# Oberflächenqualität von Mehrschichtlaminaten aus unidirektional kohlenstofffaserverstärktem Polycarbonat

Dem Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik

der Rheinland-Pfälzischen Technischen Universität Kaiserslautern Landau

zur Verleihung des akademischen Grades

## Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigte

## Dissertation

von

M.Sc. Marc Oliver Voltz

## aus Saarbrücken

## 2024

Tag der mündlichen Prüfung:	19. Juni 2024
Prüfungsvorsitzender:	Prof. DrIng. Thomas Neumeyer
1. Berichterstatter:	Prof. DrIng. Peter Mitschang
2. Berichterstatter:	Prof. DrIng. Dietmar Drummer
Dekan:	Prof. Dr. rer nat. Roland Ulber

Für alle, die sich selbst wachsen sehen wollen.

# Vorwort

Diese Arbeit entstand in den Jahren 2018 bis 2024 während meiner Zeit als Anwendungsentwicklungsingenieur bei der Covestro Deutschland AG als externe Promotion in Kooperation mit dem Leibniz-Institut für Verbundwerkstoffe GmbH.

Ich danke meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing. Peter Mitschang für die Begutachtung meiner Arbeit und seine exzellente fachliche und wissenschaftliche Betreuung. Trotz der räumlichen Distanz zum Institut sowie der pandemiebedingten Widrigkeiten fühlte ich mich jederzeit unterstützt und ermutigt meine Untersuchungen voranzutreiben. Auch danke ich Prof. Dr.-Ing. Dietmar Drummer vom Lehrstuhl für Kunststofftechnik der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg für die Begutachtung der Arbeit sowie seine hilfreichen Anregungen, die zur Schärfung wichtiger Kernaussagen beigetragen haben. Prof. Dr.-Ing. Thomas Neumeyer danke ich für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Meinen Kolleginnen und Kollegen der Covestro Deutschland AG danke ich für die gute Zusammenarbeit und Unterstützung. Mein herzlichster Dank gilt Dr.-Ing. Olaf Zöllner, der mir als Mentor und Sparringspartner die optimale Kombination zwischen Freiheit meiner Forschung und der Einbindung in aktuelle Entwicklungs- und Kundenprojekte ermöglichte, wodurch ich stets ein Augenmerk auf industriell relevante Fragestellungen legen konnte. Auch dem von ihm gemeinsam mit Dr.-Ing. Christian Wilms und Dr.-Ing. Matthias Knaupp gebildeten Steuerungskomitee danke ich für unzählige wissenschaftlich-technische Diskussionen, die mich maßgeblich voran gebracht haben.

Besonders möchte ich mich auch bei meiner Abteilung Advanced Injection Molding bedanken. Mit Rainer Protte, Sven Schlecht, Anje Lapacz, Thorsten Schulz, Sebastian Zoppe und Michael Roppel (als assoziiertes Mitglied) konnte ich in einem tollen Team arbeiten, das sowohl innerhalb als auch außerhalb der Firma jederzeit gut harmonierte.

Gemeinsam mit Sven Schlecht durfte ich an den Themen Verarbeitungstechnik, Verfahrensentwicklung und -optimierung arbeiten. Dabei haben wir vom Wissen des jeweils anderen profitiert und gelernt, uns gemeinsam neuen Herausforderungen gestellt, zahlreiche Konzepte in teils abenteuerlichen Whiteboardmalereien erarbeitet und umgesetzt. Dafür und für die dabei entstandene Freundschaft bin ich sehr dankbar.

Auch den anderen Kolleginnen und Kollegen der Abteilung Application Development und dem Maezio-Team danke ich für die vielen Diskussionen, die Unterstützung bei Simulation, Datenauswertung und Materialbeschaffung, die gemeinsamen Mittagsund Kaffeepausen und die allgemein gute Zusammenarbeit. Zu nennen sind hier besonders Pascal Brandt, Felix Baudach, Liang Xin, Christoph Bontenackels, Oliver Schulz, Arne Böttcher, Florian Dorin, Dr. Gernot Hochleitner und Jens Krümpel.

Dass Büro und guter Kaffee sich nicht ausschließen konnte die Kaffeerunde bestehend aus Pascal Brandt, Liang Xin, Sven Schlecht und Felix Baudach eindrucksvoll unter Beweis stellen. Die kurzen Pausen sowohl mit fachlichen als auch absolut fachfremden Gesprächen waren immer wieder hilfreich, um etwas durchzuatmen und dann mit voller Kraft weiterzumachen.

Die Unterstützung der Mitarbeiter des Verarbeitungstechnikums hat meine Versuche erst möglich gemacht. Insbesondere sind hier Marius Rogowski und Matthias Heppekausen hervorzuheben, die sich durch ihre fachliche Kompetenz und Lernbereitschaft, ihr Engagement, ihre Geduld, Entspanntheit und freundliche Art als extreme Bereicherung gezeigt haben. Michael Delbeck und Moritz Schäfer vom Surface Technology Lab danke ich für die Untersuchungen bis ins kleinste optische Detail, Jan Weilert und Lars Stellmacher vom Rheologielabor für ihre umfassende Unterstützung bei rheologischen Messungen und den Diskussionen über das physikalische Fundament meiner Modellierungen. Hierbei gilt mein Dank auch Frau Dr.-Ing Natalie Rudolph von der NETZ-SCH-Gerätebau GmbH, deren hilfreiche Anregungen zum Gelingen der Modellierung beigetragen haben. Frau Dr. Karin Kloiber von der Competence Center CHASE GmbH danke ich für ihre Unterstützung bei der Schliffbildauswertung.

Der abschließende und größte Dank gebührt meiner Familie. Meine Eltern Claudia und Michael haben mir von Anfang an den Weg für eine freie Entwicklung geebnet und in allen Lebenslagen mit Rat und Tat unterstützt. Meine Schwester Sarah hat im Lektorat mit ihrem spitzen Rotstift dazu beigetragen, dass meine Gedankengänge in dieser Arbeit lesbar und verständlich blieben. Meiner Freundin Marie danke ich von Herzen für ihre unermüdliche Unterstützung, die aufbauenden Worte und das Mitfiebern in dieser aufregenden Zeit.

Leichlingen (Rheinland), Oktober 2024

Marc Oliver Voltz

# Inhaltsverzeichnis

Verzeichnis verwendeter Abkürzungen IV					
Ve	Verzeichnis verwendeter FormelzeichenVI				
Ku	rzfas	sung .		IX	
Ab	strac	:t		X	
1	Einl	eitung und Zielsetzung1			
	1.1	Motiva	ation	1	
	1.2	Zielse	etzung und Aufbau der Arbeit	2	
2	Star	nd der	Technik	3	
	2.1	Unidir	ektional kontinuierlich faserverstärkte Thermoplaste	3	
	2.2	Amor	phe Thermoplaste	5	
		2.2.1	Zustandsbereiche amorpher Thermoplaste	5	
		2.2.2	Schwindungsverhalten amorpher Thermoplaste	6	
		2.2.3	Zeit-Temperatur-Superposition	9	
	2.3	Variot	thermer Thermoformprozess für thermoplastische FKV	10	
		2.3.1	Prozessüberblick Thermoformen	10	
		2.3.2	Presswerkzeuge und deren Temperaturführung	12	
	2.4	1 Oberflächenausprägung bei kontinuierlich faserverstärkten FKV		16	
		2.4.1	Geometrische Oberflächeneigenschaften	16	
		2.4.2	Faserdurchzeichnung auf Oberflächen von FKV	19	
		2.4.3	Charakterisierung der Laminatoberfläche	22	
		2.4.4	Modellierung der Entstehung von Faserdurchzeichnung	24	
		2.4.5	Materialseitige Ansätze zur Optimierung der		
			Faserdurchzeichnung	27	
		2.4.6	Zusammenfassende Bewertung der Forschung zur	20	
2	N/-+-	ovialis.	Obernachenauspragung konunulerlich faserverstarkter FKV		
3		terialien & wiethoden			
	3.1	iviaterialien und Anlagentechnik			

		3.1.1	Verwendete Laminate	32
		3.1.2	Anlagentechnik und Werkzeuge	33
	3.2	Versu	chsplanung und -durchführung	36
		3.2.1	Versuchsablauf	36
		3.2.2	Untersuchte Prozessparameter und statistische	
			Versuchsplanung	37
	3.3	Oberf	lächenanalyse und -auswertung	42
		3.3.1	Messmethode und Ermittlung der relevanten Auflösung	42
		3.3.2	Datenanalyse und Ableitung von Oberflächenkennwerten	45
		3.3.3	Evaluation der Aussagekraft der Oberflächenkennzahlen	47
		3.3.4	Referenzoberflächen	52
	3.4	Analy	se der Faser-Matrix-Verteilung	54
4	Einf	luss v	von Prozessparametern und Laminataufbau auf die	
	Obe	erflächenqualität		
	4.1	Einflu	ss von Prozessparametern auf die Oberflächenqualität	59
		4.1.1	Effekte auf die flächenhafte mittlere quadratische Höhe Sq	59
		4.1.2	Effekte auf die flächenhafte maximale Höhe Sz	64
		4.1.3	Effekte auf die flächenhafte Kurtosis S <sub>ku</sub>	68
		4.1.4	Effekte auf die linearen mittleren quadratischen Höhen $R_{q0^\circ}$ und	
			R <sub>q 90°</sub>	71
		4.1.5	Zusammenfassung der beobachteten Effekte der	
			Prozessparameter	75
	4.2	Einflu	ss des Laminataufbaus auf die Oberflächenqualität	76
5	Mod	lellieru	ng der Oberflächenausprägung in Abhängigkeit des pvT-	
	Verł	naltens	5	79
	5.1	Mode	llansatz	79
	5.2	Temp	eratur- und Druckverlauf im Thermoformprozess	80
	5.3	pvT-V	erhalten in Abhängigkeit der Prozessführung	85
		5.3.1	Bestimmung des pvT-Verhaltens des Matrixpolymers	85

Inhaltsverzeichnis

		5.3.2	Kühlratenabhängigkeit des pvT-Verlaufs	89
		5.3.3	Betrachtung des pvT-Verlaufs im Laminat	94
	5.4	Schw	indungspotenzial und Korrelation mit Oberflächenkenngrößen	96
		5.4.1	Ermittlung des Schwindungspotenzials und Sensitivitätsanaly	yse96
		5.4.2	Korrelation von Schwindungspotenzial und Oberflächenkenngrößen	100
	5.5	Zusar	nmenfassung der Modellierungsergebnisse	103
6	Opti	Optimierung der Oberflächenqualität in der industriellen Praxis		
	6.1	Proze	essoptimierung	105
		6.1.1	Numerische Parameteroptimierung	105
		6.1.2	Iterative Parameteroptimierung	113
	6.2	Mater	ialseitige Optimierungsansätze	115
7	Zusa	ammei	nfassung	117
8	Lite	ratur		120
9	Anh	nhang128		
	9.1	Simul	ationsmodell des Temperaturverlaufs im Laminat	128
	9.2	Berec	chnung des idealisierten Startdrucks zur Messfehlerkompensa	tion 129
	9.3	Mess spezif	unsicherheit und Fehlerfortpflanzung zur Berechnung fischen Volumens	des 131
Pu	blikat	tionen		133
Le	bensl	auf		134

Kurzform	Beschreibung	
ABS	AcryInitril-Butadien-Styrol	
ASA	AcryInitril-Styrol-Acrylat	
В	Breite	
BIN	Binärisierung	
D	Dicke	
DI	Desirability Index	
DIN	Deutsches Institut für Normung e.V.	
DSC	Differential Scanning Calometry	
EN	Europäische Norm	
FDZ	Faserdurchzeichnung	
FIL	Filamentdetektion	
FKV	Faser-Kunststoff-Verbund	
FPT	Fiber print through	
FVG	Faservolumengehalt	
GPS	Geometrische Produktspezifikation	
IR	Infrarot	
ISO	International Organization for Standardization (Internationale Standardisierungsorganisation)	
KI	Konfidenzintervall	
L	Länge	
LKD	Laminat-Kavität-Dickenverhältnis	
LPA	Low-Profile-Additive	
PA	Polyamid	
PAN	PolyacryInitril	
PBT	Polybutylenterephthalat	
PC	Polycarbonat	
PEEK	Polyetheretherketon	
PEKK	Polyetherketonketon	
PES	Polyethersulfon	
PMMA	Polymethylmethacrylat	
PP	Polypropylen	
PPS	Polyphenylensulfon	
ROI	Region of Interest	

# Verzeichnis verwendeter Abkürzungen

RSM	Response Surface Methode
RTM	Resin-Transfer-Molding
SAN	Styrol-Acryl-Nitril
SGM	Spritzgießmaschine
UD	unidirektional
WLF	Williams, Landel, Ferry
WLP	Weißlichtprofilometer
WZ	Werkzeug
ZTS	Zeit-Temperatur-Superposition

Formelzeichen	Einheit	Beschreibung
А	mm <sup>2</sup>	Gesamtmessfläche
a⊤	-	Relaxationszeitverhältnis
b <sub>1s</sub> (p)	m <sup>3</sup> ·kg <sup>-1</sup>	druckabhängiger Achsenabschnitt der vT-Linie im Festkörperbereich
b <sub>1s,i</sub>	m <sup>3</sup> ·kg⁻¹	Achsenabschnitt von b1s(p)
b <sub>1s,s</sub>	m³·(kg·bar)⁻¹	Steigung von b1s(p)
b <sub>1m</sub> (p)	m <sup>3</sup> ·kg <sup>-1</sup>	druckabhängiger Achsenabschnitt der vT-Linie im Schmelzebereich
b <sub>2s</sub> (p)	m <sup>3.</sup> (kg·°C)⁻¹	druckabhangige Steigung der vI-Linie im Fest- körperbereich
b <sub>2m</sub> (p)	m <sup>3.</sup> (kg·°C)⁻¹	Schmelzebereich
<b>b</b> 5	°C	Glasübergangstemperatur bei p = 0
<b>b</b> <sub>6</sub>	°C / bar	Druckabhängige Steigung der Einfrierlinie
bw	J·(K·m²·s <sup>0,5</sup> )⁻¹	Wärmeeindringfähigkeit des Presswerkzeugs
b∟	J·(K·m²·s <sup>0,5</sup> )⁻¹	Wärmeeindringfähigkeit des Laminats
С	J∙(kg⋅K)⁻¹	spezifische Wärmekapazität
C <sub>1</sub>	K <sup>-1</sup>	WLF-Konstante 1
C1	bar / °C	Fittingparameter für Startdruck
C <sub>2</sub>	К	WLF-Konstante 2
C <sub>2</sub>	bar / kN	Fittingparameter für Startdruck
<b>C</b> <sub>3</sub>	bar	Fittingparameter für Startdruck
d	μm	Abstand zweier Strukturelemente
dκ	mm	Nennmaß des Kavitätsspalts
d∟	mm	Laminatdicke
Fs	kN	Schließkraft
I	m	Betrachtungsabstand
l <sub>m</sub>	mm	Messlänge
log(a⊤)	-	Verschiebungsfaktor WLF-Gleichung
р	bar	Druck
p(T <sub>W</sub> ,F <sub>s</sub> )	bar	Druck in Abhängigkeit von Werkzeugtemperatur und Schließkraft
R <sup>2</sup>	-	Bestimmtheitsmaß
$\overline{R}^2$	-	adjustiertes Bestimmtheitsmaß
Ra	μm	arithmetische Mittelwertabweichung des Rau- heitsprofils

