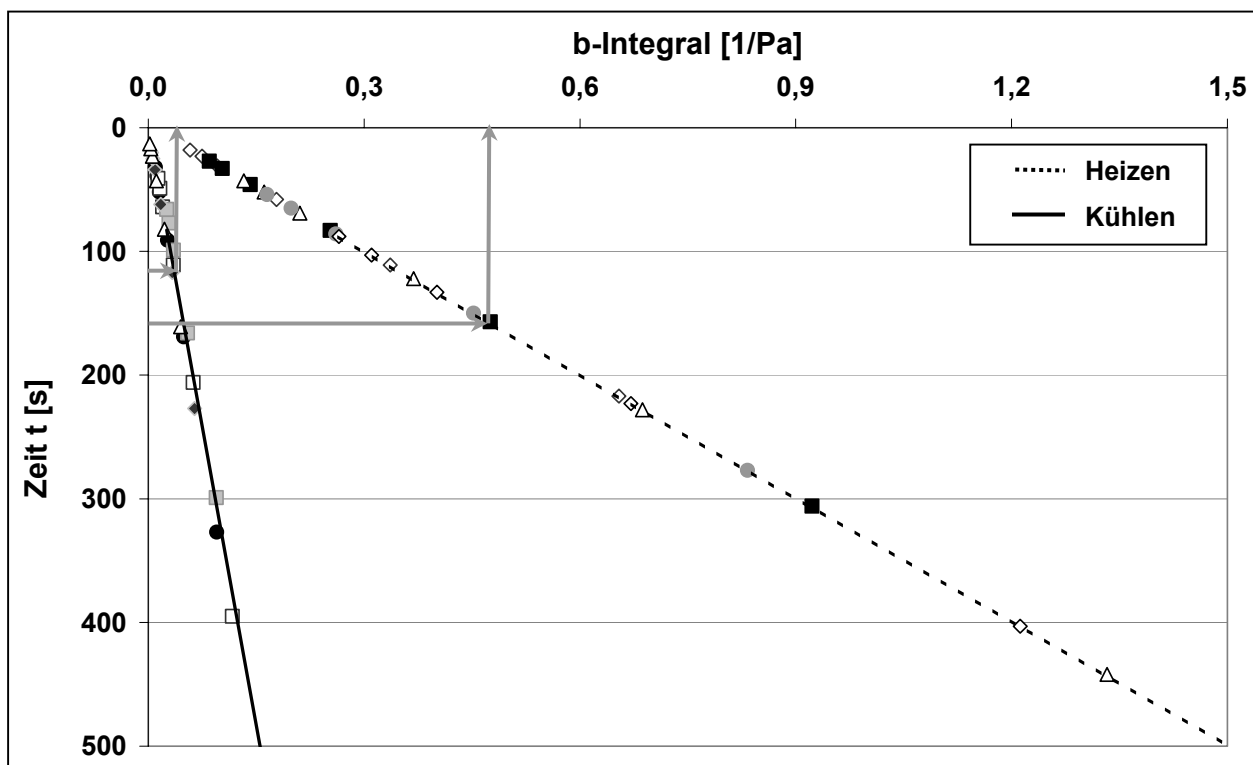


Bild 8.4: Zeitabhängige b-Integrale der Heiz- und Kühlabschnitte für CF/PEEK

Es sei hier noch mal darauf hingewiesen, dass sich alle Darstellungen auf eine konkrete Materialpaarung (CF/PEEK), diskrete Temperaturstufen ( $T_A = 25$  °C,  $T_{\text{Heiz}} =$

400 °C,  $T_{\text{Kühl}} = 100 \text{ °C}$ ) und eine festgelegte Trennschicht (Stahlblech, 0,2 mm) beziehen. Aus der Summation der einzelnen Teilabschnitte ergibt sich ein Gesamtwert für das b-Integral von  $2,81 \text{ Pa}^{-1}$ . Dieser Wert liegt zwischen den in Tabelle 7.2 angegebenen real gemessenen Kennwerten der b-Integrale. Die Geschwindigkeit von 1,2 m/h und der hierfür errechnete Integralwert von  $4,70 \text{ Pa}^{-1}$  entspricht einer Haltezeit von  $1,7 t_0$  im statischen Versuch und stellt einen oberen Grenzwert da (vgl. Kapitel 5.3). Für die Geschwindigkeit 2,4 m/h - dies entspricht etwa einer Haltezeit von  $0,7 t_0$  - erhält man die untere Grenze von  $2,00 \text{ Pa}^{-1}$ . Die gewählte Haltezeit von 8 min und der hieraus sich ergebende Gesamtintegralwert von  $2,81 \text{ Pa}^{-1}$  liegen demzufolge zwischen diesen Grenzwerten. Eine hochwertige und somit porenfreie Laminatqualität ist damit sichergestellt. Diese Aussage verdeutlicht weiterhin Bild 6.9. Bereits eine Haltezeit von  $0,8 t_0$  lieferte für CF/PEEK Biegefestigkeitswerte größer 1000 MPa. Obwohl die beschriebene Vorgehensweise auf einer konstanten Trennblechdicke von 0,2 mm und drei diskreten Temperaturstufen beruht, zeigt sie die Verarbeitungsgrenzen für die Materialkombination CF/PEEK auch prozessübergreifend auf. Das Stufenprofil in Kombination mit der sehr dünnen Trennschicht bildet bereits die Idealconfiguration einer Anlage ab. Die Berechnung ist deshalb als Minimalabschätzung zu betrachten, mit der man den schnellstmöglichen Prozess darstellt, auch wenn man von höheren Wärmeübergangskoeffizienten (z.B. für eine Doppelbandpresse) ausgeht. Werden durch diese Abschätzung bereits technische Restriktionen wie z.B. die maximal realisierbare Zonenlänge einer kontinuierlichen Anlage überschritten oder errechnet sich eine Gesamtanlagenlänge, die den vorgegebenen Kostenrahmen überschreitet, so kann eine Selektion hinsichtlich der zu wählenden Presstechnologie erfolgen. Für eine genauere Aussage ist aber eine ergänzende prozessspezifische Berechnung mit den entsprechenden Trennschichteigenschaften und Wärmeübergangskoeffizienten erforderlich (vgl. Beispiel in Kapitel 8.4).

### **8.3 Verarbeitungdiagramm verschiedener Materialkombinationen im IVHP-Prozess**

Steht als grundlegende Fragestellung das Verarbeitungsverhalten verschiedener Materialkombinationen innerhalb eines konkreten Pressprozesses im Vordergrund, können reine Verarbeitungsdiagramme erstellt werden. Anstelle der Variation des äuße-

ren Wärmeübergangskoeffizienten - dieser wird nun konstant gehalten - werden einzelne Materialpaarungen aufgeführt. Durch diese Vorgehensweise kann der Einfluss der materialspezifischen Kennwerte bewertet und der Pressprozess abhängig von der vorwiegend herzustellenden Materialkombination ausgelegt werden. Die Darstellungen in den Bildern 8.5 und 8.6 zeigen beispielhaft die Aufheiz- und Kühlprofile dreier Werkstoffpaarungen für die Verarbeitung mit dem IVHP-Prozess unter den zugehörigen Randbedingungen (0,2 mm Stahlblech,  $\alpha_{IVHP} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$ ).

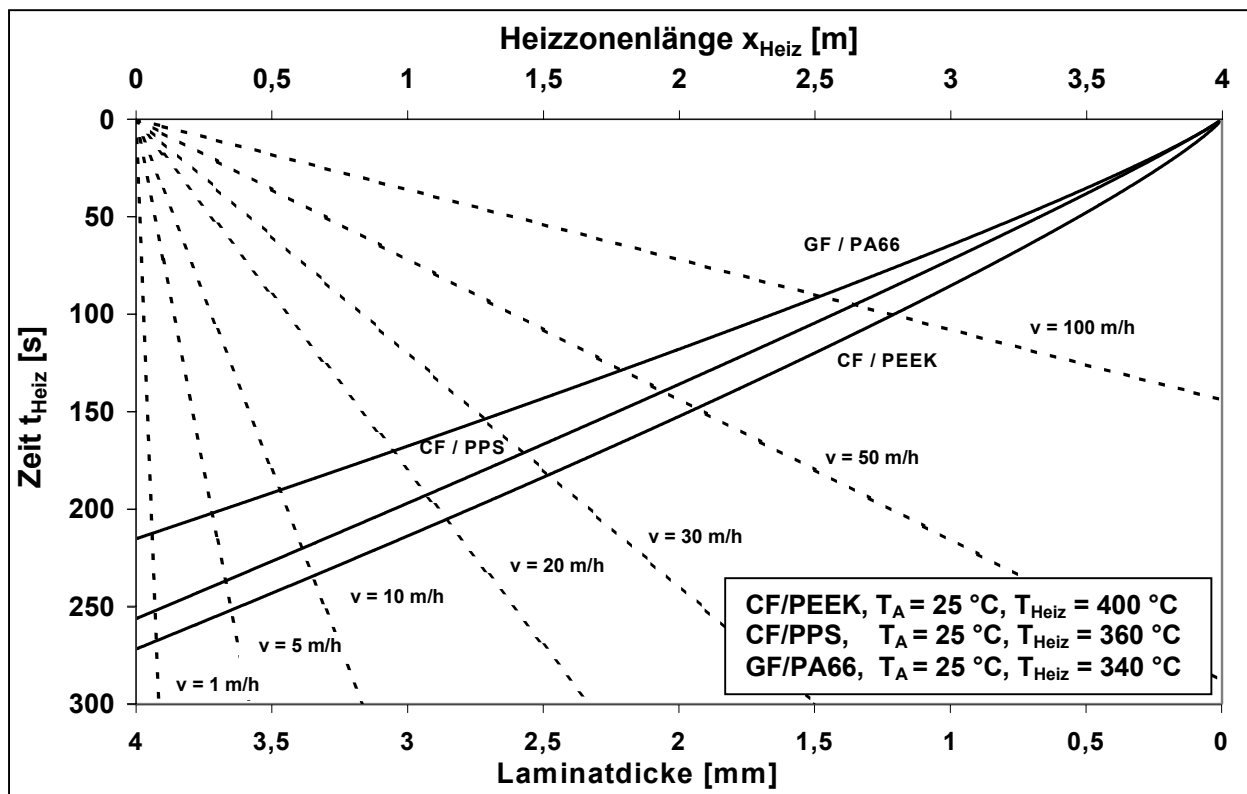


Bild 8.5: Aufheizdiagramm IVHP-Prozess, 0,2 mm Stahlblech,  $\alpha_{IVHP} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$

Im Aufheizdiagramm ist ersichtlich, dass die Materialpaarung CF/PEEK, die den größten Temperatursprung erfährt, auch die längsten Aufheizzeiten benötigt. Diese Aussage lässt sich auch auf die Abstufung zwischen CF/PPS und GF/PA66 projizieren. Interessanterweise liegt in der Kühlphase die Kurve von CF/PPS unterhalb des Verlaufs für GF/PA66 (vgl. Bild 8.6), obwohl GF/PA66 einen um 20 K geringeren Temperatursprung erfährt. Hier kommen die Unterschiede im temperaturabhängigen Verhalten der spezifischen Wärmekapazitäten zum tragen. Wie die entsprechenden Verläufe in Bild 7.6 zeigen, besitzt die Verbundkombination CF/PPS im Temperaturbereich kleiner 200 °C eine geringere Wärmekapazität als GF/PA66 und ist somit ein schlechterer Wärmespeicher. Der dargestellte Sachverhalt belegt, dass die Bewer-

tung und Dimensionierung eines Prozesses in Bezug auf die Verarbeitbarkeit einer Materialkombination sich nicht nur auf die Höhe der Temperatursprünge stützen darf. Vielmehr ist eine ganzheitliche, materialspezifische Betrachtung der thermodynamischen Zusammenhänge durchzuführen.

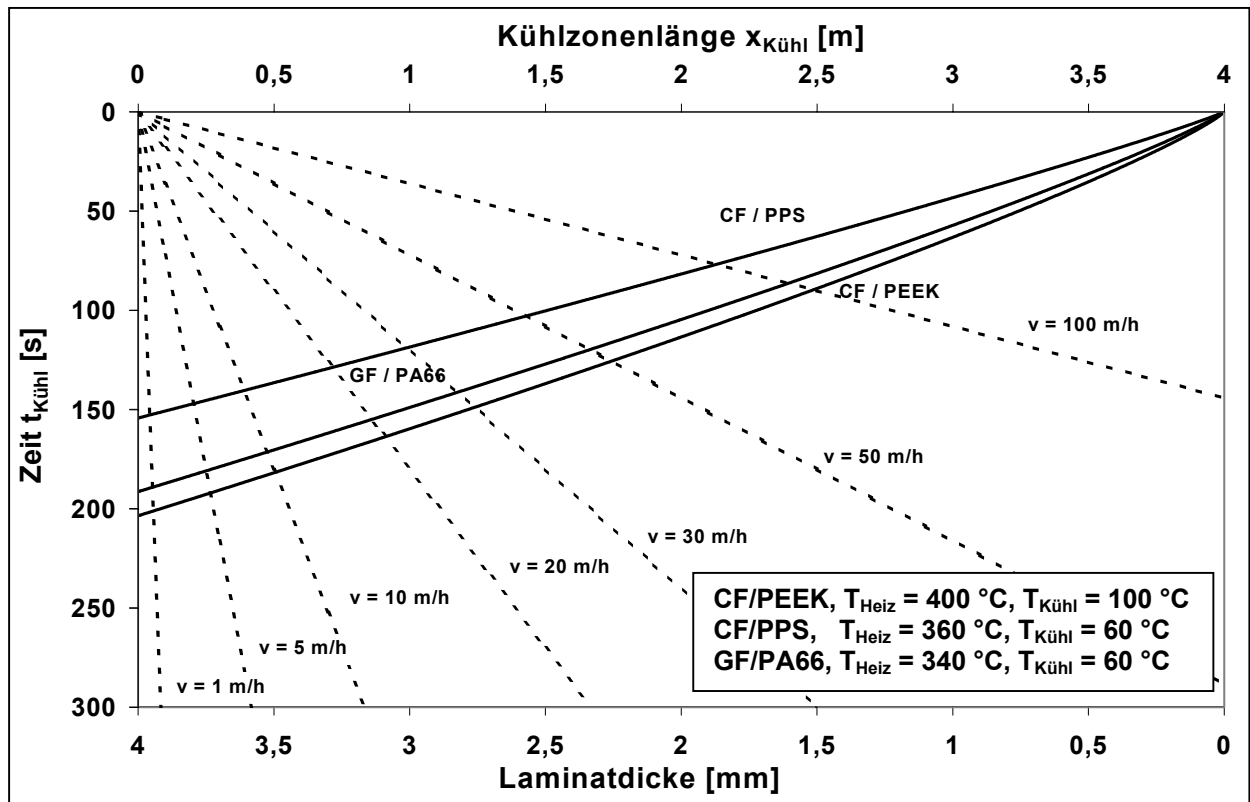


Bild 8.6: Kühldiagramm IVHP-Prozess, 0,2 mm Stahlblech,  $\alpha_{IVHP} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$

#### 8.4 Prozessdiagramm am Beispiel GF/PA66

Eine dritte Möglichkeit zum Aufbau eines Diagramms besteht darin, für die Verarbeitung einer feststehenden Materialkombination, verschiedene Pressprozesse zu evaluieren. Wie in Bild 8.7 am Beispiel GF/PA66 gezeigt, kann das von der Materialdicke abhängige Aufheiz- und Abkühlverhalten für verschiedene Trennschichteigenschaften und Wärmeübergangskoeffizienten auch in einem Diagramm dargestellt werden, sofern die Anzahl der Verläufe nicht überhand nimmt. Sowohl in der Aufheiz- als auch in der Kühlphase zeigen die Kurven für den IVHP-Prozess und den DBP-Prozess tendenziell den gleichen Verlauf. Der Einfluss der um 0,9 mm größeren Trennblechdicke und die hiermit einhergehende Verlangsamung im Aufheiz- und Abkühlverhalten für den DBP-Prozess wird nicht durch den größeren äußeren Wärme-

übergangskoeffizienten von  $\alpha_{\text{DPB}} = 350 \text{ W/m}^2\text{K}$  kompensiert. Dies gilt im gleichen Maße für die Aufheiz- und Abkühlphase. Ausgehend von einer Materialdicke von 2 mm und einer Prozessgeschwindigkeit von 30 m/h erhält man eine Heizzonlänge der Aufheizphase von 0,98 m für den IVHP-Prozess und 1,38 m für den DBP-Prozess (siehe Pfeildarstellung Bild 8.7). Das langsamere Aufheizverhalten im DBP-Prozess erfordert also zur Kompensation eine um 0,4 m längere Aufheizstrecke bzw. Zonenlänge. Sind die Kostenstrukturen der Anlagensysteme bekannt (z.B. Kosten pro Meter Anlagenlänge), kann nun aufbauend auf dieser konkreten Zahl im Rahmen einer Prozessauswahl die Entscheidung nach dem zu bevorzugenden Anlagensystem getroffen werden.