# Verzeichnis verwendeter Formelzeichen

R <sub>ku</sub>	-	Kurtosis des Rauheitsprofils
Rq	μm	lineare mittlere quadratische Höhe des Rauheits- profils
R <sub>q θ</sub>	μm	gemittelte lineare mittlere quadratische Höhe senkrecht zur Laminatrichtung im Winkel θ
R <sub>sk</sub>	-	Schiefe des Rauheitsprofils
Rt	μm	Gesamthöhe des Rauheitsprofils (Messstrecke)
Rz	μm	maximale Höhe des Rauheitsprofils
Sa	μm	flächenhafte mittlere arithmetische Höhe
S <sub>ku</sub>	-	Kurtosis des flächenhaften Profils
Sq	μm	flächenhafte mittlere quadratische Höhe
Sz	μm	flächenhafte maximale Höhe
tн	S	Haltezeit im warmen Werkzeug
Ť	K/s	Kühlrate im Prozess
† <sub>рvT</sub>	K / s	Kühlrate bei der pvT-Messung
T <sub>F</sub>	°C	Fließtemperatur
Tg	°C	Glasübergangstemperatur
T <sub>g</sub> (p)	°C	druckabhängige Glasübergangstemperatur
T <sub>g</sub> (p,†)	°C	druck- und kühlratenabhängige Glasübergangs- temperatur
$T_{g(l)}$	°C	Glasubergangstemperatur bei langsamer Abkuh- lung
$T_{g(s)}$	°C	Glasübergangstemperatur bei schneller Abküh- lung
T <sub>g</sub> (†)	°C	kühlratenabhängige Glasübergangstemperatur
$\Delta T_g(\dot{T})$	°C	kühlratenabhängige Verschiebung der Glasüber- gangstemperatur
TL	°C	Laminatvorheiztemperatur
T <sub>NF</sub>	°C	No-Flow Temperatur
Tr	°C	Referenztemperatur WLF-Gleichung
Tw	°C	Werkzeugtemperatur
T <sub>W</sub> (t)	°C	Zeitlicher Verlauf der Werkzeugtemperatur im Verarbeitungsprozess
T <sub>W,E</sub>	°C	Entformungstemperatur
Тw,к	°C	Kühltemperatur des Werkzeugs
T <sub>Wmax</sub>	°C	Kontakttemperatur
T <sub>W,S</sub>	°C	Starttemperatur des Werkzeugs
u(p)	bar	Gesamtunsicherheit der Angabe des Prozess- drucks
u(T)	К	Gesamtunsicherheit der Angabe der Werkzeug- temperatur

u(v)	m <sup>3</sup> ·kg⁻¹	Gesamtunsicherheit der Angabe des spezifischen Volumens
u(v) <sub>95%</sub>	m <sup>3</sup> ·kg <sup>-1</sup>	95%-Konfidenzintervall der Gesamtunsicherheit der Angabe des spezifischen Volumens
v	m <sup>3</sup> ·kg⁻¹	spezifisches Volumen
v(p,T)	m <sup>3</sup> ·kg <sup>-1</sup>	druck- und temperaturabhängiges spezifisches Volumen
Vf	m <sup>3</sup> ·kg⁻¹	freies Volumen
VI	m <sup>3</sup> ·kg⁻¹	Leerstellenvolumen
V <sub>occ</sub>	m <sup>3</sup> ·kg⁻¹	besetztes Volumen
V <sub>ref</sub>	m <sup>3</sup> ·kg⁻¹	Referenzwert des spezifischen Volumens bei langsamer Abkühlung unter 1 bar Druck
Vs	m <sup>3</sup> ·kg⁻¹	Schwingungsausdehnungsvolumen
V <sub>Tg</sub>	m <sup>3</sup> ·kg <sup>-1</sup>	spezifisches Volumen bei der Glasübergangstemperatur
Δv	m <sup>3.</sup> kg <sup>-1</sup>	Differenz spezifischer Volumina
Wa	μm	arithmetische Mittelwertabweichung des Wellig- keitsprofils
Wq	μm	quadratische Mittelwertabweichung des Wellig- keitsprofils
Wt	μm	Gesamthöhe des Welligkeitsprofils (Messstrecke)
Wz	μm	maximale Höhe des Welligkeitsprofils
W <sub>z25</sub>	μm	über 5 x 5 Messfelder gemittelter Wert von $W_z$
х	mm	Koordinate der Oberflächentopogrpahie
У	mm	Koordinate der Oberflächentopogrpahie
Z	μm	Höhenwert der Oberflächentopographie
$\alpha_{th}$	1 / K	Wärmeausdehnungskoeffizient
$\Delta \alpha_{th}$	1 / K	Differenz der Wärmeausdehnungskoeffizienten von Fasern und Matrix
α <sub>m</sub>	1 / K	Wärmeausdehnungskoeffizient der Matrix
α <sub>r</sub>	1 / K	Wärmeausdehnungskoeffizient der Fasern
Δφ	ı	Winkelauflösungsvermögen des menschlichen Auges
σ <sub>FVG</sub>	-	Standardabweichung des lokalen Faservolumen- gehaltes
ρ	kg∙m³	Dichte
θ	0	Faserorientierung der Einzellagen
т	-	Relaxationszeit
λ	W·(m·K)⁻¹	Wärmeleitfähigkeit

# Kurzfassung

Die Oberflächenausprägung von thermogeformten, kontinuierlich faserverstärkten thermoplastischen Mehrschichtlaminaten wird maßgeblich durch die Faserdurchzeichnung (FDZ) bestimmt – ein Abzeichnen der Faserstruktur auf der Bauteiloberfläche aufgrund des unterschiedlichen Ausdehnungsverhaltens von Fasern und Matrix, welches ästhetische oder funktionale Beeinträchtigungen verursachen kann. Diese Arbeit untersucht Einflüsse von Material und Prozess auf die FDZ bei unidirektional kohlenstofffaserverstärktem Polycarbonat und liefert Empfehlungen für die Prozessoptimierung zur wirtschaftlichen Herstellung ästhetisch ansprechender Bauteile mit geringem Nachbearbeitungsaufwand. Die entwickelte Mess- und Analysemethode berücksichtigt die aperiodische Struktur der FDZ und identifiziert Oberflächenkennzahlen zur Bewertung. Die Untersuchung des variothermen Thermoformprozesses zeigt, dass Werkzeugtemperatur, Schließkraft und Haltezeit den größten Einfluss auf die FDZ haben. Interaktionseffekte dieser und weiterer Prozessparameter sowie die Homogenität der Faser-Matrix-Verteilung beeinflussen die FDZ ebenfalls. Ein theoretisches Modell, das Matrixschwindung anhand des pvT-Verhaltens betrachtet, zeigt gute Korrelationen mit den Oberflächenkennzahlen. Basierend auf den Ergebnissen werden Ansätze zur Optimierung der Oberflächenqualität auf Prozess- und Materialseite vorgestellt.

# Abstract

The surface appearance of thermoformed, continuous fiber-reinforced thermoplastic multi-layer laminates is significantly influenced by fiber print through (FPT) – a marking of the fiber structure on the component surface due to differences in the expansion behavior of fibers and matrix, which can cause aesthetic or functional impairments. This work investigates the influences of material and process on FPT of unidirectional carbon fiber-reinforced polycarbonate and provides recommendations for process optimization for the economical production of aesthetically pleasing components with low post-processing efforts. The measurement and analysis method developed takes into account the aperiodic structure of FPT and identifies surface key figures for evaluation. The investigation of the variothermal thermoforming process shows that mold temperature, clamping force and holding time have the greatest influence on FPT. Interaction effects of these and other process parameters as well as the homogeneity of the fibermatrix distribution also influence FPT. A theoretical model that considers the matrix shrinkage matrix based on the pvT behavior shows good correlations with the surface key figures. Based on these results, approaches for optimizing the surface quality considering process and material are presented.

# 1 Einleitung und Zielsetzung

#### 1.1 Motivation

Die Bundesregierung der Bundesrepublik Deutschland hat am 26. Juli 2023 die sog. Leichtbaustrategie beschlossen. Durch Leichtbau soll mithilfe innovativer Konstruktionsweisen, Fertigungstechnologien oder Materialien eine Senkung des primären Rohstoffverbrauchs erzielt werden. Dies geschieht einerseits unmittelbar durch den verringerten Materialeinsatz zur Herstellung von Produkten, andererseits mittelbar durch die Reduktion von Energieeinsatz und Emissionen in der Nutzungsphase, beispielsweise bei Fahrzeugen. Bei der Strategie handelt es sich um eine Maßnahme zur Umsetzung des "European Green Deal", der Wachstumsstrategie der Europäischen Union mit dem Ziel der Transformation zu einer gerechten und wohlhabenden Gesellschaft mit einer wettbewerbsfähigen Wirtschaft. [1–3]

Für konstruktiven Leichtbau stellen Faser-Kunststoff-Verbunde (FKV) eine wichtige Materialklasse dar. Sie weisen hohe spezifische Eigenschaften auf und bieten durch die Möglichkeit der lastgerechten Einbringung der Faserstruktur, insbesondere bei unidirektionalen (UD) Faserverstärkungen, ein sehr hohes Leichtbaupotenzial. Neben den noch stärker vorherrschenden duroplastischen FKV rücken zunehmend thermoplastische Matrizes in den Fokus. Diese weisen unter anderem ein erhöhtes Nachhaltigkeitspotenzial durch bessere Rezyklierbarkeit auf und stellen daher eine aufstrebende Materialklasse dar. Ein wichtiges Herstellungsverfahren für Bauteile aus kontinuierlich faserverstärkten FKV mit thermoplastischer Matrix im industriellen Maßstab ist das Thermoformen. Durch die Verwendung von flächigen, vorkonsolidierten Laminaten als Halbzeuge können so im Vergleich zu Verfahren wie der Fertigung im Autoklaven kurze Zykluszeiten und damit große Produktionsmengen realisiert werden. [4]

Beim Thermoformen wird dem Laminat ein Temperatur-Zeit-Druck-Profil aufgeprägt, welches im Zusammenspiel mit der Laminatzusammensetzung zur Ausprägung der sog. Faserdurchzeichnung (FDZ) führt, dem Abzeichnen der Faserstruktur an der Bauteiloberfläche. Die FDZ ist als Topographie sicht- und messbar und kann je nach Anwendung eine ästhetische Störung darstellen, z. B. bei Interieur- und Exterieurteilen von Kraftfahrzeugen, oder auch die Funktion der Oberfläche beeinträchtigen, z. B. bei aus FKV hergestellten Spiegeln für Weltraumteleskope. Insbesondere bei ästhetischen Anwendungen sind Oberflächen anzustreben, wie sie auch mit einem unverstärkten Polymer erzielbar wären, um FKV und Spritzgussteile nahtlos zu integrieren.

Eine Verringerung der FDZ durch optimierte Prozessführung und angepasste Laminateigenschaften könnte den entstehenden Nachbearbeitungsaufwand, die damit verbundenen Kosten und die Umweltbelastung reduzieren, z. B. durch eine weniger komplexe Lackierung. Bei den Laminateigenschaften hat sich insbesondere die Auswahl der Matrix als wichtiger Faktor erwiesen. Amorphe Matrizes wie Polycarbonat (PC) zeigen z.B. bei gewebeverstärkten FKV eine schwächer ausgeprägte FDZ im Vergleich zu teilkristallinen, was mit ihrer geringeren Volumenschwindung erklärt wird. Da PC aufgrund der Kombination aus hoher erzielbarer Oberflächenqualität, Schlagzähigkeit und vergleichsweise hoher Wärmeformbeständigkeit auch häufig für ästhetische Spritzgussteile verwendet wird, ist es aufgrund der zuvor beschriebenen nahtlosen Integrierbarkeit ein interessanter Matrixwerkstoff. [5–11]

Insbesondere bei der Kombination aus unidirektionalen Faserverstärkungen und amorphen thermoplastischen Matrizes ist der Einfluss der Prozessparametrierung und der Laminateigenschaften auf die FDZ allerdings noch nicht hinreichend untersucht.

## 1.2 Zielsetzung und Aufbau der Arbeit

Die vorliegende Dissertationsschrift liefert einen umfassenden Überblick über die Entstehung der Oberflächenausprägung – insbesondere der Faserdurchzeichnung – von thermogeformten Mehrschichtlaminaten aus UD kohlenstofffaserverstärktem PC. Dabei werden sowohl prozess- als auch materialspezifische Größen betrachtet sowie deren Einfluss umfassend beschrieben und modelliert. Daraus wird eine Handlungsempfehlung für die praktische Prozessoptimierung zur wirtschaftlichen Herstellung von ästhetisch ansprechenden Bauteilen mit geringem Nachbearbeitungsaufwand abgeleitet.

Zunächst wird in Kapitel 2 der Stand der Technik zur Verarbeitung und der Oberflächenausprägung kontinuierlich faserverstärkter Thermoplaste erläutert sowie auf die relevanten Materialeigenschaften amorpher Thermoplaste eingegangen. In Kapitel 3 werden die Materialien und Methoden zur Untersuchung der material- und prozessseitigen Einflüsse auf die Oberflächenausprägung im Thermoformprozess vorgestellt. Kapitel 4 umfasst die Analyse der untersuchten Einflüsse der Prozessparameter und des Laminataufbaus. Anschließend erfolgt in Kapitel 5 die Modellierung der Schwindungseffekte der Kunststoffmatrix anhand des sog. pvT-Verhaltens, welche zur Oberflächenausprägung bei den betrachteten Laminaten führen. Kapitel 6 zeigt aufbauend auf den Ergebnissen der Analyse und Modellierung einige Ansätze zur Optimierung der Oberflächenqualität, insbesondere im industriellen Kontext.

# 2 Stand der Technik

#### 2.1 Unidirektional kontinuierlich faserverstärkte Thermoplaste

Als UD kontinuierlich faserverstärkte Thermoplaste bezeichnet man einen Verbund aus kontinuierlichen, in einer Richtung orientierten Fasern, die in eine Matrix aus einem thermoplastischen Polymer eingebettet sind. Als Halbzeuge liegen diese typischerweise in Form von Bändern – sog. Tapes – vor, welche mithilfe geeigneter Verfahren zu Bauteilen verarbeitet werden können. Zudem können diese Tapes in einem Zwischenschritt zu multidirektionalen Laminaten verarbeitet werden, die dann wiederum in der Bauteilherstellung verwendet werden können. Die kontinuierliche Faserverstärkung ermöglicht hohe Festigkeiten und Steifigkeiten, so dass UD verstärkte Thermoplaste bei lastgerechter Auslegung der Faserausrichtung ein hohes Leichtbaupotenzial aufweisen. Der Vorteil von UD Faserverstärkungen liegt in der optimalen Ausnutzung der Festigkeit der Fasern, welche beispielsweise bei Geweben durch die Ondulation der Fasern nicht vollständig erreicht werden kann. Die Vorteile einer thermoplastischen im Vergleich zu einer duroplastischen Matrix liegen in kürzeren Verarbeitungszeiten durch den Wegfall des Aushärtens, der nahezu unbegrenzten Lagerfähigkeit ohne Kühlung sowie in für thermoplastische Kunststoffe typischen Eigenschaften wie erhöhter Duktilität und Schlagzähigkeit. Demgegenüber liegen die allgemeinen Nachteile bei geringeren Wärmeformbeständigkeiten, typischerweise geringerer Medien- und Chemikalienbeständigkeit sowie deutlich höheren Viskositäten, welche die Imprägnierung der Faserstruktur erschweren können. [12, 13] Für Anwendungen, welche nicht auf eine hohe Temperatur-, Medien- oder Chemikalienbeständigkeit angewiesen sind, überwiegen die Vorteile der Thermoplaste diese Nachteile in der Regel.

Die als Matrix verwendeten thermoplastischen Kunststoffe reichen von Standardthermoplasten (z. B. Polypropylen (PP)) über technische Thermoplaste (z. B. PC, Polyamid (PA), Acrylnitril-Butadien-Styrol (ABS), Acrylnitril-Styrol-Acrylat (ASA), Styrol-Acryl-Nitril (SAN)) bis hin zu Hochleistungsthermoplasten (z. B. Polyetheretherketon (PEEK), Polyetherketonketon (PEKK), Polyphenylensulfon (PPS)). Bei den eingesetzten Fasern handelt es sich in der Regel um Glas- oder Kohlenstofffasern, seltener um Polymerfasern (z. B. Aramid), Naturfasern (z. B. Hanf) oder andere anorganische Fasern (z. B. Basalt). Die Durchmesser der Einzelfilamente reichen typischerweise von ca. 5 µm bei Kohlenstofffasern bis zu 24 µm bei Glasfasern (vgl. Abb. 2.1). [12–15]



Abb. 2.1: Rasterelektronenmikroskopaufnahme verschiedener Verstärkungsfasern, Abbildung aus [15]

Zur Herstellung von thermoplastischen UD-Tapes existiert eine Reihe von Verfahren, darunter solche zur Film-, Pulver-, Lösungsmittel-, Polymerfaser- und Schmelzeimprägnierung. Während die erstgenannten Verfahren eine Vorbehandlung des Polymers durch thermische, mechanische oder chemische Verfahren bedingen, kann bei der Schmelzeimprägnierung direkt auf kommerziell verfügbare Kunststoffgranulate zurückgegriffen werden, wodurch sich wirtschaftliche Vorteile ergeben können. [16]

Multidirektionale Laminate aus UD-Tapes werden durch eine Kombination aus Ablegeund Konsolidierverfahren hergestellt. Hierzu werden die Tapes entsprechend der beabsichtigten Richtung des Faserverlaufs abgelegt, gegebenenfalls vorfixiert und anschließend in einem Heißpressprozess in Plattenform gepresst. Die Anzahl der Tapelagen bestimmt dabei die Dicke des resultierenden Laminates und die Ausrichtung der Fasern führt zu einem richtungsabhängigen Festigkeits- und Steifigkeitsprofil. [12, 15]

Der Faservolumengehalt (FVG) und die Faserverteilung sind zwei wichtige Parameter, die die Eigenschaften von UD-Tapes und Laminaten maßgeblich beeinflussen. Der FVG bestimmt den Anteil der Verstärkungsfasern am Gesamtvolumen und liegt bei UD-Tapes in der Regel bei 40 – 65 %. Hierdurch werden die Festigkeit und Steifigkeit des Tapes definiert, da die Fasern die lasttragenden Strukturen darstellen. [15]

Die Faserverteilung hingegen bestimmt, wie homogen die Eigenschaften einer Tapelage über ihre Fläche ausfallen. Da es sich bei UD-Tapes idealisiert betrachtet um 2,5dimensionale Gebilde mit einem repräsentativen Querschnitt über die Lauflänge handelt, wird die Faserverteilung hier zumeist über diesen Querschnitt beurteilt. Zur Analyse der Faserverteilung wird typischerweise die Lage der Filamente im betrachteten Querschnitt anhand von Schliffbildern durch Bildanalyse ermittelt und mittels abgeleiteter Kennzahlen ausgewertet. [16–18]

#### 2.2 Amorphe Thermoplaste

#### 2.2.1 Zustandsbereiche amorpher Thermoplaste

Amorphe Thermoplaste sind polymere Makromoleküle ohne Fernordnung, also ohne regelmäßige Anordnung oder Orientierung. Modellhaft können sie als statistisches Knäuel von verschlauften Molekülketten betrachtet werden. Im Gegensatz zu teilkristallinen Thermoplasten ist diese Molekülstruktur im Festkörperzustand ähnlich ungeordnet wie in der Schmelze, sodass beim Phasenübergang keine strukturelle Änderung durchlaufen wird. Ein erstarrter amorpher Thermoplast wird daher auch als unterkühlte Schmelze und der Phasenübergang als Glasübergang bezeichnet. [19, 20]

Generell sind bei amorphen thermoplastischen Kunststoffen drei Zustandsbereiche zu unterscheiden, in welchen diese in unterschiedlichen Aggregatzuständen vorliegen: Der energie-, der entropie- und der viskoelastische Zustand (vgl. Abb. 2.2).



#### Abb. 2.2: Zustandsbereiche amorpher Thermoplaste, Abbildung aus [21]

Der energieelastische Zustand liegt im Festkörper vor. Die Makromoleküle des Polymers können hier lediglich die sog. mikrobrownschen Bewegungen ausführen, wobei es sich um lokale Wärmeschwingungen um die eigene Ruhelage sowie kurbelartige Bewegungen der Molekülsegmente handelt. Der energieelastische Zustand stellt für amorphe Thermoplaste den Anwendungsbereich dar, da diese nur hier über eine ausreichende Festigkeit und Steifigkeit verfügen. Bei Erhöhung der Temperatur erfolgt der Glasübergang und es kommt zum Erweichen des Polymers, was mit einem starken Abfall des Elastizitätsmoduls einhergeht. Der Zustand oberhalb der Glasübergangstemperatur T<sub>g</sub> wird als entropie- oder auch gummielastisch bezeichnet. Aufgrund der erhöhten Temperatur lösen sich zunehmend die Verschlaufungen der Makromoleküle auf und das Polymer geht in einen verformbaren Zustand über. Dabei verhält es sich hauptsächlich elastisch und eingebrachte Verformungen kehren sich nach Entlastung wieder um. Wird der Kunststoff nach der Verformung unter die Glasübergangstemperatur abgekühlt, friert seine Gestalt dennoch ein. Bei der Warmumformung von Halbzeugen aus amorphen Thermoplasten wird daher in der Regel der entropieelastische Zustand angestrebt, da dann zwar die Steifigkeit zur Handhabung ausreicht und die Formgebung dennoch möglich ist. Eine weitere Erhöhung der Temperatur über die Fließtemperatur T<sub>F</sub> führt schließlich zum Übergang in den viskoelastischen Bereich. Die Molekülbeweglichkeit nimmt weiter zu, die Verschlaufungen werden zunehmend aufgelöst und die Makromoleküle können gegeneinander verschoben werden. Der Kunststoff liegt nun als formbare Schmelze vor, weshalb dieser Zustandsbereich zum Urformen, beispielsweise im Spritzgussprozess, genutzt wird. [14, 19, 21, 22]

#### 2.2.2 Schwindungsverhalten amorpher Thermoplaste

Schwindung ist die Volumenabnahme von Kunststoffen bei der Verarbeitung oder im Gebrauch [19]. Als Größe zur Schwindungscharakterisierung ist das spezifische Volumen, der Kehrwert der Dichte des Materials, etabliert. Änderungen im spezifischen Volumen deuten auf eine Volumen- oder Dichteänderung des Polymers hin.

### **Theorie des freien Volumens**

Zur Erklärung von Schwindungsphänomenen, insbesondere infolge der Abkühlung und von dabei auftretenden Phasenübergängen in Polymeren wird häufig auf die Theorie des freien Volumens zurückgegriffen. Diese wurde ursprünglich von Hirschfelder et al. zur Modellierung des volumetrischen Verhaltens von Flüssigkeiten aufgestellt und führt den Begriff des freien Volumens v<sub>f</sub> als Beschreibung der molekularen Leerstellen infolge der Packungsdichte von Molekülen und deren Beweglichkeit ein [23]. Die Theorie wurde später von Hirai und Eyring aufgegriffen und für amorphe Polymere erweitert. Sie betrachteten die zeitliche Änderung verschiedener Eigenschaften von amorphen Polymeren nahe des Glasübergangs und zeigten, dass die Theorie des freien Volumens auch für diese Materialien anwendbar ist [24]. Dieser Ansatz wurde im Laufe der Zeit von weiteren Autoren weiterentwickelt.

Nach Vrentas und Duda setzt sich das spezifische Volumen eines Polymers aus dem besetzten Volumen  $v_{occ}$  und dem freien Volumen  $v_f$  zusammen. Das besetzte Volumen  $v_{occ}$  ist definiert als das spezifische Volumen bei einer Temperatur von 0 K und ist damit für ein gegebenes Polymer konstant. Das freie Volumen teilt sich wiederum auf in das Schwingungsausdehnungsvolumen  $v_s$  und das Leerstellenvolumen  $v_l$ . Das Schwingungsausdehnungsvolumen stellt die Volumenzunahme durch zunehmende Molekülschwingungen bei steigender Temperatur dar. Das Leerstellenvolumen wiederum bezeichnet das unbesetzte Volumen im Polymer, das ohne Energieeinsatz umverteilt werden kann und so Transportvorgänge innerhalb des Materials ermöglicht. Bei

Temperaturen oberhalb der Glasübergangstemperatur ist das Leerstellenvolumen groß und damit auch die Molekülbeweglichkeit, was zur einfachen Verformbarkeit führt. Bei Abkühlung nimmt das Leerstellenvolumen stark ab und friert bei der Glasübergangstemperatur ein, wodurch die Möglichkeit der Molekülbewegung stark verringert wird. Aufgrund des geringen Leerstellenvolumens ist dann eine signifikante Bewegung von Molekülsegmenten im Zeitrahmen typischer rheologischer Experimente nicht mehr möglich. Unterhalb der Glasübergangstemperatur nimmt das spezifische Volumen nur noch aufgrund der Abnahme des Schwingungsausdehnungsvolumens ab, bis dieses am absoluten Nullpunkt vollständig abgebaut wäre (vgl. Abb. 2.3). [21, 25–27]



Abb. 2.3: Zusammenhang zwischen spezifischem Volumen und Temperatur bei amorphen Thermoplasten, in Anlehnung an [21]

#### Zeitabhängigkeit

Wie zuvor erwähnt, spielt der Zeitrahmen der Beobachtung eine wichtige Rolle für die Beobachtung der Molekülbewegungen im Polymer. Die Relaxationszeit beschreibt die Geschwindigkeit der Umordnungen der einzelnen Molekülsegmente zur Herstellung eines thermodynamischen Gleichgewichtszustandes. Im Schmelzebereich liegt diese bei wenigen Sekunden und erhöht sich während der Abkühlung beim Glasübergang um mehrere Dekaden. Ausgleichsprozesse laufen dann deutlich verlangsamt ab, weshalb sich ein thermodynamisches Ungleichgewicht im eingefrorenen Polymer einstellt. Zum Abbau dieses Ungleichgewichts diffundieren die Leerstellen aus dem Polymer heraus, wodurch das spezifische Volumen abnimmt, was sich im Gebrauch als weitere Schwindung des Polymers im Zeitverlauf darstellt. Dabei handelt es sich aber aufgrund der dadurch immer geringer werdenden Molekülbeweglichkeit um einen selbst verlangsamenden Prozess, der niemals abgeschlossen werden kann. [21, 28, 29] Aus dieser Zeitabhängigkeit ergibt sich auch eine Abhängigkeit des Glasübergangs von der Abkühlgeschwindigkeit. Je schneller die Kunststoffschmelze abgekühlt wird, desto weniger Zeit bleibt für Relaxationsvorgänge. Dadurch wird der Glasübergang vom Wert bei langsamer Abkühlung  $T_{g(I)}$  zu höheren Temperaturen bei schneller Abkühlung  $T_{g(s)}$  verschoben und es wird ein höheres spezifisches Volumen, insbesondere das Leerstellenvolumen v<sub>I</sub>, eingefroren (vgl. Abb. 2.4). Aufgrund des dadurch stärker ausgeprägten Ungleichgewichts fällt die Schwindung im Zeitverlauf zur Erreichung des vom Polymer angestrebten Gleichgewichtszustandes stärker aus. [21, 30–32]



Abb. 2.4: Verschiebung der Glasübergangstemperatur anhand der Abkühlgeschwindigkeit, in Anlehnung an [21]

#### Druckabhängigkeit

Eine weitere Prozessgröße zur Beeinflussung des spezifischen Volumens und des Glasübergangs ist der Druck. Durch Erhöhung des Drucks bei Abkühlung eines Polymers kann die Molekülbeweglichkeit und damit das spezifische Volumen ebenfalls verringert werden. Unter Druckbeaufschlagung von  $p_0$  auf  $p_1$  steigt dabei die Glasübergangstemperatur  $T_g$  an, da insbesondere das freie Volumen komprimiert und dadurch früher eingefroren wird. Hierdurch verringert sich auch die Steigung der Änderung des spezifischen Volumens oberhalb der Glasübergangstemperatur (vgl. Abb. 2.5). Beim Glasübergang wird ein geringeres spezifisches Volumen eingefroren als es bei niedrigem Druck der Fall wäre. [21, 30] Beim Erhöhen des Drucks auf eine Polymerschmelze kann das Phänomen der sog. Druckverfestigung auftreten. Hierbei wird das freie Volumen in der Schmelze so stark komprimiert, dass der Glasübergang ohne eine Temperaturänderung durchschritten wird. Dies kann dazu führen, dass der gesamte Materialquerschnitt zeitgleich in den Festkörperzustand übergeht, wodurch Eigenspannungen reduziert und eine homogene Bauteilschwindung erreicht werden kann. [33–35]



Abb. 2.5: Verschiebung der Glasübergangstemperatur durch Druckerhöhung, in Anlehnung an [21] Aufgrund der Abhängigkeiten des spezifischen Volumens vom Druck p und der Temperatur T wird das Verhalten des Polymers auch als pvT-Verhalten bezeichnet [36].

#### 2.2.3 Zeit-Temperatur-Superposition

Die Zeit-Temperatur-Superposition (ZTS) ist eine Methode, die auf der Beobachtung beruht, dass Relaxationsprozesse in Polymeren bei höheren Temperaturen über kurze Zeiträume ähnlich verlaufen wie bei niedrigeren Temperaturen über lange Zeiträume. Eine Erhöhung der Temperatur ist damit äquivalent zu einer Stauchung der Zeitachse. Dadurch können beispielsweise Verläufe von Verlust- und Speichermodul bei verschiedenen Temperaturen in einem definierten Frequenzbereich gemessen und die Kurven anschließend entlang der Zeitachse so lange verschoben werden, bis sich durch Zusammensetzen eine stetige Gesamtkurve, die sog. Masterkurve, ergibt. Diese umfasst einen größeren Frequenzbereich als es bei der Messung der Fall ist und es können messtechnisch nicht darstellbare Zustandsbereiche aufgrund zu langsamer oder zu schneller Zustandsänderungen beschreiben werden (vgl. Abb. 2.6).



Abb. 2.6: Speichermodul G' von flammgeschütztem PC, Frequenzsweeps von 0,25 – 40 Hz bei verschiedenen Temperaturen (links) und durch ZTS abgeleitete Masterkurve (rechts), eigene Messung

Formal wurde dieser Zusammenhang erstmals 1955 von Williams, Landel und Ferry mit der später nach ihnen benannten WLF-Gleichung beschrieben (Gleichung (1)). Die Verschiebung der Kurven erfolgt um den sog. Shift- oder Verschiebungsfaktor  $log(a_T)$  anhand einer festgelegten Referenztemperatur  $T_r$ .  $C_1$  und  $C_2$  sind materialabhängige Konstanten, die durch Fitting der Kurvensegmente ermittelt werden können. Der Verschiebungsfaktor stellt das logarithmierte Verhältnis der Relaxationszeiten  $\tau$  bei der betrachteten Temperatur zur Referenztemperatur dar (Gleichung (2)). Der durch die WLF-Gleichung beschriebene Zusammenhang wird auch als Temperatur-Frequenz-Äquivalenz bezeichnet und erlaubt die Beschreibung von Relaxationszeiten in der Nähe des Glasübergangs. [14, 37–39]

$$\log(a_T) = \frac{-C_1(T - T_r)}{C_2 + (T - T_r)}$$
(1)

$$\log(a_T) = \log\left(\frac{\tau}{\tau_r}\right) \tag{2}$$

### 2.3 Variothermer Thermoformprozess für thermoplastische FKV

#### 2.3.1 Prozessüberblick Thermoformen

Der Thermoformprozess per Stempelumformung ist ein Herstellungsverfahren für Bauteile aus FKV, insbesondere den hier betrachteten thermoplastischen kontinuierlich faserverstärkten Laminaten. Die Halbzeuge werden zunächst auf eine Umformtemperatur oberhalb ihrer Glasübergangstemperatur bei amorphen bzw. Schmelztemperatur bei teilkristallinen Thermoplasten aufgeheizt, in einem Presswerkzeug umgeformt, unter Formzwang bis zur Verfestigung ausgekühlt und anschließend entformt (vgl. Abb. 2.7). [12, 40, 41]



Abb. 2.7: Ablauf des Thermoformprozesses, Abbildung nach [42]

Für die Aufheizung der Halbzeuge existiert eine Reihe verschiedener Verfahren. Typischerweise werden Kontakterwärmung, Umluft oder Infrarotstrahlung genutzt [41, 43, 44]. Seltener werden Laminate mit elektrisch leitfähigen Verstärkungsfasern durch elektromagnetische Induktion aufgeheizt. Dies wird allerdings in der Regel nur zur partiellen Erwärmung von Laminaten genutzt, z. B. zur Funktionalisierung (z. B. Formen von Lagersitzen) oder zum thermischen Fügen zweier Bauteile [43, 45].