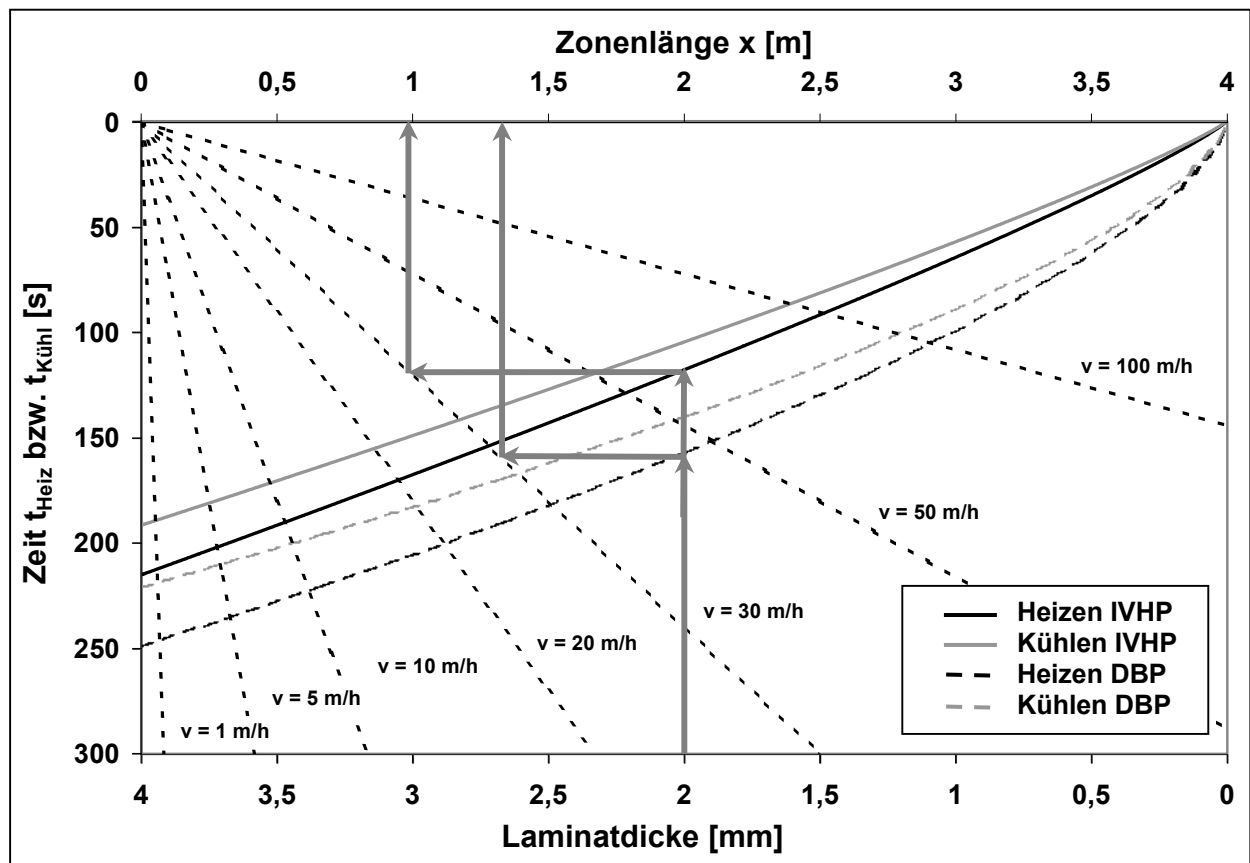


Bild 8.7: Aufheiz-/Kühldiagramm GF/PA66 für verschiedene Prozesse,  
 $T_A = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $T_{\text{Heiz}} = 340 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $T_{\text{Kühl}} = 60 \text{ }^\circ\text{C}$   
 IVHP: 0,2 mm Stahlblech,  $\alpha_{\text{IVHP}} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$   
 DBP: 1,1 mm Stahlblech,  $\alpha_{\text{DPB}} = 350 \text{ W/m}^2\text{K}$

## 9 Zusammenfassung

Der Einsatz von endlosfaserverstärkten thermoplastischen FKV-Plattenhalbzeugen scheitert oftmals noch an den hohen Materialkosten, welche häufig Folge einer nicht optimalen Auswahl der Halbzeugherstellungsprozesse, der Verarbeitungsparameter oder der Werkstoffkombination selbst sind. Um die Potenziale dieser Werkstoffklasse nutzbarer zu machen, war das Ziel der vorliegenden Arbeit, neue Wege bei der Generierung von Gesamtprozessabläufen und Werkstoffkombinationen zu untersuchen. Anhand von Plattenhalbzeugen mit Hochtemperatur-Thermoplastmatrizes und CF-Verstärkung wurden die Potenziale der Blendtechnologie für die Matrixkomponente und der Einsatz von C-Faserbündeln mit höherer Filamentanzahl in statischen Pressverfahren untersucht. Die um ca. 30% kostenreduzierten ternären Hochtemperatur-Blendmatrizes auf Basis PEEK sind unabhängig von der eingesetzten Fertigungstechnologie (Film-Stacking- oder Pulverpreg-Verarbeitung) analog zum reinen PEEK verarbeitbar. Durch den Einsatz eines seitlich geöffneten Werkzeugkonzepts und die Erhöhung des Prozessdrucks konnten die Imprägnierungsvorgänge beim statischen Verpressen beschleunigt werden, wobei sich der gewählte Maximaldruck von 25 bar als optimal erwies. Die Untersuchungen an C-Faserbündeln mit höherer Filamentanzahl haben gezeigt, dass es mit der Steigerung des Bündelquerschnitts von 3K über 6K auf 12K, speziell bei 12K-Fadensystemen vermehrt zur Bildung von Lufteinschlüssen kommt. Dieser Effekt tritt verstärkt bei UD-Gewebestrukturen auf. Zur vollständigen Imprägnierung eines 6K-Fadensystems muss die Imprägnierzeit gegenüber einem 3K-System um 20 - 30 % gesteigert werden. Für die rein transversale Tränkung einer UD-CF-Lage eines Multiaxialgeleges oder UD-Gewebes sollte ein maximales Flächengewicht von 300 - 400 g/m<sup>2</sup> nicht überschritten werden.