Die Verfahren bergen verschiedene Vor- und Nachteile, die im Folgenden erläutert werden. Die Kontakterwärmung zwischen zwei Platten ist eine der effizientesten Arten der Aufheizung aufgrund der direkten Wärmeleitung durch flächigen Kontakt mit dem Laminat. Allerdings neigen die Laminate nach dem Erweichen zur Anhaftung an den Heizplatten und es kann aufgrund des benötigten Anpressdrucks zum Matrixaustritt kommen. Durch die im Vergleich zu den Laminaten hohen thermischen Massen der Heizplatten wird zudem eine präzise Temperaturführung im Laminat erschwert. Beim Aufheizen mit Umluft kann eine sehr homogene Temperaturverteilung im Laminat erreicht werden, wobei geringe Heizraten und eine geringe Energieeffizienz durch Erwärmung des gesamten Ofenvolumens nachteilig sind. Infrarotstrahlung gilt als eine der effektivsten Methoden zur Halbzeugerwärmung. Sie zeichnet sich durch kurze Heizzeiten, gute Regelbarkeit und hohe Energieeffizienz aus, wobei als Nachteile insbesondere eine inhomogene Temperaturverteilung in Dickenrichtung bei hohen Wanddicken sowie das Entstehen von heißen oder kalten Stellen durch ungleichmäßige Abdeckung der Fläche gelten. Um für diese Heizart geeignet zu sein, muss das Laminat zudem in der Lage sein IR-Strahlung effektiv zu absorbieren, was insbesondere für transparente Matrixpolymere und Glasfasern explizit geprüft werden muss. [41, 43, 44]

Bei der Pressentechnik wird in der Regel auf Formträger- bzw. Umformpressen mit horizontaler oder Spritzgießmaschinen mit vertikaler Trennebene zurückgegriffen. Erstere bieten z. B. Vorteile bei der Handhabung der erwärmten Halbzeuge, da diese im einfachsten Fall vor dem Umformen auf den Presswerkzeugen abgelegt werden können. Spritzgießmaschinen ermöglichen wiederum die direkte Funktionalisierung der umgeformten Halbzeuge durch angespritzte Elemente aus un- oder kurzfaserverstärkten Thermoplasten. Auch existieren kombinierte Lösungen, bei denen eine Umformpresse mit horizontaler Trennebene mit einem Plastifizieraggregat für Spritzguss ausgerüstet ist und so die Eigenschaften beider Verfahren vereint werden können. [46, 47]

#### 2.3.2 Presswerkzeuge und deren Temperaturführung

Zur Herstellung von Bauteilen mit definierten Oberflächen und hoher Oberflächenqualität werden zumeist Presswerkzeuge aus Stahl oder Aluminium mit aufeinander abgestimmten Werkzeughälften (engl.: "matched die") verwendet. Die Vorteile hierbei sind die durch das Werkzeug exakt vorgegebene Bauteilgeometrie, die Möglichkeit zur Einbringung einer definierten Oberflächenstruktur durch Politur, Mattierung oder Narbung, die hohe Standzeit bei Verwendung von hochlegierten Werkzeugstählen sowie die sehr gute Temperierbarkeit des Werkzeuges mittels verschiedener Technologien. Nachteilig sind die vergleichsweise hohen Investitionskosten sowie die Notwendigkeit von engen Toleranzen bei der Halbzeugdicke, da die Kavität des Werkzeuges bei dreidimensionalen Bauteilen auf genau eine Dicke festgelegt werden muss. Ebenfalls besteht das Problem der Druckverteilung über die umgeformte Geometrie. Aufgrund der im Prozess normal zur Trennebene ausgeübten Kraft sinkt der Druck auf Bauteilsektionen mit zunehmender Flankensteilheit durch die kleinere projizierte Fläche. Dies kann bei komplexen Geometrien zu Problemen bei der Abformung von Oberflächen führen und muss beim Bauteil- und Werkzeugdesign berücksichtigt werden, z. B. durch die Einhaltung minimaler Entformungsschrägen im Bereich von 3 – 5°. [42, 45, 48–50]

Des Weiteren existieren Presswerkzeuge mit einer Werkzeughälfte aus Metall und der gegenüberliegenden Seite aus einem Elastomer. Das einseitig elastische Werkzeug erlaubt breitere Toleranzen der Halbzeugdicke und es kann auch an steilen Flanken des Bauteils eine gleichmäßige Druckverteilung erzielt werden. Nachteilig ist, dass die Elastomerseite aufgrund der im Vergleich geringeren Wärmeleitfähigkeit nicht bzw. nicht so effizient temperiert werden kann, wie es bei der Metallseite der Fall ist. Hierdurch können sich Spannungen im Bauteil ergeben, die zu Verzug führen. Zudem weisen diese Werkzeuge eine deutlich geringere Standzeit als Stahlwerkzeuge auf. [48, 51] Auf diese Werkzeuge wird im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter eingegangen.

Ein wichtiges Merkmal des Umformprozesses ist die Temperaturführung im Presswerkzeug. Hier kann zwischen isothermer und variothermer Verarbeitung unterschieden werden. Bei der isothermen Verarbeitung wird das Presswerkzeug auf eine bestimmte Temperatur erwärmt und diese konstant gehalten. Nach dem Kontakt des erwärmten Halbzeugs mit der Werkzeugoberfläche beginnt sofort der Abkühlprozess, welcher ausschließlich durch das bestehende Temperaturgefälle zwischen Laminat und Werkzeug getrieben ist. Typische Kühlzeiten liegen je nach Material, Wanddicke und Temperaturgefälle im Bereich von einigen Sekunden bis hin zu mehreren Minuten, wobei der größte Temperaturabfall unmittelbar nach dem ersten Kontakt geschieht (vgl. Abb. 2.8). Zur Festlegung der Werkzeugtemperatur muss zwischen Prozessstabilität, Bauteilqualität und Energieeffizienz abgewogen werden. Die Werkzeugtemperatur muss bei amorphen Matrizes unter der Glasübergangstemperatur liegen, damit die geformten Bauteile im festen Zustand entnommen werden können. Sie sollte aber auch so hoch liegen, dass das Laminat nicht zu schnell erstarrt, da sich ansonsten Spannungen im Material bilden können, die zu Verzug führen. Eine hohe Werkzeugtemperatur erfordert allerdings einen höheren Energieeinsatz und verlängert die Kühlzeit, was zulasten der Effizienz des Prozesses geht. Diese Abwägung muss individuell für den jeweiligen Einsatz erfolgen. Vorteilhaft bei der isothermen Verarbeitung ist die einfache Prozessführung, da die Werkzeugtemperatur lediglich auf einem Niveau gehalten werden muss. Auch die thermische Auslegung der Werkzeuge auf eine Betriebstemperatur ist einfach umsetzbar. Nachteilig ist wiederum, dass die Abkühlrate der geformten Bauteile ausschließlich durch die Temperaturdifferenz beeinflusst werden kann und sich zu Beginn der Abkühlphase deutlich höhere Abkühlraten einstellen als am Ende. [12, 42, 52]



Abb. 2.8: Temperaturverlauf bei isothermer Prozessführung

Demgegenüber steht die variotherme Verarbeitung (englisch: "rapid heat cycle molding"), bei der die Werkzeugtemperatur im Prozessverlauf variiert wird. Beim Kontakt des erwärmten Halbzeugs mit der Werkzeugoberfläche herrscht eine erhöhte Werkzeugtemperatur vor, welche dann im Laufe der Abkühlphase sukzessive bis zur Entformungstemperatur reduziert wird (vgl. Abb. 2.9). Dies ermöglicht eine Regelung der Abkühlung, wodurch verschiedene Abkühlraten realisiert werden können. Ebenfalls besteht die Möglichkeit, die Werkzeugtemperatur für den Initialkontakt mit dem Laminat oberhalb der Glasübergangstemperatur der Matrix einzustellen, wodurch der Glasübergang mit einer definierten, langsamen Abkühlrate durchlaufen werden kann. Dadurch kann eine gute Abformung der Oberfläche erreicht und das Einfrieren von Spannungen im Bauteil auf ein geringes Maß reduziert werden. Als Nachteil steht dem eine erhöhte Komplexität der Anlagentechnik aufgrund der geregelten Abkühlung sowie je nach gewählter Abkühlrate auch eine erhöhte Zykluszeit gegenüber. Zudem ist der Energieeinsatz durch zyklisches Heizen und Kühlen des Werkzeugs in der Regel höher als bei isothermer Prozessführung. Allerdings sind Bauteile aus FKV mit hoher Oberflächenqualität fast ausschließlich durch variotherme Verarbeitung herzustellen, wodurch diese Nachteile in Kauf genommen werden müssen. [11, 12, 42, 53]



Abb. 2.9: Temperaturverlauf bei variothermer Prozessführung

Es existieren zwar Ansätze zur Reduktion der Abkühlraten bei isothermer Verarbeitung, beispielsweise durch das Einbringen von Werkzeugoberflächen oder Laminatdeckschichten mit reduzierter Wärmeleitfähigkeit, allerdings werden damit nur geringe Verbesserungen erzielt [42, 54]. Ein ebenfalls interessantes Konzept stellt das Hochgeschwindigkeitsformen mit kalten Werkzeugen mit Umformgeschwindigkeiten von bis zu 3 m/s statt der sonst eher üblichen 0 – 0,5 m/s dar. Hierbei lässt sich bei reduziertem Energieeinsatz und verringerten Kosten für Werkzeuge eine verbesserte Oberflächenqualität im Vergleich zur langsamen Umformung erzielen [55]. Allerdings handelt es sich derzeit noch um einen experimentellen Ansatz und die resultierende Oberflächenqualität bleibt deutlich hinter der im variothermen Prozess erreichbaren zurück. Der Fokus zum Erzielen hoher Oberflächenqualitäten auf geformten Laminaten liegt daher im weiteren Verlauf dieser Arbeit auf der variothermen Temperaturführung, da es sich um einen sehr gut regelbaren Prozess nach Stand der Technik handelt, der für die Fertigung im industriellen Maßstab geeignet ist.

Zur Temperierung der Werkzeuge stehen verschiedene Technologien zur Verfügung, die analog auch zur Temperierung von Spritzgießwerkzeugen genutzt werden. Die am weitesten verbreiteten Technologien sind die fluidischen und elektrischen Verfahren. Bei den fluidischen Verfahren wird das Werkzeug mit unter der Oberfläche verlaufenden Kanälen versehen, durch die eine temperierte Flüssigkeit fließt. Für die variotherme Werkzeugtemperierung werden hier in der Regel Temperiergeräte mit separatem Heiz- und Kühlkreislauf verwendet, zwischen denen im Prozess über eine Ventileinheit umgeschaltet werden kann. Die erzielbaren Heiz- und Kühlraten am Werkzeug ergeben sich insbesondere durch die Temperaturdifferenz zwischen den beiden Kreisläufen, der thermischen Masse des Werkzeugs und der Wärmekapazität des Temperiermediums. Aufgrund der hohen spezifischen Wärmekapazität und der damit verbundenen Fähigkeit zum Wärmetransport ist Wasser eines der effizientesten Medien für diesen Einsatz. Durch Druckbeaufschlagung und Überhitzung sind damit nach aktuellem Stand der Technik Temperaturen von bis zu 250 °C prozesssicher erreichbar. Um noch höhere Temperaturen zu erzielen werden Temperieröle eingesetzt, deren Wärmekapazitäten und Wärmeübergangskoeffizienten allerdings weniger als die Hälfte der Werte von Wasser betragen, wodurch sich bei gleicher Medientemperatur geringere maximale Heiz- und Kühlraten realisieren lassen. Wang et al. zeigten z. B., dass bei einer Medientemperatur von 180 °C die Heizrate eines von ihnen betrachteten Werkzeugs von 20 °C ausgehend bei Verwendung von Wasser 3,3 K/s betrug, während es beim Temperieröl nur 2,5 K/s waren. Auch die sich einstellenden Kühlraten bei der Abkühlung einer Polymerschmelze lagen für Wasser mit ca. 6 K/s deutlich höher als für Öl mit ca. 4,2 K/s. [53, 56, 57]

Als elektrische Verfahren zur Werkzeugtemperierung werden typischerweise resistive und induktive Verfahren verwendet. Bei resistiven Verfahren wird die Erwärmung eines elektrischen Leiters bei Stromdurchfluss aufgrund seines elektrischen Widerstandes genutzt. Gängige Formen sind hier Heizpatronen oder keramische Flächenheizungen, welche ins Werkzeug eingebracht werden [58, 59]. Bei der induktiven Erwärmung wird durch die Erzeugung eines elektrischen Wechselfeldes entweder ein elektrischer Strom im Werkzeug selbst induziert, welcher dann zum Aufheizen des Werkzeuges führt oder es werden Induktorschleifen im Werkzeug eingebaut, welche sich selbst erwärmen und dann das Werkzeug heizen [60]. Je nach verwendetem Verfahren und Werkzeugdesign lassen sich so Heizraten von 3 – 10 K/s erreichen [61, 62]. Bei den elektrischen Verfahren handelt es sich immer um Heizverfahren, weshalb zum Kühlen auf ein fluidbasiertes System oder die konvektive Kühlung durch Umgebungsluft zurückgegriffen werden muss [53]. Letzteres ist allerdings nicht aktiv steuerbar, weshalb

die fluidische Kühlung zur Realisierung eines kontrollierten Kühlvorgangs zu bevorzugen ist. Dadurch ergibt sich bei elektrischer Temperierung im Vergleich zur reinen fluidischen Temperierung ein Mehraufwand hinsichtlich des Werkzeugdesigns für die Einbringung der Heizelemente und Kühlkanäle. Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der Oberflächenausprägung auf kontinuierlich faserverstärkten Laminaten und die Aufheizung des Werkzeugs stellt aufgrund der externen Laminatvorheizung dabei nur einen Nebenprozess dar, der nicht unmittelbar an der Entstehung der Oberfläche beteiligt ist. Mit Wassertemperierung sind ausreichend hohe Temperaturen für die Verarbeitung der Polycarbonatmatrix zu erzielen und zur kontrollierten Kühlung muss ohnehin auf diese zurückgegriffen werden. Daher liegt der Fokus im weiteren Verlauf auf der variothermen Wassertemperierung zum Heizen und Kühlen des Werkzeugs.

Eine wichtige Größe bei der Temperaturführung im Prozess stellt die sog. Kontakttemperatur  $T_{Wmax}$  dar. Diese stellt sich zwischen dem erwärmtem Laminat mit der Temperatur  $T_L$  und der kälteren Werkzeugwand mit der Temperatur  $T_{W,S}$  beim Kontakt miteinander nahezu instantan ein und nimmt infolge der Abkühlung im Zyklusverlauf ab. Sie bestimmt, wie stark das Laminat beim Werkzeugkontakt abgeschreckt wird und kann durch folgende Gleichung abgeschätzt werden:

$$T_{Wmax} = \frac{b_W \cdot T_{W,S} + b_L \cdot T_L}{b_W + b_L} , \text{ mit } b = \sqrt{\rho \cdot \lambda \cdot c}$$
(3)

Die Wärmeeindringfähigkeiten des Werkzeugs b<sub>w</sub> und des Laminats b<sub>L</sub> werden dabei durch die Wurzel des Produkts der jeweiligen Dichte  $\rho$ , der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  sowie der spezifischen Wärmekapazität c beschrieben. Aufgrund der deutlich höheren Wärmeeindringfähigkeit von Metallen im Vergleich zu Kunststoffen liegt die Kontakttemperatur zwischen den Temperaturen von Werkzeug und Laminat in der Nähe der Werkzeugtemperatur. [52, 63]

### 2.4 Oberflächenausprägung bei kontinuierlich faserverstärkten FKV

#### 2.4.1 Geometrische Oberflächeneigenschaften

Als Oberfläche wird allgemein der Teil eines Objekts bezeichnet, der die Grenzfläche des Objekts zur Umgebung darstellt und mit dieser oder anderen Objekten interagiert. Die Oberflächentopographie wird definiert als die übergreifende Struktur der Oberfläche, die alle geometrischen Strukturelemente erfasst. Abzugrenzen sind dabei die Form und die Beschaffenheit bzw. Textur der Oberfläche. Als Form bezeichnet man die dem Objekt zugrundeliegende geometrische Gestalt, die beispielsweise bei der Fertigung angestrebt wird. Die Oberflächenbeschaffenheit beinhaltet alle geometrischen Eigenschaften der Oberfläche, die nicht unmittelbar zur Form beitragen, beispielsweise eine Strukturierung, Werkzeugspuren oder lokale Defekte. [64, 65]

Die Oberflächenbeschaffenheit kann zweidimensional anhand eines Profils oder dreidimensional anhand einer Fläche beschrieben werden. Die Normen zur geometrischen Produktspezifikation (GPS) beschreiben die verschiedenen Methoden. Für Profile ist seit Ende 2022 die DIN EN ISO 21920-2 maßgeblich, die die zuvor gültige DIN EN ISO 4287 ersetzt. Während die Berechnung der Parameter im Wesentlichen gleich bleibt, homogenisiert die neue Norm den Ansatz für die profilhafte mit dem für die flächenhafte Oberflächencharakterisierung aus DIN EN ISO 25178-2. Die Oberfläche eines Werkstücks wird hier mit dem sog. Hautmodell beschrieben, das die physikalische Grenzfläche des Werkstücks gegenüber seiner Umgebung darstellt. Die Oberflächenbeschaffenheit wird nach dem Tastschnittverfahren bestimmt. Hierbei wird als Profilspur die Schnittlinie des Hautmodells mit einer senkrecht dazu und in einer festgelegten Richtung verlaufenden Schnittebene bezeichnet (vgl. Abb. 2.10). Aus der Profilspur können Kennzahlen zur Beschreibung der Oberflächenbeschaffenheit abgeleitet werden. Für flächig gemessene Oberflächen dient anstelle der Profillinie die gesamte abgetastete Oberfläche als Ausgangspunkt zur Kennzahlenermittlung. [65, 66]





Sowohl bei der profil- als auch der flächenhaften Oberflächenbetrachtung ist die Filterung wichtig, um zwischen klein- und großskaligen lateralen Oberflächenanteilen zu differenzieren. Dabei sind drei Oberflächenfilter zu unterscheiden: S-Filter, L-Filter und F-Operator. Das S-Filter dient der Entfernung kleinskaliger lateraler Oberflächenanteile (Abb. 2.11 c), wodurch sich die sog. Primäroberfläche ergibt. Das L-Filter dient der Entfernung großskaliger lateraler Oberflächenanteile (Abb. 2.11 d), wobei allerdings je nach Oberfläche und Filtertyp die Formanteile der gemessenen Oberfläche nicht sauber entfernt werden können. Hierfür wird der F-Operator verwendet, welcher zur Entfernung der Formanteile angepasst werden kann und in der Regel noch größere Skalen als das L-Filter entfernt (Abb. 2.11 e). Eine mit S-Filter und F-Operator gefilterte Oberfläche wird als S-F-Oberfläche bezeichnet (Abb. 2.11 f, g), analog verhält sich die S-L-Oberfläche beim Einsatz von S- und L-Filter (Abb. 2.11 h). [65]



Abb. 2.11: Zusammenhänge zwischen S-Filter (c), L-Filter (d), F-Operator (e) sowie S-F (f,g) und S-L-Oberflächen (h) (a: kleine Skala, b: große Skala), Abbildung aus [65]

Um die betrachteten Skalengrößen bei der Filterung abzugrenzen, wird der sog. Nesting-Index N<sub>i</sub>, auch Verfeinerungsindex genannt, herangezogen. Hierbei bezeichnet N<sub>is</sub> den Nesting-Index zur Abgrenzung kleinster Strukturen und N<sub>ic</sub> den Nesting-Index zur Separierung größerer von kleineren Strukturen (Abb. 2.11 f,g,h). Bei der Verwendung linearer Filter wie z. B. des in der Regel bei FKV-Oberflächen herangezogenen Gauß-Filters, stellt der Nesting-Index die Grenzwellenlänge des Filters dar. [67] Je nach Wahl des Nesting-Index für die Filteroperation können so verschiedene Größenskalen der Oberflächenbeschaffenheit abgebildet und auch als Bandbreite von Strukturgrößen unterschieden werden (Abb. 2.11 g,h) [65].

Bei der profilhaften Betrachtung wird in der Regel zwischen Rauheit und Welligkeit unterschieden. Das Rauheitsprofil ist dabei das zweidimensionale Pendant zur S-L-Oberfläche und beinhaltet die kleinskalige Oberflächenbeschaffenheit. Das Welligkeitsprofil ist analog dazu das Pendant zur S-F-Oberfläche zur Abbildung der Oberflächenbeschaffenheit zwischen großer und kleiner Skala. Für das S-Filter wird dann der gleiche Nesting-Index verwendet wie beim dazugehörigen Rauheitsprofil. [66]

## 2.4.2 Faserdurchzeichnung auf Oberflächen von FKV

FKV zeichnen sich durch eine spezifische Oberflächenausprägung aus, die auf dem Charakter des vorliegenden Mehrphasensystems beruht. Der maßgebliche visuelle Effekt auf FKV-Oberflächen ist wie eingangs erwähnt die Faserdurchzeichnung (FDZ). Dabei handelt es sich um ein Phänomen, bei dem die Faserverstärkung eines FKV zu sichtbaren und topographisch messbaren Spuren auf der Bauteiloberfläche führt. Sie wird grundlegend durch Unterschiede im thermischen Ausdehnungsverhalten von Fasern und Matrix sowie durch thermische, chemische oder Kristallisationsschwindung verursacht. Dies führt zu einer inhomogenen Topographie der Verbundwerkstoffoberfläche, selbst wenn diese mit völlig ebenen Werkzeugen geformt wurde. [5–11]

Die FDZ stellt je nach Anwendung einen ästhetischen oder funktionellen Mangel dar, der kaschiert oder behoben werden muss. Ästhetische Anforderungen ergeben sich beispielsweise beim Einsatz von FKV in strukturellen Sichtbauteilen im Automobilinterieur oder -exterieur, etwa als Rückenlehne von Sitzen oder Karosserieteilen [68]. Hierbei darf sich die Oberflächenausprägung nicht maßgeblich von angrenzenden Spritzgussbauteilen unterscheiden, um den visuellen Eindruck nicht zu stören. Funktionelle Anforderungen bestehen dagegen z. B. bei der Herstellung von Weltraumteleskopspiegeln mit einem Träger aus FKV. Hier führt FDZ zu Verzerrungen des reflektierten Bildes und verringert die erzielbare Auflösung erheblich, was durch Nachbearbeitung in Form von Beschichtungen und Politur behoben werden muss [69, 70].

Bei gewebeverstärkten FKV wird dieser Effekt durch die Gewebestruktur und den daher rührenden Wechsel von faser- und matrixreichen Zonen weiter verstärkt (vgl. Abb. 2.12). Dabei ist insbesondere die Breite der verwobenen Rovings, das Webmuster und die Maschenweite für die Strukturgröße der entstehenden FDZ maßgeblich. [8, 10, 11]



Abb. 2.12: Faserdurchzeichnung durch Wechsel von faser- und matrixreichen Zonen bei gewebeverstärkten FKV, Abbildung aus [8]

Bei UD-Verstärkungen tritt FDZ im Vergleich dazu in deutlich geringerem Maße auf, ist aber immer noch klar sicht- und messbar. Aufgrund der unidirektionalen Faserausrichtung ist die FDZ hier als überlagertes Linienmuster ausgeprägt. Ursächlich dafür ist die in UD-Laminaten ebenfalls vorliegende Bündelung von Filamenten der Verstärkungsfasern, die auch zur Ausprägung von faser- und matrixreichen Zonen führt. Allerdings fallen die Faserbündel kleiner aus als bei Gewebeverstärkungen und treten nicht strikt periodisch auf. Zudem ist bei UD-Laminaten nicht nur die Faserorientierung der äußersten Verstärkungslage sichtbar, auch darunterliegende Faserlagen mit anderer Ausrichtung zeichnen sich an der Oberfläche ab (vgl. Abb. 2.13). [9, 69, 71]





Hinsichtlich der Matrixschwindung wurden sowohl duroplastische als auch thermoplastische Polymere untersucht. Schubel et al. zeigten den Einfluss der Reaktionsschwindung duroplastischer Harzsysteme mit hoher und niedriger Schwindung auf die FDZ bei einem mit 2/2-Köpergewebe verstärkten Laminat. Sie fanden eine gute Korrelation der Matrixschwindung mit der FDZ. [72] Dem gegenüber stehen die Ergebnisse von Kia, dass die Reaktionsschwindung des von ihm betrachteten Polyurethanharzes nicht der Auslöser von FDZ sein kann. Er schloss dies aus einer Untersuchung, bei der dünne Stäbe aus dem Polymer wiederum in das gleiche Harz unter gleichen Herstellungsparametern eingebettet wurden. Die ausgehärteten und abgekühlten Proben zeigten keinerlei Oberflächendeformation, welche durch die Reaktionsschwindung des die Stäbe umgebenden Polymers hervorgerufen sein könnte. Er führte dies darauf zurück, dass die Reaktionsschwindung abläuft, während das Harz in der Form noch mit Druck beaufschlagt ist und diese dann durch Fließprozesse ausgeglichen wird. [73]

Blinzler zeigte für verschiedene thermoplastische Matrizes, dass die FDZ bei amorphen Polymeren (z. B. PC, ABS) bei gleicher Faserverstärkung schwächer ausfällt als
bei teilkristallinen Polymeren (z. B. PA 6.6) oder Blends aus amorphen und teilkristallinen Polymeren (z. B. PC/Polybutylenterephthalat (PBT)). Dies führte er auf die Kristallisationsschwindung der teilkristallinen Polymere zurück, welche bei amorphen Polymeren ausbleibt. [8] Lück konnte den Einfluss der Kristallisationsschwindung bei der Untersuchung verschiedener Matrixpolymere bei gleichbleibender Faserverstärkung validieren. Er erzielte mit amorphem SAN im Vergleich die geringste FDZ, ein PP mit niedrigem Rekristallisationsverhalten führte zu ähnlichen Ergebnissen mit minimal stärkerer Ausprägung und ein stärker rekristallisierendes PP sowie das ebenfalls zu starker Kristallisation neigende PA 6 wiesen die stärkste FDZ auf [11].

Auch der Effekt des thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha_{th}$  bzw. der Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Matrix und Fasern  $\Delta \alpha_{th}$  auf die FDZ wurde untersucht. Kia zeigte eine direkte Proportionalität der FDZ zu Δα<sub>th</sub> normal zur Dickenrichtung von zwei verschiedenen duroplastischen, kontinuierlich glasfaserverstärkten Harzsystemen. Er leitete hieraus ab, dass die Differenz der Ausdehnungskoeffizienten ein maßgeblicher Treiber für die FDZ sein muss. [73] Unterstützt wird dies beispielsweise durch den Befund von Massarello et al., dass bei Raumtemperatur vernetzende duroplastische Harzsysteme zu einer geringeren FDZ führen als solche mit höheren Vernetzungstemperaturen. Dies begründet sich durch die geringere Temperaturdifferenz vom Aushärtezeitpunkt zur Gebrauchstemperatur. [69] Blinzler zeigte simulativ, dass eine Variation der thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Fasern nahezu keinen Einfluss auf die Schwere der FDZ hat. Dies erklärt er durch die wesentlich geringere Wärmeausdehnung der untersuchten Kohlenstoff- und Glasfasern im Vergleich zur Kunststoffmatrix, die der maßgebliche Treiber für die Ausprägung ist [8]. Lück hebt die Bedeutung der Angleichung des unterschiedlichen Ausdehnungsverhaltens von Fasern und Matrix als Hauptproblem zur Behebung der FDZ hervor. Seine Untersuchungen zeigen, dass eine Angleichung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten der imprägnierten Faserbündel und der matrixreichen Zonen durch geschickte Wahl von Füllstoffen zu einer Verringerung der Schwere der FDZ um bis zu 71 % führt [11].

Alterungsprozesse, insbesondere hygrothermale Alterung (zeitgleiche Einwirkung von Temperatur und Feuchtigkeit), können zur Verstärkung der bestehenden FDZ auf FKV-Bauteilen führen. Mehrere Autoren zeigten, dass beispielsweise während der Fertigung aufgenommene Feuchtigkeit bei Temperatureinwirkung und geringer Umgebungsfeuchtigkeit aus dem Laminat diffundiert, wodurch sich das Matrixvolumen verringert und die FDZ dadurch verstärkt wird [71, 74, 75].

#### 2.4.3 Charakterisierung der Laminatoberfläche

Die Bewertung der FDZ wurde wie in Kapitel 2.4.2 erwähnt in der Literatur insbesondere für ästhetische und funktional optische Anwendungen untersucht. Allen Anwendungsfällen gemein ist die Notwendigkeit der Quantifizierung der FDZ zur anschließenden Optimierung der Klarheit der von der Bauteiloberfläche reflektierten Bilder. Dies führt zu ähnlichen Ansätzen für die Messung und Bewertung, aber es gibt keinen eindeutigen Trend zu einem einheitlichen Ansatz oder sogar zu einem spezifischen Rahmen für UD Verbundwerkstoffe. Generell kann zwischen Verfahren unterschieden werden, die das Höhenprofil der Oberflächentopographie mechanisch oder optisch abtasten und der Betrachtung des Reflexionsverhaltens der Oberfläche.

Zu den topographischen Messtechniken gehören taktile Tastschnittprofilometer [76– 78], Weißlichtprofilometer [10, 42, 75], Laser- oder Weißlichtinterferometer [9, 74, 79] und Laser-Scanning-Mikroskope [11]. Diese Verfahren erfassen die Topographie der Oberfläche als Höhenprofil, wodurch die Textur nicht nur qualitativ, sondern auch quantitativ beschrieben werden kann. Die Messstrecke bei Profilmessungen bzw. das Messfeld bei flächigen Messungen, die so genannte "Region of Interest" (ROI), wird entweder nach vorgegebenen Werten aus einschlägigen Normen oder angepasst an die geometrischen Eigenschaften der Oberfläche gewählt. Typisch für Letzteres ist die Berücksichtigung der dominanten oder größten zu untersuchenden Strukturgröße, z. B. Fasersträngen in Geweben [10, 42] oder Faseragglomeraten in UD-Laminaten [9].

In den meisten Fällen werden aus den Messungen Profilkennzahlen für Rauheit (R-Parameter) und Welligkeit (W-Parameter) auf der Grundlage der bis Ende 2022 gültigen Normenreihe zur geometrischen Produktspezifikation (GPS) DIN EN ISO 4287 ermittelt. Die am häufigsten verwendeten Parameter sind die arithmetischen Mittelwertabweichungen des Profils R<sub>a</sub> und W<sub>a</sub>, die quadratischen Mittelwertabweichungen des Profils R<sub>q</sub> und W<sub>q</sub>, die Gesamthöhen des Profils R<sub>t</sub> und W<sub>t</sub> innerhalb der Messstrecke (gesamtes gemessenes Profil) und die maximalen Höhen des Profils R<sub>z</sub> und W<sub>z</sub> innerhalb einer Einzelmessstrecke (Teil der Messstrecke) [10, 42, 74–80]. R<sub>z</sub> und W<sub>z</sub> werden von manchen Autoren als R<sub>zDIN</sub> und W<sub>zDIN</sub> oder R<sub>max</sub> und W<sub>max</sub> bezeichnet, was nicht der Norm entspricht [79]. In einzelnen Fällen wurden die Profilschiefe R<sub>sk</sub> und die Kurtosis R<sub>ku</sub> betrachtet, welche ergänzend zu den absoluten oder gemittelten Höhenwerten weitere Informationen über die Höhenverteilung und damit die charakteristische Struktur von Oberflächen liefern [81]. Ebenfalls seltener vertreten sind gemittelte Parameter wie W<sub>z25</sub>, der Mittelwert von W<sub>z</sub>-Werten einer quadratischen Anordnung von 5 x 5 ROIs [10, 42], und flächenbezogene Oberflächenparameter aus DIN EN ISO 25178 wie die arithmetische mittlere Höhe  $S_a$  und die maximale Höhe  $S_z$  [11].