Neben den statischen Verfahren zur Halbzeugherstellung bilden die semi-kontinuierlichen Pressprozesse (Intervallheißpresstechnik) eine Zwischenstufe auf der Technologiekurve zu den kontinuierlich arbeitenden Anlagensystemen (Doppelbandpresse). Die vergleichenden Versuche zum Verarbeitungsverhalten von GF/PA66-Verbunden in beiden Prozessen ließen lediglich geringe Unterschiede bezüglich der erreichbaren lokalen Oberflächenqualitäten der Lamine erkennen. Werden die mit der Intervallheißpresstechnik gefertigten Lamine in einem anschließenden

den Thermoformprozess weiterverarbeitet oder im Nichtsichtbereich eingesetzt, ist der Texturunterschied ohnehin von geringer Bedeutung, da keine Wechselwirkung in Bezug auf die Laminatfestigkeitswerte und -steifigkeitswerte gemessen wurde. Die vorliegenden Ergebnisse für Lamine mit Hochtemperatur-Thermoplastmatrizes belegen, im Einklang mit den Resultaten der GF/PA66-Versuche, deutlich die Eignung des semi-kontinuierlichen Fertigungsverfahrens zur Halbzeugherstellung. Das im Vergleich zu den statischen Ergebnissen um ca. 10 % geringere mechanische Kennwertniveau für Gewebelamine ist in Anbetracht der noch nicht ausreichend optimierten Prozessfenster und/oder Verfahrensrandbedingungen bereits auf einem sehr hohen Niveau. Mit den vorliegenden Ergebnissen wurde erstmalig vergleichend aufgezeigt, dass die Intervallheißpresstechnik als ein einfaches und kosteneffizientes Anlagensystem neue Potenziale speziell bei mittleren Produktionsmengen mit hoher Variantenvielfalt bietet.

Darüber hinaus wurde ein allgemeingültiges Prozessmodell entwickelt, welches die Charakteristika bei der Verarbeitung thermoplastischer FKV berücksichtigt. Die Anwendbarkeit und Genauigkeit des Modells wurden im direkten Vergleich mit den Messdaten aufgezeigt und bewertet. Ausgehend von einem verallgemeinerten Temperaturprofil können mit dem Modell Prozess- und Verarbeitungsdiagramme für verschiedene Werkstoffpaarungen und äußere Wärmeübergänge berechnet werden. In Abhängigkeit von der herzustellenden Materialdicke und dem geforderten Prozessausstoß stellen diese Diagramme eine direkte Verknüpfung zu den resultierenden Anlagendimensionen her.

## 10 Anhang

### 10.1 Organoblech- und Prepregmaterialien

Hersteller	Produkte	Handelsname	Matrizes	Fasern
Bond Laminates GmbH, Deutschland	Organoblech	TEPEX <sup>®</sup> dynalite	PA 12, PA 66, PA 6, PBT, PP, PET, PPS, TPU, PA 46, PC	GF, CF, AF
	Organoblech	TEPEX <sup>®</sup> anti-ballistic		
	Organoblech (mit fließbarem Kern, z.B. GMT)	TEPEX <sup>®</sup> flowcore		
	Organoblech (mit leichtem Kern, z.B. Schaum)	TEPEX <sup>®</sup> sandwich		
	Film-Prepreg	TEPEX <sup>®</sup> semipreg		
Ten Cate Advanced Composites, Niederlande	Organoblech	Cetex <sup>®</sup>	PA 12, PPS, PEI, PES, PC	GF, CF, AF
	Film-Prepreg	Cetex <sup>®</sup> semipreg	PPS	
	Lösungsmittelprepreg		PEI, PES, PC	
Advanced Composite Systems (AC.S) GmbH, Deutschland	Organoblech	COMPACT <sup>®</sup>	PP, TPU, PET, PA 6, PA 66, PC, PVDF, PPS, PES	GF, CF, AF
Cytac Engineered Materials, USA	Tape	APC	PEI, PEEK, PEKK, PPS	GF, CF
	Commingled yarn	Cylon <sup>®</sup>	PA	GF, CF
	Organoblech	-	Aus APC oder Cylon <sup>®</sup>	
Plytron GmbH, Deutschland	Tape	Plytron <sup>®</sup>	PP	GF
	Organoblech	-	Aus Plytron <sup>®</sup>	
GuritSuprem, Schweiz	Tape	-	PPS, PEEK, TPI, PA, PP, HDPE	GF, CF, AF
	Pulver-/Suspensionsprepregs	-		
	Tape-Gewebe, Organoblech	-	Aus div. Suprem Typen	
Baycomp, Canada	Tape	-	PP, PA12, PA 6, PPS, TPU, PEI, PC	GF, CF, AF
	Organoblech	Xstal <sup>®</sup> Panels		
Porcher Industries, Frankreich	Pulverprepreg	-	PA 12, PPS, PEEK	GF, CF, AF
Phoenix TPC Inc., USA	Tape	Thermo-Lite <sup>®</sup>	PP, PA, PPS, PEEK, PEI, PMMA	GF, CF, AF
	Organoblech	-	Aus Thermo-Lite <sup>®</sup>	
Hexcel Composites Applied Fiber Systems, USA	“Coated”-Tow	TowFlex <sup>®</sup>	PP, PA 6, PVDF, PPS, PEI, PEEK	GF, CF, AF
	Gewebe, Tape, Organoblech	-	Aus TowFlex <sup>®</sup>	
American Matrix Corp, USA	Organoblech	-	PP, PA 6, PPS, PEI, PEEK	GF, CF
Saint-Gobain Vetrotex International SA, Frankreich	Hybridgarne	TWINTEX <sup>®</sup>	PP, PET	GF
	Hybridgarn-Gewebe			
	Organoblech			
Schappe Techniques, Frankreich	Stapelfaser-Hybridgarne	TPFL	PP, PA 6, PEI, PA 12, PA 66, PPS, PEEK	GF, CF, AF

Tabelle 10.1: Übersicht Organoblech- und Prepreganbieter



## 10.2 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1.1:	Eigenschaften endlosfaserverstärkter thermoplastischer FKV [4] .....	2
Tabelle 1.2:	Wärmequellen .....	8
Tabelle 1.3:	Übersichtstabelle Pressensysteme .....	10
Tabelle 2.1:	Übersichtstabelle Prepregmaterialien (● Fasern, ○ Matrix).....	18
Tabelle 2.2:	Vergleich Prepregmaterialien und –verfahren [5] .....	23
Tabelle 3.1:	Eigenschaften der Matrixwerkstoffe [57, 59].....	33
Tabelle 3.2:	Rheologische und materialspezifische Randbedingungen für das Fließgesetz nach D' Arcy und die thermoplastische FKV-Herstellung .....	34
Tabelle 3.3:	Rheologische Eigenschaften der Matrixwerkstoffe.....	36
Tabelle 3.4:	Übersicht CF-Fadensysteme [77].....	38
Tabelle 3.5:	Übersicht Textilsysteme .....	39
Tabelle 4.1:	Klassifizierung der Randporositätskennwerte.....	45
Tabelle 5.1:	Versuchsplan statische Pressversuche .....	48
Tabelle 5.2:	Parametersätze der statischen Pressversuche .....	50
Tabelle 5.3:	Kennwerte CF/PEEK Gewebelamine .....	53
Tabelle 5.4:	Kennwerte CF/PEEK/PEI Gewebelamine .....	55
Tabelle 5.5:	Kennwerte CF/PEEK und CF/Blend, Atlas 1/4 Gewebelamine .....	56
Tabelle 5.6:	Biegefestigkeitswerte CF/PEEK und CF/Blend, Atlas 1/4 Gewebelamine.....	59
Tabelle 5.7:	Kennwerte von 6K und 12K CF/PEEK UD-Gewebelaminen .....	62
Tabelle 5.8:	Biegekennwerte von 6K und 12K CF/PEEK UD-Gewebelaminen .	63
Tabelle 6.1:	Zahlenvergleich der Pressensysteme.....	75
Tabelle 6.2:	Vor- und Nachteile der Pressensysteme .....	75
Tabelle 6.3:	GF/PA66 Verbundkombination der IVHP-Vorversuche .....	77
Tabelle 6.4:	Parameterkombinationen der GF/PA66 Vorversuche .....	77
Tabelle 6.5:	Kennwerte der GF/PA66 Lamine aus den IVHP-Versuchen und Referenzwerte für die Verarbeitung auf der DBP .....	80
Tabelle 6.6:	Parameterkombinationen der IVHP-Versuche mit HTT-Verbunden und Vergleichswerte für die Verarbeitung im statischen Pressprozess.....	83