In vielen Fällen werden keine Informationen über die Datenverarbeitung oder die Parametrisierung der Filteroperationen zum Gewinnen der Kennzahlen aus den Topographiemessungen angegeben. Das Fehlen dieser Informationen erschwert den Vergleich der Methoden und der Ergebnisse, da die resultierenden Oberflächenkennzahlen maßgeblich davon beeinflusst sein können [10, 42]. Bei der Unterscheidung zwischen Rauheit und Welligkeit geht es lediglich um die Definition eines Schwellenwerts und darum, ob die Größe der Oberflächenmerkmale unter oder über diesem Schwellenwert liegt. Dies bedeutet, dass sie in hohem Maße von der tatsächlichen Größe der Fasern oder Faserbündel abhängt, die die FDZ in einem Laminat verursachen. Fehlende Parametrisierung und Beschreibung der zu betrachtenden Strukturgröße verhindern eine angemessene Bewertung der Aussagekraft der ermittelten Zahlen.

Bei der Beurteilung des Reflexionsverhaltens von Oberflächen wird häufig der Glanzeindruck als Maß herangezogen. Glanz bezeichnet nach DIN EN ISO 2813 die optische Eigenschaft einer Oberfläche zur gerichteten Reflexion von Licht, der Glanzeindruck ist eine visuelle Wahrnehmung des reflektierten Lichtes bei der Oberflächenbetrachtung. Gemessen wird Glanz anhand der Intensität von unter einem definiertem Winkel auf der Oberfläche reflektiertem Licht. Durch Brechung, Streuung oder Absorption verringert sich die Intensität der Reflexion, wodurch auch der Glanzeindruck verringert wird. Dies ist vom Material und der Beschaffenheit der Oberfläche abhängig. [82] Für die Bewertung der FDZ ist die Glanzmessung nur bedingt geeignet, da sie keinerlei Aufschluss über die tatsächliche Topographie der betrachteten Oberfläche liefert und lediglich vergleichende Aussagen über das Reflexionsverhalten zulässt.

Ebenfalls auf dem Reflexionsverhalten basiert die Messung mit dem Messgerät wavescan (BYK-Gardner GmbH, Geretsried, Deutschland), welche für die Bewertung von lackierten Oberflächen im Automobilbau entwickelt wurde. Hierbei wird die Oberfläche mit einer Laser-Punktlichtquelle im Winkel von 60° beleuchtet, das Gerät über eine Strecke von 5 – 20 cm bewegt und die Intensität der Reflexion gemessen. Hieraus ergibt sich ein optisches Profil der Oberfläche, welches mittels Filterung in Wellenlängenbänder unterteilt wird. Neben fünf feiner aufgelösten Bändern wird zwischen den Kategorien Kurzwelligkeit (short wave, SW, Wellenlänge von 0,3 – 1,2 mm) und Langwelligkeit (long wave, LW, Wellenlänge 1,2 – 12 mm) unterschieden. Die Ergebnisse der Welligkeiten werden als dimensionsloser Kennwert angegeben. [83] Dies ist für korrelative Studien sowie den direkten Vergleich von Oberflächen im industriellen Kontext praktikabel, für tiefergehende Untersuchungen der FDZ ergibt sich allerdings kein Mehrwert im Vergleich zu den explizit topographischen Messverfahren.

Insgesamt zeigt die Vielfalt der Methoden und auch die unterschiedliche Wahl der Kennzahlen die Komplexität der Charakterisierung von FKV-Oberflächen und insbesondere der FDZ. Dies merken z. B. auch Herring et al. und Hildebrandt an [42, 81].

Zuletzt wird hier noch auf den im Kontext der Bewertung von ästhetischen Oberflächen häufiger genutzten Begriff der Class-A-Oberfläche eingegangen. Diese Bezeichnung ist insbesondere in der Automobilindustrie als Oberbegriff für Qualitätsanforderungen geläufig, der jedoch keiner einheitlichen Definition unterliegt. Vielmehr legt jeder Hersteller die Bewertungskriterien selbst fest, wobei diese sich je nach Bauteil, Sichtbarkeit, Fahrzeugklasse oder verwendeter Materialien unterscheiden können. [6, 7, 42] Aufgrund dieser nicht klar definierten Anforderungen wird der Begriff im weiteren Verlauf dieser Arbeit nicht berücksichtigt, sondern der Fokus auf die Beschreibung der FDZ mit objektivierten Kenngrößen gelegt.

#### 2.4.4 Modellierung der Entstehung von Faserdurchzeichnung

Die ersten umfassenden Studien zu Ursachen und Modellierung der FDZ wurden 1986 von Kia durchgeführt [5]. Er beobachtete, dass die FDZ an der Oberfläche von glasfaserverstärkten Duro- und Thermoplasten beim Aufheizen schwächer und beim Abkühlen stärker wird. Er leitete daraus ab, dass der Effekt auf die Unterschiede in der Wärmeausdehnung von Fasern und Matrix zurückzuführen sein müsste. Zur weiteren Untersuchung betrachtete er deshalb schematisch zwei benachbarte Faserstränge, die in eine polymere Matrix eingebettet und von einer polymeren Deckschicht überzogen sind. Bei Abkühlung dieser Einheitszelle kommt es zur Verformung infolge der unterschiedlichen Wärmeausdehnung der Materialien und es ist eine Einfallstelle zwischen den Fasersträngen zu beobachten (vgl. Abb. 2.14 links). Dies führte zur Modellierung des Verhaltens in Analogie zur Verformung eines Biegebalkens durch eine Reihe von Federn. Die Federkonstanten stellen die kombinierte Wärmedehnung des Aufbaus von Fasern, Matrix und Deckschicht dar (vgl. Abb. 2.14 rechts). Das Modell schlägt vor die Dicke oder die Steifigkeit der Deckschicht des Laminats zu erhöhen, um die Einfallstelle und damit die FDZ zu verringern, wobei die Dickenerhöhung einen größeren Effekt hat. In nachfolgenden Studien konnte Kia das Modell experimentell bestätigen und entwickelte ein Verfahren zur Vorhersage der erforderlichen Deckschichtdicke zur Vermeidung von FDZ. [73, 84] Das von Kia entwickelte Modell liefert einen sehr einfachen Ansatz, der allerdings andere Ursachen neben der Wärmeausdehnung, wie beispielsweise Verarbeitungsbedingungen im Formprozess, nicht berücksichtigt.



Abb. 2.14: Schematische Darstellung von in einer Polymermatrix eingebetteten Fasersträngen mit polymerer Deckschicht (links), Modellierung als durch Federn verformter Biegebalken (rechts), Abbildung in Anlehnung an [5]

Blinzler zeigte 2002 im Rahmen seiner Untersuchungen an gewebe- und gelegeverstärkten Thermoplasten anhand eines Finite-Elemente-Simulationsmodells die Auswirkungen der Variation von Material- und Prozessparametern auf die Ausprägung der FDZ. Dabei betrachtete er insbesondere den Versatz der Verstärkungslagen, das thermomechanische Verhalten von Fasern und Matrix, die Wirkung des Prozessdrucks und der Kühlrate sowie den Effekt einer matrixgleichen polymeren Deckschickt [8]. Er zeigte, dass bei einer Stapelfolge von einzelnen Verstärkungslagen, bei der die faserreichen Knotenpunkte der Gewebefäden übereinander liegen (vgl. Abb. 2.15 A), eine stärker ausgeprägte FDZ ergibt als im Fall einer alternierenden Anordnung von faserund matrixreichen Bereichen (vgl. Abb. 2.15 B, C). Dies ergibt sich aus der Homogenisierung der lokalen Volumenschwindung des Laminates in Dickenrichtung.



Abb. 2.15: Variation des Versatzes der faser- und matrixreichen Bereichen zweier Verstärkungslagen, Abbildung aus [8]

Für die Modellierung des Einflusses von Temperatur und Druck im Prozess berücksichtigte er materialseitig die Temperatur- und Zeitabhängigkeit der Relaxationszeiten und die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Matrix sowohl über als auch unter der Glasübergangstemperatur sowie die temperatur- und zeitabhängigen Moduln von Fasern und Matrix. Die Ergebnisse zeigten für amorphe Thermoplaste eine Reduktion der FDZ für schnelle Abkühlraten, was sich in nachfolgenden Experimenten zunächst bestätigen ließ. Nach einem Temperzyklus der Proben zeigte sich allerdings eine deutlich verstärkte FDZ im Vergleich zum vorherigen Zustand. Blinzler erklärt dies durch das Einfrieren von Spannungen im Polymer durch die hohen Abkühlraten, welche sich im Temperzyklus aufgrund der erhöhten Temperaturen abbauen und als Schwindung äußern können. Eine hohe Abkühlrate verringert demnach die FDZ für reale im Gebrauch befindliche Bauteile nicht. Für eine Erhöhung des Drucks zeigte die Simulation eine leichte Verstärkung der FDZ, die auf die stärkere Kompression der Matrix, insbesondere oberhalb der Glasübergangstemperatur zurückzuführen war. Allerdings nahm Blinzler als Randbedingung für die Druckbeaufschlagung einen flächigen, hydrostatischen Druck über die Laminatoberfläche an. Diese Annahme ist bei elastischen Pressstempeln sowie der Fertigung im Autoklav akzeptabel, bei der Umformung mit beidseitig festen Werkzeughälften allerdings nicht zutreffend. Die Befunde zum Einfluss der Deckschichtdicke von Kia konnte Blinzler simulativ und experimentell bestätigen.

Das Konzept von Kia wurde 2015 von Hildebrandt erweitert, der die material- und verarbeitungsbedingten Einflüsse auf die Oberflächeneigenschaften von gewebeverstärktem PC in einem variothermen Thermoformprozess untersuchte [42]. In Anlehnung an Kia betrachtete er eine Einheitszelle aus zwei in die Polymermatrix eingebetteten Fasersträngen mit polymerer Deckschicht, die einen idealisierten Querschnitt durch eine Abfolge von faser- und matrixreichen Zonen darstellt (vgl. Abb. 2.16). Dabei berücksichtigte er neben der Wärmeausdehnung von Fasern ( $\alpha_r$ ) und Matrix ( $\alpha_m$ ) auch die Fließfähigkeit des geschmolzenen Matrixmaterials, woraus er dann das sog. thermorheologische Prozessmodell ableitete. Das Modell geht von einem Fließen der Matrix ( $\dot{V}$ ) aufgrund des angelegten Drucks aus, wodurch die Schwindung teilweise ausgeglichen und die FDZ verringert wird. Durch die variotherme Temperierung mit langsamer Abkühlung bleibt Matrix länger formbar und die FDZ fällt geringer aus als bei isothermer Verarbeitung und schnellerer Abkühlung. Die Erhöhung des Prozessdrucks führt ebenfalls zu geringerer FDZ, da die Fließprozesse dadurch begünstigt werden.



Abb. 2.16: Prozessmodell zur Ausprägung der Faserdurchzeichnung nach Hildebrandt, Abbildung aus [42]

Hildebrandt greift zur Beschreibung der Formbarkeit auf das Konzept der No-Flow Temperatur (T<sub>NF</sub>) zurück, das sich auf die Temperaturschwelle bezieht, die bestimmt, ob das Material unter einer aufgebrachten Kraft fließen kann. Dies ist ein Kritikpunkt an dem Modell, da die No-Flow Temperatur eine Hilfsgröße ist, die typischerweise in der Spritzgusssimulation verwendet wird und nur einen geschätzten Wert und keine physikalische Eigenschaft des Materials darstellt. Trotz der häufigen Verwendung in der Simulation ist ihre Aussagekraft immer noch umstritten [85]. Auch die Modellierung der Schwindung unterliegt der Kritik, da das Modell davon ausgeht, dass das Material oberhalb der Glasübergangstemperatur und unter Druck von der Werkzeugwand wegschwinden kann. Dies führt dann zu einer lokalen Ablösung von Form und Laminat und aufgrund von Druckspitzen an den Kontaktstellen wird ein Fließen induziert. Wird jedoch Druck auf die gesamte Oberfläche ausgeübt und befindet sich das Material in einem verformbaren Zustand, so wird es aufgrund des hydrostatischen Drucks der geschmolzenen Matrix während des Abkühlens immer Kontakt zur Form halten [8]. Dennoch zeigt das Modell von Hildebrandt gute Korrelationen zwischen den Prozessparametern beim Thermoformen und der gemessenen Oberflächenausprägung.

#### 2.4.5 Materialseitige Ansätze zur Optimierung der Faserdurchzeichnung

Zur materialseitigen Modifikation der Oberflächenqualität von FKV existieren in der Literatur verschiedene Ansätze. Eine Möglichkeit, die unmittelbar an der Ursache der FDZ angreift, ist der Einsatz von schwindungsreduzierenden Additiven und Füllstoffen in der Matrix. Hierdurch kann die Volumenverringerung von Fasern und Matrix beim Abkühlen bzw. Aushärten angeglichen und das Ausprägen von FDZ reduziert oder nahezu vollständig verhindert werden. Wang und lobst zeigten, dass sich bei einem mit Glasfasergewebe verstärkten Vinylesterharz durch den Einsatz von sog. Low-Profile-Additiven (LPA) und Calciumcarbonat als Füllstoff die FDZ deutlich verringern ließ [86]. Schubel et al. erreichten ähnliche Ergebnisse beim Einsatz von LPA und Blähton als Füllstoff, womit sie die FDZ bei den von ihnen betrachteten Laminaten aus Wirrglasfasermatten und ungesättigtem Polyesterharz ebenfalls signifikant reduzieren konnten [72]. Lück zeigte, dass sich Partikelgröße und Füllstoffgehalt in einer thermoplastischen Matrix so auslegen lassen, dass die Füllstoffpartikel durch die Gewebefäden der Faserverstärkung ausgefiltert werden. Hierdurch reichert sich der Füllstoff in den matrixreichen Gewebezwickeln an und verringert dort die Schwindung stärker als innerhalb der Faserstränge, wodurch sich die Gesamtschwindung homogenisiert und die FDZ geringer ausfällt [11].

Es besteht ebenfalls die Möglichkeit, an der Verstärkungsstruktur selbst anzusetzen. Reuter stellte fest, dass die FDZ bei gewebeverstärkten Laminaten stärker ausgeprägt ist als bei Verstärkungen aus Gelegen oder Wirrfasermatten, was auch von Blinzler bestätigt werden konnte [7, 8].

Basierend auf den Erkenntnissen von Kia wurde auch das Thema polymerer Deckschichten intensiv untersucht. Reuter zeigte, dass thermoplastische Folien als Deckschicht für duroplastische Laminate im Resin-Transfer-Molding-Verfahren (RTM) eingebracht und die FDZ reduzieren können [7]. Massarello et al. zeigten bei den von ihnen untersuchten UD Laminaten mit duroplastischer Matrix, dass das Aufbringen einer zusätzlichen Deckschicht aus dem Matrixpolymer mit 0,25 mm Dicke die FDZ vollständig eliminiert [69]. Wang und lobst zeigten einen darauf basierenden Ansatz, bei dem die Laminate zunächst teilweise ausgehärtet, die Oberfläche dann sukzessive mit frischem Harz geflutet und final ausgehärtet wurden, wodurch sich die FDZ ebenfalls stark reduzieren ließ [86]. Hildebrandt zeigte bei der Untersuchung gewebeverstärkter Laminate mit PC-Matrix eine Reduktion der von ihm untersuchten Oberflächenwelligkeit als Maß für die FDZ von 26 % bzw. 27 % bei Aufbringen einer 300 µm dicken Folie aus PC auf die Laminate [42]. Die Untersuchungen von Lin et al. [87] sowie Kuo et al. [78] schlagen eine Anpassung des Lagenaufbaus der Laminate vor, um die sich durchzeichnende Faserstruktur weiter in Richtung des Laminatkerns zu verschieben, bzw. steife und dicke polymere Zwischenlagen einzufügen, um einen Puffereffekt für die FDZ zu erzeugen. Guedes et al. untersuchten den Effekt einer dünnen polymeren Deckschicht mit zur Schwindungsreduktion eingebrachten Kohlenstoffnanoröhren und konnten ebenfalls eine signifikante Verringerung der FDZ feststellen [79].

Ein weiterer Ansatz, der häufig auch in Kombination mit der Erhöhung der polymeren Deckschichtdicke praktiziert wird, ist die Verwendung von Vliesstoffen mit ungerichteter Faseranordnung als äußere Faserlage. Hierdurch soll das insbesondere bei Geweben stark ausgeprägte Muster der FDZ durch die randomisierte Struktur überlagert und das Erscheinungsbild damit homogenisiert werden. Reuter untersuchte den Einfluss von Vliesstoffen aus verschiedenen Materialien (Glas, Polyacrylnitril (PAN), Polyethersulfon (PES)) und unterschiedlichen Herstellungsverfahren auf Oberflächen von im RTM-Verfahren hergestellten Laminaten. Er zeigte, dass Vliese mit einer gleichmäßig verteilten, feinen Faserstruktur und geringer Faserbündelung zu einer Verringerung der gewebeinduzierten FDZ führen [7]. Hölzel und Michaeli beobachteten eine Reduktion der FDZ bei gewebeverstärktem PP durch das Aufbringen einer Decklage bestehend aus Glasfaservlies und darüberliegender Folie aus PA [88]. Auch Hildebrandt modifizierte die Oberfläche von gewebeverstärkten Laminaten mit Wirrglasvlies sowohl mit als auch ohne zusätzliche Deckschicht aus PC-Folie. Er beobachtete für die Vlieskaschierung eine vergleichbare Verringerung der FDZ wie bei der reinen Foliendeckschicht. Bei der Kombination von Vlies und Folie wurde die beste wahrgenommene Oberflächenqualität erreicht, dies konnte allerdings mit den zur Charakterisierung der FDZ herangezogenen Kennwerte nicht zahlenmäßig abgebildet werden [42].

Auch der Effekt von Oberflächenbeschichtungen zur Reduktion der FDZ wurde untersucht. Reuter befasste sich dahingehend mit Gel-Coats (vor der Konsolidierung auf dem Werkzeug aufgebrachte Harzsysteme, welche teilweise aushärten und die Werkzeugoberfläche exakt abbilden sollen) und Lackierungen. Er fand heraus, dass Gel-Coats sich gut zur Verdeckung von FDZ eignen und die wahrgenommene Oberflächenqualität verbessern können. Lackierungen können dies nur teilweise leisten, da insbesondere langwellige Oberflächenstörungen nicht gut verdeckt werden und hochglänzende Lackierungen die regelmäßige Struktur der FDZ zusätzlich hervorheben [7]. Zu ähnlichen Aussagen hinsichtlich einer Lackierung kommt auch Blinzler, der ebenfalls eine Verstärkung der wahrgenommenen Oberflächenwelligkeit durch Hochglanzlacke beobachtete. Er zeigte eine Reduktion der FDZ auf gewebeverstärktem PA 6.6 sowie gewebeverstärktem PC bei Erhöhung der Lackschichtdicke [8]. Lin et al. untersuchten den Effekt der Dicke von Gel-Coats und kamen dabei ebenfalls zu dem Schluss, dass eine Erhöhung der Dicke zu einer geringer ausgeprägten FDZ führt [87]. Neben einer Sprühlackierung untersuchte Blinzler auch die Applikation einer Lackfolie aus einer ASA/PC-Trägerfolie, einer pigmentierten Schicht aus Polymethylmethacrylat (PMMA) und einer PMMA-Decklage auf gewebeverstärktem PC und konnte eine starke Verringerung der FDZ feststellen. Diese war allerdings insbesondere durch die Dicke der Lackfolie (1 mm) bedingt, wodurch diese eine hohe Steifigkeit aufweist und so die FDZ unterdrückt [8].

Insgesamt zeigt sich in der Literatur, dass die materialseitige Reduktion von FDZ mit erheblichem Aufwand hinsichtlich Matrixmodifikation, Herstellungsverfahren sowie Nachbearbeitungsschritten verbunden ist. Dies geht mit einem erhöhten Zeitbedarf sowie höheren Kosten einher. Möglichkeiten zur Reduktion der FDZ innerhalb bestehender Herstellungs- und Verarbeitungsprozesse sollten daher verstärkt untersucht werden, um diesen Aufwand zu minimieren.

# 2.4.6 Zusammenfassende Bewertung der Forschung zur Oberflächenausprägung kontinuierlich faserverstärkter FKV

Aus dem betrachteten Stand der Technik ergeben sich einige Angriffspunkte für ein besseres Verständnis der Oberflächenausprägung und der darauf aufbauenden Optimierung der Oberflächenqualität kontinuierlich faserverstärkter FKV. Diese stellen den Ausgangspunkt der weiteren Untersuchung dar und werden im Folgenden kurz erläutert.

UD-Laminate weisen aufgrund ihrer homogeneren Faser-Matrix-Verteilung ein höheres Potenzial zur Erzielung hoher Oberflächenqualitäten auf als gewebeverstärkte Laminate (vgl. Kapitel 2.4.2). Im Gegensatz zu Geweben sind die Faserbündel bei UD-Laminaten allerdings nicht regelmäßig, sondern unterliegen einer statistischen Verteilung, wodurch die FDZ kein periodisches Muster darstellt. Es existieren bisher keine quantifizierbaren Erkenntnisse, wie diese Verteilung sich auf die Oberflächenausprägung auswirkt. Auch der Einfluss verschiedener Faserorientierungen im Lagenaufbau auf die FDZ ist bisher noch nicht konkret untersucht.

Der Einsatz amorpher Thermoplaste bietet aufgrund der nicht vorhandenen Kristallisationsschwindung einen Vorteil gegenüber teilkristallinen Polymeren zur Verringerung der FDZ. Thermoplaste weisen in der Regel eine deutlich höhere thermischen Ausdehnung auf als typische Verstärkungsfasern, weshalb der Effekt der Matrix auf die Schwere der FDZ dem der Fasern überwiegt. Da im Formprozess die Oberfläche bis zum Glasübergang eben abgeformt werden kann, sind die thermische Ausdehnung im Festkörperzustand und die Differenz von Glasübergangs- zu Gebrauchstemperatur die maßgeblichen Einflüsse nach der Umformung (vgl. Kapitel 2.4.2 und 2.4.4).

Die Verarbeitung thermoplastischer Laminate im variothermen Thermoformprozess führt tendenziell zu geringerer FDZ als die isotherme Verarbeitung (vgl. Kapitel 2.4.2). Durch die variotherme Prozessführung steigt allerdings die Komplexität aufgrund zusätzlicher Prozessgrößen, z. B. Haltezeiten oder unterschiedlicher Abkühlraten (vgl. Kapitel 2.3). Eine umfassende, gemeinsame Untersuchung der relevanten Prozessgrößen und die statistische Auswertung von direkten sowie Interaktionseffekten kann dazu beitragen das Prozessverständnis zu verbessern und die erhöhte Komplexität handhabbar zu machen.

Für die Bewertung der FDZ anhand quantitativer Kenngrößen gibt es bisher kein einheitliches Vorgehen. Es existiert eine Vielzahl von Mess- und Bewertungsverfahren, die größtenteils auf den Normen der GPS aufbauen, sich aber hinsichtlich Messauflösung, Filterung und Auswahl der Kennzahlen unterscheiden, worunter die Vergleichbarkeit leidet (vgl. Kapitel 2.4.3). Die Entwicklung einer einheitlichen, anpassbaren Analysemethode ist ein wichtiger Schritt zum besseren Verständnis der FDZ und der gezielten Optimierung.

Das modellhafte Verständnis der Entstehung der FDZ berücksichtigt bisher zwar Effekte von Schwindung und thermischer Ausdehnung, nicht aber das allen Polymeren inhärente pvT-Verhalten, das die Entwicklung des spezifischen Volumens im Verarbeitungsprozess in Abhängigkeit der Druck- und Temperaturführung abbildet (vgl. Kapitel 2.4.4). Hierdurch könnten z. B. auch Effekte verschiedener Abkühlgradienten oder die Interaktion von Temperatur und Druck auf die Glasübergangstemperatur und das Schwindungsverhalten abgebildet und berücksichtigt werden.

Die Vielzahl an Effekten und Einflussmöglichkeiten zur Verbesserung der Oberflächenqualität erschwert insbesondere im industriellen Kontext ein gezieltes Vorgehen. Ausgehend von den Erkenntnissen aus der Parameterstudie sowie der modellhaften Betrachtung kann ein Rahmenwerk zur Optimierung für die industrielle Nutzung abgeleitet werden. Dies kann als konkrete Handlungsempfehlung zur Implementierung neuer Materialien sowie zur Optimierung bestehender Prozesse herangezogen werden.

# 3 Materialien & Methoden

# 3.1 Materialien und Anlagentechnik

# 3.1.1 Verwendete Laminate

Für die Untersuchung wurden Mehrschichtlaminate Maezio<sup>®</sup> CF FR 1000 (Covestro AG, Leverkusen, Deutschland) bestehend aus unidirektionalen, PAN-basierten, kommerziellen Kohlenstofffasern und einer flammgeschützten PC-Matrix, Makrolon<sup>®</sup> CR 100 FR [89] verwendet. Die Laminate wurden vom Hersteller auf einer Intervallheißpresse aus acht unidirektionalen Tapelagen hergestellt. Die Faserrichtung der oberen Lage liegt parallel zur kurzen Laminatseite. Um die Auswirkung der FDZ unterschiedlicher Faserorientierungen in Dickenrichtung der Laminate zu untersuchen, wurden zwei verschiedene Lagenaufbauten verwendet. Die für die Untersuchung relevanten Werkstoffkennwerte sind in Tabelle 3-1 dargestellt.

Faser	PAN-basierte Kohlenstofffaser		
Filamentanzahl [-]	60000		
E-Modul [GPa]	250		
Wärmeausdehnungskoeffizient längs [1/K]	0,5 · 10 <sup>-6</sup>		
Wärmeausdehnungskoeffizient quer [1/K]	12,5 · 10 <sup>-6</sup>		
Matrix	Makrolon <sup>®</sup> CR 100	) FR	
Dichte [kg/m <sup>3</sup> ]	1280		
E-Modul [GPa]	E-Modul [GPa] 3,805		
Glasübergangstemperatur (1 bar) [°C]	97		
Wärmeausdehnungskoeffizient [1/K] 63,1 · 10 <sup>-6</sup>			
Laminat Maezio <sup>®</sup> CF FR		000	
Faservolumengehalt [%]	44		
Dichte [kg/m <sup>3</sup> ] 1500			
Lagenaufbau	A: [0/90/0/0] <sub>s</sub>	B: [0/0/90/0] <sub>S</sub>	
Nominale Abmessungen (L x B x D) [mm]	686 x 216 x 1,36		
Mittlere gemessene Dicke [mm]	A: 1,336 ± 0,023 B: 1,323 ± 0,019		
Wärmeleitfähigkeit Dickenrichtung [W/(m·K)]	0,5		
spezifische Wärmekapazität [J/kg]	1000		

Tabelle 3-1 <sup>.</sup>	Werkstoffkennwerte	Fasern	Matrix und	I aminat
	WCINSton Control	r ascin,	Matrix und	Lammat

Die Glasübergangstemperatur der Matrix ist aufgrund der Additivierung im Vergleich zu üblichen PC-Typen deutlich reduziert (vgl. Standard-PC, z. B. Makrolon<sup>®</sup> 2407:  $T_g = 143$  °C), was niedrigere Verarbeitungstemperaturen ermöglicht [90, 91].

#### 3.1.2 Anlagentechnik und Werkzeuge

Die Versuche wurden auf einer Hybrid-Molding-Zelle (KraussMaffei Group GmbH, Parsdorf, Deutschland) durchgeführt, die aus einer Standard-Spritzgießmaschine (SGM), einem Infrarotofen zur Laminatvorheizung (IR-Ofen), einem Knickarmroboter mit hitzebeständigem Greifer und einer Materialzuführung besteht. Die Schließkraft der SGM liegt im Bereich von 800 bis 4000 kN im kraftgeregelten Betrieb. Der IR-Ofen besteht aus zwei sich gegenüberliegenden Infrarotstrahlerfeldern mit integrierten Pyrometern zur Temperaturregelung, um die Laminate schnell und homogen zu erwärmen. Dies wurde bei der Inbetriebnahme des Systems mit vergleichbaren Laminaten validiert. Der IR-Ofen ist unmittelbar über der Trennebene montiert, um kurze Transferzeiten der Laminate in das Werkzeug zu ermöglichen. Das Presswerkzeug (Christian Karl Siebenwurst GmbH & Co. KG, Dietfurt an der Altmühl, Deutschland) ist ein Plattenwerkzeug mit wechselbaren, variotherm wassertemperierten Werkzeugeinsätzen in einem Wechselrahmen (vgl. Abb. 3.1 links). Auf eine geometrische Umformung wurde verzichtet, da die Bewertung der Oberflächen an ebenen Platten weniger komplex ist als an dreidimensional geformten Bauteilen, bei denen die Form lediglich ein Bewertungshindernis darstellt. Das Werkzeug hat zwei Kavitäten mit einer Pressfläche von jeweils 220 mm x 146 mm, für die Versuche wurde nur die obere ausgewertet. Der Kavitätsspalt ist durch variable Abstandsblöcke an der Stammform von 0 – 2 mm einstellbar. Die Pressflächen sind seitlich nicht durch Tauchkanten oder Tuschierflächen begrenzt, was in Kombination mit einem Übermaß der Laminate eine vollständige Abprägung der gesamten Werkzeugoberfläche ermöglicht. Bei dem gewählten Parameterfenster (Kapitel 3.2.2) ist trotz der seitlich offenen Kavität kein Matrixaustritt oder Faserverschiebung zu beobachten, weshalb diese Lösung praktikabel ist. Die Laminate werden durch voreilende Haltestifte vom Robotergreifer übernommen und bis zum vollständigen Schließen des Werkzeugs fixiert (vgl. Abb. 3.1).



Abb. 3.1: Schnittzeichnung des Werkzeugs im offenen, halboffenen und geschlossenen Zustand Die Stammform ist isotherm auf 80 °C temperiert, der Wechselrahmen und die Werkzeugeinsätze variotherm im Bereich 70 – 160 °C. Die Werkzeugeinsätze weisen eine enge Anordnung von oberflächennahen Temperierkanälen auf, um schnelle Heiz- und Kühlzyklen sowie eine homogene Oberflächentemperaturverteilung zu ermöglichen. Dies wurde simulativ bei der Werkzeugauslegung bestimmt. Da das Laminat zwischen den Werkzeugeinsätzen gepresst, die Position der beiden Werkzeughälften aber über die Abstandsblöcke am Stammwerkzeug definiert wird, ist das Maß des Kavitätsspalts aufgrund von Wärmedehnung abhängig von der Werkzeugtemperatur der Wechseleinsätze. Der Werkzeugstahl (1.2343 ESU) besitzt im betrachteten Temperaturfenster einen annähernd konstanten Wärmeausdehnungskoeffizienten (12,4 · 10<sup>-6</sup> / K, [92]), was zu einer linearen Reduktion des Kavitätsspaltes mit steigender Temperatur führt (vgl. Abb. 3.2). Durch die engere Kavität wird ein höherer Anteil der Schließkraft über das Laminat und nicht die Abstandsblöcke abgetragen und der Druck auf dem Laminat steigt. Beim Abkühlen des Werkzeugs während des Pressvorgangs sinkt der Druck durch Kontraktion der Werkzeugeinsätze dementsprechend. Aufgrund der linearen Änderung des Kavitätsmaßes kann ebenso von einer linearen Veränderung des Drucks ausgegangen werden. Bei der maximalen Temperaturspanne von 70 - 160 °C beträgt die Änderung des Kavitätsspalts 0,23 mm und liegt damit eine Größenordnung über der Standardabweichung der Laminatdicke (vgl. Tabelle 3-1). Der Effekt der Wärmeausdehnung der Kavität auf den Druck fällt demnach deutlich stärker ins Gewicht als die Dickenvarianz der Laminate.