Tabelle 6.7:	Kennwerte der IVHP-Versuche mit HTT-Verbunden und Vergleichswerte für die Verarbeitung im statischen Pressprozess ...	84
Tabelle 6.8:	Mechanische Kennwerte der IVHP-Versuche mit HTT-Verbunden und Vergleichswerte für die Verarbeitung im statischen Pressprozess ...	86
Tabelle 7.1:	Thermische Stoffgrößen und Materialdichten .....	98
Tabelle 7.2:	Vergleich der Wertepaarung für die IVHP .....	101
Tabelle 7.3:	Vergleich der Wertepaarungen für den DBP-Prozess .....	102
Tabelle 10.1:	Übersicht Organoblech- und Prepreganbieter .....	114

### 10.3 Abbildungsverzeichnis

Bild 1.1:	GFK-Verbrauch in Westeuropa nach Verarbeitungsverfahren [1, 2] ..	1
Bild 1.2:	Technologieträger Z22: Seitenrahmen aus kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff (CFK) [3] .....	2
Bild 1.3:	Prozesskette für endlosfaserverstärkte thermoplastische FKV .....	3
Bild 1.4:	Grundlegende Systemdarstellung der Halbzeugherstellung.....	5
Bild 1.5:	Gesamtprozessabläufe zur Herstellung endlosfaserverstärkter thermoplastischer FKV-Plattenhalbzeuge .....	6
Bild 1.6:	Mechanismen der Wärme- und Druckübertragung.....	9
Bild 1.7:	Qualitative Druckprofile unterschiedlicher Pressprozesse.....	12
Bild 1.8:	Einordnung des mechanischen Leistungsniveaus der Organobleche.....	13
Bild 1.9:	Anwendungsbeispiele endlosfaserverstärkter Thermoplaste (A: Federelement 1,4 Mio. Stück/Jahr, Material: GF/PP, ACM GmbH [20], B: "J-Nose" des Airbus A340-500/600, Material: GF/PPS und CF/PPS, Ten Cate Advanced Composites b.v. [21, 22]) .....	14
Bild 1.10:	Flussdiagramm zur Struktur der vorliegenden Arbeit .....	15
Bild 2.2:	Pulver-Prepreganlage der IVW GmbH .....	24
Bild 2.3:	Thermogeformte Sicherheitsschuhkappe aus GF/TPU .....	25
Bild 2.4:	Laminatkennwerte GF/TPU im Vergleich zu GF/PA66 .....	26
Bild 2.5:	Korngrößenverteilung TPU-Matrizes .....	27
Bild 2.6:	Materialdickenverteilung über der Breite bei GF/TPU-Laminaten ....	28

Bild 3.1:	Übersicht Hochtemperatur-Thermoplaste.....	29
Bild 3.2:	Thermische Eigenschaften Hochtemperatur-Thermoplaste [55] .....	30
Bild 3.3:	Blendmorphologie (A: Zielmorphologie, B: Phasenverteilung eines unverstärkten PEEK/PEI/PES Nr. 2015 Blendsystems) [56] .....	31
Bild 3.4:	Korngrößenverteilung der Blendmatrixpulver .....	32
Bild 3.5:	Viskositätskurve im quasi-newtonschen und strukturviskosen Bereich .....	35
Bild 3.6:	Temperaturabhängige Viskositätsdaten .....	37
Bild 3.7:	Schliffaufnahmen CF/PEEK 12K (A: ohne thermische Gewebeporbehandlung, B: Gewebe thermisch entschlichtet) .....	40
Bild 3.8:	Thermischer Schlichteabbau für 3K HTA 5131 an Luft .....	41
Bild 3.9:	REM-Aufnahmen 3K HTA 5131 (A: ohne thermische Vorbehandlung, B: thermisch entschlichtet) .....	41
Bild 4.1:	Makro- und Mikroimprägnierung.....	42
Bild 4.2:	Versagensmechanismen bei der 3-Punkt-Biegeprüfung und Abhängigkeit vom Imprägnierungsgrad $D_{imp}$ .....	46
Bild 5.1:	Vorgehensweise bei den statischen Pressversuchen (Konzept A = Werkzeug mit umlaufenden Tauchkanten, Konzept B = seitlich offenes Werkzeug mit lediglich 2 Tauchkanten).	49
Bild 5.2:	Temperatur- und Druckprofile der statischen Pressversuche.....	51
Bild 5.3:	Schliffbilder CF/PEEK Leinwandbindung, Parametersatz I (A: 6K mit Folie, B: 6K mit Pulver, C:12K mit Folie).....	52
Bild 5.4:	Biegefestigkeitswerte und Randporositätsklassen von CF/PEEK 6K-Gewebelaminaten, abhängig vom Bindungstyp und der Haltezeit ...	53
Bild 5.5:	Biegefestigkeitswerte und Randporositätsklassen von CF/PEEK/PEI 6K-Leinwandgewebelaminaten, abhängig von $T_{max}$ und der Haltezeit .....	55
Bild 5.6:	FVG CF/PEEK und CF/Blend Atlas 1/4 Gewebelaminaten, abhängig von der Haltezeit und vom Fadensystem.....	57
Bild 5.7:	Schliffbilder 6K CF Laminaten mit PEEK/PEI/PSU (A-C) und PEEK/PEI/PES (D-F), abhängig von der Haltezeit.....	58

Bild 5.8:	Normierte Biegefestigkeitswerte CF/PEEK und CF/Blend Atlas 1/4 Gewebelaminaten, abhängig von der Haltezeit und vom Fadensystem .....	60
Bild 5.9:	Biegefestigkeitswerte von CF/PEEK 6K und 12K CF/PEEK UD- Gewebelaminaten, Erwartungshorizont für UD-Gewebelaminaten ....	62
Bild 5.10:	Schliffbilder eines CF-PEEK 6K UD-Gewebelaminats, 3,3 t <sub>0</sub> (Schliffe aus gleicher Platte präpariert) .....	63
Bild 5.11:	Bildung von Luftpinschlüssen (A) und transversale Fließweglängen (B), die Bündeldeformation in Fließrichtung wurde vernachlässigt ...	65
Bild 5.12:	Luftpinschlüsse und Lufttransport in einem ± 45° GF/Thermoplast- Gelegelaminat mit amorpher Matrix .....	68
Bild 5.13:	Optimierung der Luftverfrachtung mittels winkelabhängiger Temperaturfelder und der hierdurch erzielten Fließfrontbildung .....	69
Bild 6.1:	Intervallheißpresstechnik (IVHP) ACM GmbH und qualitativer Temperatur- und Druckverlauf im Laminat .....	71
Bild 6.2:	Isobare Doppelbandpresse IVW GmbH (linkes Bild) und Prinzip der Druckerzeugung einer solchen Anlage (rechtes Bild).....	73
Bild 6.3:	Zonenaufteilung der IVW-Doppelbandpresse und qualitativer Temperatur- und Druckverlauf im Laminat .....	74
Bild 6.4:	Lokaler Imprägnierungsgrad und Mikrostruktur in unterschiedlichen Step-Bereichen eines GF/PA66 IVHP-Laminats, Versuch IV .....	78
Bild 6.5:	Oberflächentopologie eines IVHP-Laminats (IV, Bild A) im Vergleich zu einem DBP-Laminat (V, Bild B) .....	79
Bild 6.6:	Schliffbilder der GF/PA66 IVHP-Laminaten Versuch I-III.....	81
Bild 6.7:	Schliffbilder 3K CF IVHP-Laminaten mit PEEK/PEI/PSU, Einfluss des Verhältnisses Druck-/Transportzeit (VII: 90/10, VIII: 50/50).....	84
Bild 6.8:	Schliffbilder 3K CF IVHP-Laminaten mit PEEK, Einfluss der Lagenanzahl und erhöhte Prozessgeschwindigkeit.....	85
Bild 6.9:	Normierte Biegefestigkeitswerte der CF-Laminaten mit PEEK (Nr. III, IV, IX, X) und Blend 2015 (Nr. VII, XI, XII), Einfluss der Haltezeit und des Herstellprozesses.....	87
Bild 7.1:	2-D-Modell zur Beschreibung des transversalen Imprägnierungsvorgangs thermoplastischer FKV-Verbunde [64] .....	90

Bild 7.2:	Ermittlung des B-Wertes.....	91
Bild 7.3:	Korrelation des Imprägnierungs- und Konsolidierungsfortschritts bzw. der Laminatkennwerte mit dem B-Wert .....	93
Bild 7.4:	Schichtmodell zur Berechnung der instationären Wärmeübertragung in Dickenrichtung z .....	94
Bild 7.5:	Gittereinteilung des Dreischichtaufbaus aus Bild 7.4 .....	96
Bild 7.6:	Spezifische Wärmekapazitäten der Verbundkombinationen aus Tabelle 7.1 in Abhängigkeit von der Temperatur (DSC Messergebnisse) und beispielhafte Aufteilung für CF/PEEK in 6 Bereiche. ....	99
Bild 7.7:	Vergleich der IVHP-Temperaturprofile für GF/PA 66-Verbunde .....	100
Bild 7.8:	Vergleich der IVHP-Temperaturprofile für CF/PEEK-Verbunde .....	101
Bild 7.9:	Vergleich der DBP-Temperaturprofile für GF/PA 66-Verbunde .....	103
Bild 8.1:	Quantitativer Temperaturverlauf im Laminat für das idealisierte Stufenprofil .....	104
Bild 8.2:	Aufheizdiagramm CF/PEEK, $T_A = 25 \text{ °C}$ , $T_{\text{Heiz}} = 400 \text{ °C}$ , 0,2 mm Stahlblech.....	106
Bild 8.3:	Kühlendiagramm CF/PEEK, $T_{\text{Heiz}} = 400 \text{ °C}$ , $T_{\text{Kühl}} = 100 \text{ °C}$ , 0,2 mm Stahlblech.....	106
Bild 8.4:	Zeitabhängige b-Integrale der Heiz- und Kühlabschnitte für CF/PEEK.....	107
Bild 8.5:	Aufheizdiagramm IVHP-Prozess, 0,2 mm Stahlblech, $\alpha_{\text{IVHP}} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$ .....	109
Bild 8.6:	Kühlendiagramm IVHP-Prozess, 0,2 mm Stahlblech, $\alpha_{\text{IVHP}} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$ .....	110
Bild 8.7:	Aufheiz-/Kühlendiagramm GF/PA66 für verschiedene Prozesse, $T_A = 25 \text{ °C}$ , $T_{\text{Heiz}} = 340 \text{ °C}$ , $T_{\text{Kühl}} = 60 \text{ °C}$ IVHP: 0,2 mm Stahlblech, $\alpha_{\text{IVHP}} = 200 \text{ W/m}^2\text{K}$ DBP: 1,1 mm Stahlblech, $\alpha_{\text{DPB}} = 350 \text{ W/m}^2\text{K}$ ..	111

## 10.4 Literatur

- [1] Merz, P.: Glasfaserverstärkte Kunststoffe. Kunststoffe, 91 (1999), Nr. 10, S. 354.
- [2] Business Report. Composites International, No. 42 (2000), S12.
- [3] Environment & Composites, No. 10 (12/2000), S.27.
- [4] Brandt, J., Richter, H.: Hochleistungsverbundwerkstoffe mit thermoplastischer Matrix. Kunststoffe, 77 (1987), Nr. 1, S. 40-44.
- [5] Neitzel, M., Breuer, U.P.: Die Verarbeitung der Faser-Kunststoff-Verbunde. München/Wien: Carl Hanser Verlag 1997.
- [6] Ostgathe, M., Mayer, C., Neitzel, M.: Faserverstärkte Halbzeuge für die Umformung. Symposium „Neue Werkstoffe in Industrie und Forschung“, SAMPE Deutschland e. V. (1995).
- [7] Günzerodt, H. , Kohler, E.: Eine alternative kontinuierliche Preßtechnologie zur Herstellung von Holzwerkstoffen. Holz als Roh- und Werkstoff, No. 50 (1991), S. 95-100.
- [8] [www.contitech.de](http://www.contitech.de), Internetversion vom 10.03.2002.
- [9] Begemann, M., Standlbauer, W.: Isobares Langfaser-GMT: Ein neuer Hochleistungswerkstoff aus Polypropylen. Kunststoffe, 84 (1994), Nr. 5, S. 596-600.
- [10] Polystahl®. Produktschrift der Firma Bayer AG (1989).
- [11] Vogelsang, J., Greening, G., Neuberg, R., Handermann, A.: Hybridgarne aus HT-Thermoplasten/Carbonfasern: neues Halbzeug für Hochleistungsverbunde. Chemiefasern/Textilindustrie (Industrie-Textilien) Vol. 91 (1989), No. 39 (Dezember), S. 224-228.
- [12] Effing, M., Eckenberger, J., Staub, B., Walrave, A.: TEPEX® - The revolution in mass-production of advanced composites. Proceedings of the 4th Japan International SAMPE Symposium, SAMPE Japan (1995), S. 1315-1320.
- [13] Beyeler, E., Effing, M., Fisher, J., Jenkins, T.: Aktuelle Entwicklungen im Bereich thermoplastischer Composite Systeme für die Automobilindustrie - von der Außenhaut zum Strukturbauteil. Proceedings of the ISATA 1996.

- [14] Effing, M., Hopkins, M.: The Tepex®-System: Cost-effective high volume production of parts and profiles for recreation, protection and transportation markets. Proceedings of the 39th SAMPE Symposium and Exhibition, SAMPE USA (1994), S. 2637-2654.
- [15] Boer, P., van Lindert J., Bersee, H.: Customisation of Mass Manufactured Materials - A Material and Process Overview. 10th European Conference on Composite Materials (ECCM-10), 03-07.06.2002 Brugge Belgien, S. 1-6.
- [16] Weghuis, M.O., van Dreumel, W.: Continuous fibre reinforced thermoplastics in daily use. Reinforced Plastics, July/August (1990), S. 5.
- [17] Moerhuis, J.B., van Dreumel, W.: Low cost manufacturing with Cetex® continuous fiber reinforced thermoplastics. Produktschrift der Firma Ten Cate Advanced Composites b.v.
- [18] Prien, M.: Thermoplastisch verarbeitbare Faserverbundwerkstoffe in der Innenausstattung von Passagierflugzeugen. Pressenotiz Cetex® (1989), S. 1-5.
- [19] www.ac-s.com, Internetversion vom 20.05.2002
- [20] Ein Composite-Produkt erobert den Massenmarkt. Produktschrift der Firma ACM GmbH (2002).
- [21] Küll, H.: Airbus fliegt mit PPS. Kunststoffe, 92 (2002), Nr. 1, S. 74-76.
- [22] www.tencate-ac.com, Internetversion vom 13.06.2002
- [23] Baron, C., Mehn, R.: Thermoplastic Composites and their application in automotive industry. Plastiques Modernes et Elastomères, (1994), S. 20-23.
- [24] Ostgathe, M., Neitzel, M.: Continuous Manufacturing of Thermoplastic Composite Sheets. Polymers & Polymer Composites, Vol. 4 (1996), Nr. 7, S. 505-512.
- [25] Wendorff, J., Schulte, K., Baron, Ch.: Gewebeverstärkte Thermoplaste. Kunststoffe, Vol. 85 (1995), Nr. 12, S. 2058-2060.
- [26] Mayer, C., Stadtfeld, H.: Verfahren zum Herstellen von Prepregs. DE 19734417 C1, 24.12.1998.
- [27] Kärger, J. C., Vodermyer, A. M.: Maßgescheiderte Hochleistungscomposites: Halbzeuge auf Basis von thermoplastischen Hochleistungsfaser-Verbundwerkstoffen. Kunststoffe, 89 (1999), Nr. 11, S. 132-136.

- [28] Vodermayr, A. M., Kärger, J. C., Kaufmann, S., Erlach, H.: Herstellung von unidirektional faserverstärkten Thermoplasten. EP 0937560 A1, 20.02.1998.
- [29] Kosuda, H., Nagata, Y., Endoh, Y.: Method for producing carbon fiber reinforced thermoplastic resin product. EP 0272648 A2, 18.12.1987.
- [30] Kärger, J. C., Mayer, C., Vodermayr, A. M.: The Enabling Fibre Reinforced Thermoplastic Composite SUPreM™ - Product Range, Processing and Applications. Proceedings of the 22nd International SAMPE Europe Conference, SAMPE Europe (2001), S. 219-224.
- [31] Beresheim, G., Latrille, M., Schledjewski, R.: Auf dem Weg zur Automation - Neue Entwicklungsstufe der Thermoplast-Tapelegetechnik. Kunststoffe, 91 (2001), Nr. 12., S. 78-81.
- [32] Holty, D.W. , Greene, T.L. , Carpenter, C.E. , Davies, R.M.: Variables affecting the physical properties of consolidated flexible powder-coated towpregs. Proceedings of the 38th International SAMPE Symposium, SAMPE USA (1993), S. 1916-1929.
- [33] Greene, T.L., Holty,D.W.: Performing and manufacturing evaluations using thermoplastic powder towpreg material forms. Proceedings of the 39th International SAMPE Symposium, SAMPE USA (1994), S. 214-224.
- [34] Weghuis, M. O., van Dreumel, W. H. M.: Continuous fibre reinforced thermoplastics in daily use. Reinforced Plastics, July/August (1990), S. 38-41.
- [35] van Loo, K.: Cetex® explained. Aerospace composites & materials, (1989), S. 50-51.
- [36] Lenferink, R. G., Van Dreumel, W. H. M.: Method for manufacturing a dimensionally stable fabric cloth and fabric cloth obtained therewith. EP 1005979 A2, 15.01.1999.
- [37] Belbin, G. R., Cogswell, F. N.: Process of producing fibre-reinforced shaped articles. EP 0056702 A1, 21.12.1982.
- [38] Cogswell, F. N., Hezzell, D. J., Williams P. J.: Fibre reinforced compositions and methods for producing such compositions. EP 0056703 A1, 12.01.1982.
- [39] Svensson, N., Shishoo, R., Gilchrist, M.: Manufacturing of Thermoplastic Composites from Commingled Yarns- A Review. Journal of Thermoplastic Composite Materials, Vol.11 (1998), S.22-56.



- [40] Wöginger, A., Blinzler, M., Reinbach, C., Reisswig, G., Wienands, C., Mitschang, P., Neitzel, M.: Prozesstechnologien zur Herstellung von thermoplastischen FKV-Halbzeugen. Tagungsband 8. Nationales Symposium SAMPE Deutschland e.V., SAMPE Deutschland (2002), S. 1-15.
- [41] Blinzler, M., Wöginger, A., Mitschang, P., Neitzel, M.: Novel Processing Technique for Semi-Finished Continuous Fibre Reinforced Thermoplastic (CFRTP) Sheets. Tagungsband Materials Week 2001, 01-04.10.2001 München Deutschland.
- [42] Charles, S.J.: Comingled thermoplastic prepregs industrial applications. Proceedings of ICCM-10, August 1995 Canada, S. III-757 - III-764.
- [43] Guillon D.: TWINTEX. a new Material for the Composite Industry. Proceedings 27. AVK-Tagung, Oktober 1996 Baden Baden Deutschland.
- [44] Cyttec Fiberite Data Sheet: Advanced Material Systems, 1999.
- [45] Les Files de fibres pour composites, Produktschrift der Firma Schappe Techniques, Frankreich, 1998.
- [46] Dominik, M.: Streuen und Thermofixieren. Kunststoffe, 89 (1999), No. 8, S. 64-68.
- [47] Produktbroschüre der Samtronic Knobel GmbH, 2000.
- [48] Kuhn, M., Nowacki, J.: Development of an Innovative High Performance FRP Protective Toe Cap. IVW Kolloquium, 11.-12.10.2000 Kaiserslautern Deutschland, S. 17-28.
- [49] Offringa, A., Myers, D., Buitenhuis, A.: Redesigned A340-500/600 Fixed Wing Leading Edge (J-Nose) in Thermoplastics. Proceedings of the 22nd International SAMPE Europe Conference, SAMPE Europe (2001), S. 331-343.
- [50] Kächele, P.: Einsatz von Faserverbundwerkstoffen im Flugzeugbau – Stand, Erfahrung und Möglichkeiten. Tagungsband 7. Nationales SAMPE Symposium 2001, SAMPE Deutschland (2001), IV2 S. 1-14.
- [51] Offringa, A.R.: Thermoplastic Composites in Aerospace - Proven Through Cost -Effective Processing. Proceedings of the 41th International ICAC, The Albert Hall, Nottingham, England, 6.-7.09.1995, S. 161-169.
- [52] Cogswell, F.N.: Thermoplastic Aromatic Polymer Composites. Oxford: Butterworth-Heinemann Ltd. 1992.

- [53] Denault, J., Vu-Khanh, T.: Fiber/Matrix interaction in Carbon /PEEK composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, Vol. 6 (1993), July, S.190-204.
- [54] Iaconis, J. M.: Process variables evaluation of PEEK APC-2 thermoplastic matrix composite. *Proceedings of the 32nd International SAMPE Symposium, SAMPE USA (1987)*, S. 104-115.
- [55] Müller, R.: Einführung in die Hochtemperaturthermoplaste Produkte, Anforderungsprofile, Verarbeitungsmöglichkeiten. *VDI-Tagung: Hochtemperaturthermoplaste in der Anwendung, 15-16.09.1998 Wiesloch Deutschland*, S. 1-12.
- [56] Werner, P., Napientek, K.: Compounds and Blends Made to Measure. *Kunststoffe*, 92 (2002), Nr. 1, S. 10.
- [57] Lee, W.I., Springer, G.S.: A model of the manufacturing process of thermoplastic matrix composites. *Journal of Composite Materials*, Vol. 21 (1987), November, S. 1017-1055.
- [58] Colton, J., Muzzy, J., Birger, S., Yang, H., Norpoth, L.: Processing parameters for consolidating PEEK/Carbon fiber (APC-2) composites. *Polymer Composites*, Vol. 13 (1992), No. 6 (December), S.421-426.
- [59] Oberbach, K.: *Kunststoff-Taschenbuch*. 26. Aufl., München/Wien: Carl Hanser Verlag 1995, S. 459-485.
- [60] D'Arcy, H.: *Les Fontaines Publiques de la ville de Dijon; Exposition et Application des principes a suivre des formules a employer dans les questions de distribution d'eau*, Paris: Dalmont Victor 1856, S. 559- 614.
- [61] Mayer, C., Wöginger, A., Walrave, A., Krey, J.: Entwicklung einer innovativen Fertigungstechnik - Thermodynamisch, rheologische Analyse der kontinuierlichen Halbzeugherstellung mit Doppelbandpressen. *Tagungsband Werkstoffwoche 98*, W. J. Muster, J. Ziebs, R. Link (Ed.), München, 12-15.10.1998, Wiley-VCH, Weinheim (1998), S. 349-356.
- [62] Gibson, A.G., Manson, J.-A.: Impregnation technology for thermoplastic matrix composites. *Composites manufacturing*, Vol. 3 (1992), No. 4, S. 223-233.
- [63] Formann, L., Fideu, P., Ziegmann, G.: Aspects in Simulation and Impregnation Processes of Fibre Reinforced Thermoplastics. *Proceedings of the 23rd International SAMPE Europe Conference, SAMPE Europe (2002)*, S. 435-443.

- [64] Mayer, C.: Prozeßanalyse und Modellbildung zur Herstellung gewebeverstärkter, thermoplastischer Halbzeuge. Institut für Verbundwerkstoffe (IVW-Schriftenreihe Band 5), Dissertation Universität Kaiserslautern 2000.
- [65] Aström, B. T., Pipes, R. B.: A modelling approach to thermoplastic pultrusion I: Formation of models. *Polymer Composites*, Vol. 14 (1993), No. 3, S. 173-183.
- [66] Rauwendall, C.: *Polymer Extrusion*, München/Stuttgart: Carl Hanser Verlag 1990.
- [67] VDMA e.V. Fachgemeinschaft Gummi- und Kunststoffmaschinen: *Rheologie II, Teil 4 Kenndaten für die Verarbeitung thermoplastischer Kunststoffe*. München/Wien: Carl Hanser Verlag 1986, S. 34.
- [68] Connor, M., Toll, S., Manson, J.-A. E.: On surface energy effects in composite impregnation and consolidation. *Composites manufacturing*, Vol. 6 (1995), No. 3-4, S. 289-295.
- [69] Aström, B.T., Pipes, R.B.: A modelling approach to thermoplastic pultrusion. II: Verification of models. *Polymer Composites*, Vol. 14 (1993), No. 3, S. 184-194.
- [70] Dothagen R.: Large tow carbon – Eine Herausforderung an das textile Halbzeug. 7. Nationales SAMPE Symposium 2001, SAMPE Deutschland (2001), I2 S. 1-12.
- [71] Rückert, C., Pearce, S., Avila-Dominguez, R., Bergerat, J. M., Garcin, J. L., Rubio-Garcia, L., Bertin, P.: Thermoplastic Processing at Airbus - Realized and Future Approches. *Proceedings of the 34th International SAMPE Technical Conference, SAMPE USA (2002)*.
- [72] L. Clements: A brief look at composite materials in Airbus commercial aircraft. *High Performance Composites*, Vol. 7 (1999), No. 2, S. 32-36.
- [73] Hogg, P.J., Ahmadnia, A., Guild, F. J.: The mechanical properties of non-crimped fabric-based composites. *Composites*, Vol. 24 (1993), No. 5, S. 423-432.
- [74] Hörsting, K., Huster, M.: Maßgeschneiderte Verstärkungstextilien für Verbundwerkstoffe. *Aachener Textiltagung, 25.11.-26.11.1998 Aachen Deutschland, DWI Reports*, S. 190-201.

- [75] Eule, A., Braches, E.: Effects of special sizes in carbon fibre reinforced thermoplastics. Proceedings of the 12th International European Chapter Conference of SAMPE Advanced Materials : Cost effectiveness, Quality control, health and environment, SAMPE Europe (1991), S.108-120.
- [76] Weiß, R.: Entwicklung von C-faserverstärkten Thermoplasten - Herstellungstechnologie und mechanisches Verhalten. In Hochleistungsverbundwerkstoffe für neue Systeme, Essen: Vulkanverlag 1993, S. 74-85.
- [77] [www.tenax-fibers.com](http://www.tenax-fibers.com), Internetversion vom 07.08.2002
- [78] Fitzer, E., Jäger, H.: Die Verstärkung der Thermoplaste Polycarbonat und Polysulfon mit Carbonfasern: Herstellung und Eigenschaften der UD-Verbundkörper. Tagungsband 20. Öffentliche Jahrestagung der Arbeitsgemeinschaft verstärkte Kunststoffe e.V. - Internationale Tagung über verstärkte Kunststoffe, 01-03.10.1985 Freudenstadt Deutschland, S. 38 1-15.
- [79] Tang, L., Kardos, J.L.: A Review of Methods for Improving the interfacial adhesion between Carbon Fiber and Polymer Matrix. Polymer Composites, Vol. 18 (1997), No.1, S. 100-113.
- [80] Lenferink, R. G.: Method for preparing a fabric substantially consisting of carbon fibres. EP 0928804 A1, 16.10.1998.
- [81] Rosso, P., Friedrich, K.: Characterisation of different carbon fibre surface treatments and their effects on interfacial failure behaviour of vinyl ester hybrid model composites. Plastics, Rubber and Composites, Vol. 31 (2002), No. 3, S. 134-141.
- [82] Bechthold, G.: Pultrusion von geflochtenen und axial verstärkten Thermoplast-Halbzeugen und deren zerstörungsfreie Porengehaltsbestimmung. Institut für Verbundwerkstoffe (IVW-Schriftenreihe Band 8), Dissertation Universität Kaiserslautern 2000, S. 54-85.
- [83] Ehlers, C.: Beitrag zur Qualitätssicherung bei der Verarbeitung kontinuierlich faserverstärkter Thermoplaste. Fortschrittberichte VDI 2-463, Düsseldorf: VDI-Verlag 1997, S. 123.

- [84] Corrigan, E., Leach, D., McDaniels, T.: The influence of processing conditions on the properties of PEEK matrix composites. In 'Materials and Processing-Move into the 90's' Benson, S., Cook, T., Trewin, E., Turner, R. M.. Amsterdam: Elsevier Science Publishers B.V. 1989, S. 121-131.
- [85] Pantelakis, Sp., Baxevas, E., Spelz U.: An automated technique for manufacturing thermoplastic stringers in continuous length. *Composite Structures*, (1993), No. 26, S. 115-121.
- [86] Spelz, U., Schulze, V.: Intervall-Heißpreßverfahren: Faserverstärkte Profile kostengünstig herstellen. *Kunststoffe*, 85 (1995), No. 5, S. 665-668.
- [87] Mayer, C., Wang, X., Neitzel, M.: Macro- and micro-impregnation phenomena in continuous manufacturing of fabric reinforced thermoplastic composites. *Composites Part A*, 29A (1998), S. 783-793.
- [88] Shang-Lin, G., Jang-Kyo, K.: Cooling rate influences in carbon fibre/PEEK composites Part I Crystallinity and interface adhesion. *Composites Part A: applied science and manufacturing*, Vol. 31 (2000), S. 517-530.
- [89] Lee, W.I., Talbott, F.T., Springer, S., Berglund, L.A.: Effects of cooling rate on the crystallinity and mechanical properties of thermoplastic composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Vol. 6 (1987), January, S. 2-13.
- [90] Kempe, G., Krauss, H.: Processing and mechanical properties of fiber-reinforced polyetheretherketone (PEEK). ICAS 84-3.1.1, (1984), S. 91-98.
- [91] Measuria, U., Cogswell, F.N.: Thermoplastic composites in woven fabric form. *IMechE* (1986), S. 1-6.
- [92] Stolze, R.: Imprägnierverfahren für aramid- und kohlenstofffaserverstärkte Thermoplaste. *Kunststoffe*, 78 (1988), No. 2, S. 126-131.
- [93] Trende, A.: Thermal Issues in Thermoplastic Composites Manufacturing. Department of Aeronautics, Dissertation Kungl Tekniska Högskolan (Royal Institute of Technology) 1999, S. 10.
- [94] VDI-Wärmeatlas Berechnungsblätter für den Wärmeübergang. Düsseldorf: VDI-Verlag 1997, Ed 1 – Ed 20.
- [95] Roetzel, W.: Wärmeübertragung. Vorlesungsskript Universität der Bundeswehr Hamburg 1997, S. 36-41.

- 
- [96] Padaki, S.; Drzal, L.T.: A consolidation model for Polymer powder impregnated tapes. *Journal of Composite Materials*, Vol. 31 (1997), No. 21, S. 2202-2227.
- [97] Baehr, H. D., Stephan, K.: *Wärme- und Stoffübertragung*. 3. Auflage, Berlin/Heidelberg: Springer Verlag 1998, S. 217-218.
- [98] Nowacki, J.: Prozessanalyse des Umformens und Fügens in einem Schritt von gewebeverstärkten Thermoplasten. Institut für Verbundwerkstoffe (IVW-Schriftenreihe Band 24), Dissertation Universität Kaiserslautern 2001, S. 59-60.
- [99] Halpin, J., Tsai, S.W.: *Effects of Environmental Factors on Composite Materials*. Air Force Materials Lab – Technical Report 67-423, Department of Defense, USA (1969).
- [100] Trende, A., Aström, B.T., Wöginger, A., Mayer, C., Neitzel, M.: Modelling of heat transfer in thermoplastic composites manufacturing: double-belt press lamination. *Composites: Part A*, Vol. 30 (1999), S. 935-943.
- [101] Pankoke, W.: *Continuous Press Technology*. Die Bibliothek der Technik Bd. 145, Landsberg/Lech: Verlag Moderne Industrie 1997, S. 24.