Abb. 3.2: Änderung des Kavitätsspaltes in Abhängigkeit der Werkzeugtemperatur (bezogen auf Nennmaß bei 80 °C)

Der Einsatz auf der festen Werkzeugseite hat eine Hochglanzoberfläche, da diese keine zusätzliche Struktur auf die Laminate aufprägt und die FDZ damit gut beurteilt werden kann. Die bewegliche Seite ist als Strichpolitur ausgeführt (vgl. Abb. 3.3). Die Hochglanzseite der Wechseleinsätze ist mit einer Caveo® Diffusionsbeschichtung zur Erhöhung der Oberflächenhärte und einer Sipolox® 2 Beschichtung (hotec GmbH, Herford, Deutschland) zum vereinfachten Entformen und Vermeiden von Rückständen versehen. Alle Flächen im Werkzeug, die in Kontakt mit den Laminaten kommen, wurden außerdem mit dem semi-permanenten Formtrennmittel Frekote® 770-NC (Henkel AG & Co. KGaA, Düsseldorf, Deutschland) beschichtet.



Abb. 3.3: Presswerkzeug (links: feste Werkzeugseite mit Hochglanz- sowie Strichpolitur, rechts: bewegliche Werkzeugseite)

Bei der variothermen Temperiereinheit für die Formeinsätze handelt es sich um ein "Variotherm ATT H" System (SINGLE Group, Hochdorf, Deutschland) mit Wassertemperaturen von bis zu 200 °C und leistungsstarken Heiz- und Kühlkreisläufen zum Ermöglichen schneller Temperaturzyklen mit am Werkzeug gemessenen Heizraten von 0,5 – 1,0 K/s und Kühlraten von 0,2 – 2,4 K/s. Aufgrund der notwendigen Druckbeaufschlagung zur Erhitzung des Wassers über 100 °C im flüssigen Zustand ergeben sich anlagentechnisch begründete, maximale Temperaturdifferenzen zwischen Heiz- und Kühlkreislauf, um Druckstöße beim Umschalten zwischen den Kreisläufen zu vermeiden. Diese fallen je nach gewählter Heizkreistemperatur unterschiedlich aus, was für das Parameterfenster der Untersuchung zuvor betrachtet und validiert wurde.

#### 3.2 Versuchsplanung und -durchführung

#### 3.2.1 Versuchsablauf

Die Laminate wurden den Herstellerangaben entsprechend für vier Stunden bei 80 °C in einem Trockenlufttrockner vorgetrocknet, um feuchtigkeitsbedingte Effekte wie z. B. übermäßige Delamination und Blasenbildung zu vermeiden. Unmittelbar vor den Versuchsläufen wurden sie aus dem Trockner entnommen und in die Materialzuführung der Maschine eingelegt, um die Feuchtigkeitsaufnahme bis zur Versuchsdurchführung möglichst gering zu halten. Der Ablauf eines Versuchsdurchganges entspricht dem in Abb. 3.4 dargestellten Schema. Ein Laminat wird vom Roboter aus der Materialzuführung entnommen, in den IR-Ofen überführt und pyrometergeregelt exakt auf die gewünschte Vorwärmtemperatur aufgeheizt. Nach dem Erreichen dieser Temperatur an den Messpunkten verbleibt das Laminat noch einige Sekunden zur Homogenisierung der Temperatur über die gesamte Fläche und Dicke im Ofen. Der Heizvorgang dauert dabei je nach gewünschter Laminattemperatur bis zu 60 Sekunden. Anschließend wird das aufgeheizte Laminat durch eine geöffnete Klappe am unteren Ende des Ofens in das Werkzeug abgesenkt und an federbelastete Haltestifte im Inneren der Kavität übergeben. Dann wird das Werkzeug geschlossen und die Schließkraft aufgebracht. Das Werkzeug befindet sich zunächst im heißen Zustand (100 – 160 °C), welcher für die Dauer einer gewählten Haltezeit aufrechterhalten wird. Nach dem Verstreichen der Haltezeit wird die Werkzeugtemperierung auf Kühlbetrieb umgeschaltet und das Laminat mit einer definierten Kühltemperatur (40 – 60 °C) abgekühlt, während die Schließkraft beibehalten wird. Nach Erreichen der gewählten Entformungstemperatur wird die Schließkraft abgebaut und das Laminat entformt (vgl. Abb. 3.5).



Abb. 3.4: Ablauf des variothermen Thermoformprozesses mit externer IR-Aufheizung





#### 3.2.2 Untersuchte Prozessparameter und statistische Versuchsplanung

Die Versuche wurden mittels statistischer Versuchsplanung unter Einsatz der Software DesignExpert (Stat-Ease, Inc., Minneapolis, USA) konzipiert. Aufgrund von Vorversuchen, bereits gesammelter Erfahrung mit den Materialien und Werkzeugen sowie der Analyse des Stands der Technik wurde ein quadratisches Versuchsdesign nach der Response Surface Methode (RSM) erstellt. RSM Designs eignen sich besonders für die Modellierung und Optimierung der Effekte aus der Variation einzelner oder mehrerer quantitativer Faktoren (z. B. Prozessparametern) mit kontinuierlichen Ergebnisvariablen (z. B. Oberflächenkenngrößen). Ziel ist das Aufspannen einer Fläche im Ergebnisraum (der sog. Response Surface), die das Ergebnis als Funktion der Faktoren darstellt und somit eine Vorhersage der Effekte verschiedener Faktoreinstellungen auf das Ergebnis ermöglicht. Die Wahl eines quadratischen Designs ermöglicht sowohl die Abbildung von linearen als auch quadratischen Faktoreffekten, wodurch beispielsweise progressive oder degressive Effekte berücksichtigt werden können. [93]

Bei der betrachteten Problemstellung ermöglicht das RSM Design die Modellierung der Oberflächenqualität anhand der Prozessparameter und die Bestimmung der signifikanten Parametereinflüsse. Damit liefert es eine gute Basis zur Untersuchung der Mechanismen der Oberflächenausprägung. Zudem stellt es einen Ausgangspunkt zur Optimierung des Prozesses im industriellen Kontext dar, z. B. zum Erreichen der bestmöglichen Oberflächen oder durch Auswahl wirtschaftlicher Parameterkombinationen bei anwendungsspezifisch ausreichend hoher Oberflächenqualität.

Zur effizienten Durchführung der Versuche wurde auf ein Split-Plot-Design zurückgegriffen, welches das Gruppieren von Versuchsläufen anhand bestimmter Kriterien erlaubt und trotzdem noch einen hinreichend randomisierten Versuchsplan ergibt. Hierzu werden einzelne Faktoren als schwer veränderlich definiert und deren Einstellung für mehrere Versuchsläufe konstant gehalten. Diese werden als Gruppe zusammengefasst und als sog. Haupteinheiten bezeichnet. Die einzelnen Versuchsläufe innerhalb der Haupteinheiten werden als Untereinheiten bezeichnet. Bei der Versuchsplanung werden dann sowohl die Untereinheiten als auch die Haupteinheiten randomisiert. Für die Untereinheiten besteht eine vollständige Randomisierung über den gesamten Versuchsplan, für die Haupteinheiten jeweils nur über die Anzahl der Gruppen. [94] Hierdurch können in der Praxis beispielsweise Umbauvorgänge minimiert werden.

Zunächst wurde ein Versuchsplan mit 58 Versuchsläufen in sieben Gruppen erstellt, ausgeführt und ausgewertet. Zur Verifikation der Ergebnisse sowie zum Überprüfen schwacher Signifikanzen wurde der bestehende Plan anschließend um weitere 57 Versuchsläufe in acht Gruppen mit identischen Faktoren und Faktorbereichen erweitert. Damit ergibt sich ein finaler Umfang von 115 Versuchsläufen in 15 Gruppen, aufgeteilt in zwei Blöcke, welche dann gemeinsam ausgewertet wurden. Ein Überblick über die verwendeten Faktoren und Faktorbereiche, welche im Folgenden genauer erläutert werden, ist in Tabelle 3-2 dargestellt.

Faktor	Bezeichnung	Einheit	Min.		Мах	ζ.	
А	<i>Laminatvorheiztemperatur</i> T <sub>L</sub>	°C	220		260		
В	Werkzeugtemperatur zu Beginn der Umformung T <sub>W,S</sub>	°C	100	100		160	
С	Haltezeit t <sub>H</sub>	s	0		60		
D	Kühltemperatur T <sub>W,K</sub>	°C	40	40		60	
е	Laminat-Kavität-Dickenverhältnis ε	-	1.21	1.	27	1.33	
F	Schließkraft Fs	kN	800		3200		
G	<i>Entformungstemperatur</i> T <sub>W,E</sub>	°C	70	8	0	90	
Н	Lagenaufbau L	-	A [0/90/0	/90/0/0]s		B [0/0/90/0]s	

Tabelle 3-2: Faktoren und Faktorbereiche des Versuchsdesigns

Die Laminatvorheiztemperatur T<sub>L</sub> bestimmt das anfängliche Umformverhalten und die maximale Wärmeenergie, die das Laminat zu Beginn der Umformung beinhaltet. Sie orientiert sich am Verarbeitungstemperaturbereich der Laminate, welcher durch den Hersteller empfohlen wird. Die Werkzeugtemperatur zu Beginn der Umformung T<sub>W,S</sub> ist die Temperatur des Heißwasserkreislaufs des Temperiersystems und es wird angenommen, dass sie den größten Einfluss auf die Oberflächenqualität hat, da sie einen direkten Einfluss auf die Kontakttemperatur von Laminat und Werkzeug hat. Der Minimalwert wurde nahe der Glasübergangstemperatur der Matrix bei Normaldruck (T<sub>g</sub> = 97 °C) festgelegt. Der Maximalwert wurde so gewählt, dass die Temperatur deutlich oberhalb des Minimalwertes liegt und diese beim Aufheizen nach Ende des vorhergehenden Prozessdurchgangs in weniger als 15 Minuten erreicht werden kann. So soll einerseits ein hohes Potenzial für eine gute Oberflächenabformung gegeben sein, andererseits die Zeit für einen Versuchsdurchlauf möglichst reduziert werden, damit der Prozess auch für die industrielle Anwendung interessant bleibt. Die Haltezeit tH ist die Dauer vom Schließen des Werkzeugs bis zum Umschalten auf den Kühlbetrieb und wurde eingeführt, um die Homogenisierung der Temperatur von Laminat und Werkzeug zu berücksichtigen und eventuelle Fließprozesse der Matrix zu ermöglichen. In Vorversuchen wurde ermittelt, dass sich der visuelle Eindruck der Laminate ab ca. 60 s Haltezeit unter Beibehaltung der anderen Prozessgrößen nicht weiter verändert und dies daher als Obergrenze definiert. Die *Kühltemperatur* T<sub>W,K</sub> ist die Temperatur des Kaltwasserkreislaufs des Temperiersystems. Sie definiert den Abkühlgradienten des Werkzeugs, der von der Temperaturdifferenz zwischen Heiß- und Kaltwasserkreislauf abhängig ist. Die niedrigste Kühltemperatur wurde Aufgrund der in Kapitel

3.1.2 beschriebenen Restriktionen zur Verhinderung von Druckstößen gewählt, welche erst unterhalb dieser Temperatur auftreten. Die höchste Kühltemperatur wurde so gewählt, dass auch bei der später erläuterten niedrigsten Entformungstemperatur ein ausreichendes treibendes Temperaturgefälle zur effektiven Abkühlung besteht. Das *Laminat-Kavität-Dickenverhältnis (LKD) ε* beschreibt das Verhältnis der Nenndicke der Laminate d<sub>L</sub> geteilt durch das Nennmaß des Kavitätsspalts d<sub>K</sub>. Das LKD wird in der Versuchsplanung als diskreter Faktor behandelt, da die Einstellung des Kavitätsspaltes stufenweise erfolgt und die Laminatdicke einen festgelegten Wert darstellt. Die Werte sind alle größer als 1, da nur auf diese Weise Druck auf das Laminat ausgeübt werden kann. Der Bereich wurde so gewählt, dass in Kombination mit den anderen Faktoreinstellungen ein homogenes Abprägen der Werkzeugoberfläche auf dem Laminat erreicht wird, was in Vorversuchen ermittelt wurde. Aufgrund des Aufwands für den Umbau des Kavitätsmaßes (Abkühlen, Umbauen, Aufheizen) wurde ε als schwer veränderlicher Faktor gewählt, weshalb die Faktorbezeichnung zur Verdeutlichung als Kleinbuchstabe gewählt ist. Auf diese Weise konnte die Anzahl der notwendigen Umbauten auf insgesamt 15 Vorgänge beschränkt werden und dieser Umstand statistisch

bauten auf insgesamt 15 Vorgänge beschränkt werden und dieser Umstand statistisch korrekt behandelt werden. Die Schließkraft Fs ist die Einflussgröße, mit der Druck auf das Laminat ausgeübt wird, da die SGM kraft- statt druckgeregelt arbeitet. Auch hier wird von einem großen Einfluss auf die Oberflächenqualität der gepressten Teile ausgegangen, da die Schließkraft die Werkzeugoberfläche auf dem Laminat abprägt. Der Bereich wurde vom minimalen Einstellwert der SGM bis zum Vierfachen dessen gewählt, um ein breites Prozessfenster abzubilden. Bei vollständiger Abprägung der Pressfläche auf dem Laminat kann damit ein maximaler Druck von ca. 500 bar erzielt werden<sup>1</sup>. Die *Entformungstemperatur* T<sub>W.E</sub> ist der Schwellenwert für das Lösen der Schließkraft und das Herausnehmen des Teils aus der Form, wonach es frei auf Raumtemperatur abkühlt. Sie bestimmt das Temperaturverhältnis zwischen Kern und der Oberfläche des Laminats für die verbleibende drucklose Abkühlung und könnte somit einen Einfluss auf die Schwindungseffekte haben. Die maximale Entformungstemperatur wurde so gewählt, dass sie knapp unterhalb der Glasübergangstemperatur der Matrix bei Normaldruck liegt. Die minimale Entformungstemperatur wurde in Abwägung mit der zuvor erläuterten Kühltemperatur so gewählt, dass sie möglichst niedrig und aufgrund des minimalen, treibenden Temperaturgefälles innerhalb von maximal

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Druck bei Verteilung der Schließkraft über beide Kavitäten im Werkzeug: 3200 kN / (220 mm x 146 mm x 2) = 49,81 N/mm<sup>2</sup> = 498,1 bar

zehn Minuten erreichbar ist. Aufgrund von Einschränkungen bei den Prozesseinstellungen wurde sie als diskreter Faktor mit drei Stufen gewählt. Der *Lagenaufbau L* ist der einzige kategorische Faktor im Versuchsdesign und berücksichtigt die verschiedenen verwendeten Laminate, die sich durch die Position der 90°-Lagen in der Stapelfolge unterscheiden. Damit wird das Ausmaß der FDZ in Abhängigkeit der Position der vorliegenden Faserbündel im Materialquerschnitt sowie ein Puffereffekt bei mehreren in derselben Ausrichtung gestapelten Tapelagen betrachtet.

Neben den randomisierten Versuchsläufen wurde eine sog. Center Group betrachtet. Hierfür wurden alle Faktoreinstellungen auf den Mittelwert festgelegt und jeweils sechs Proben pro Lagenaufbau mit diesen Einstellungen hergestellt. Bezeichnet werden sie im Folgenden als S-01 – S-06 für Aufbau A sowie S-07 – S-12 für Aufbau B. Diese Proben dienen dazu, die Auswirkungen der Laminatqualität – insbesondere der Faser-Matrix-Verteilung – bei gleichbleibenden Prozesseinstellungen zu bewerten. Zudem wurde anhand der Center Group die Aussagekraft der im nachfolgenden Kapitel erläuterten Oberflächenkenngrößen in Bezug auf die FDZ sowie die allgemeine Oberflächenqualität der Laminate analysiert.

Im Anschluss an die Versuche werden die Oberfläche der hergestellten Proben mit dem im nachfolgenden Kapitel 3.3 erläuterten Verfahren analysiert und Kennzahlen abgeleitet. Die Ergebnisse der Oberflächenanalyse werden in DesignExpert statistisch ausgewertet. Zunächst wird ein mathematisches Regressionsmodell an die Datensätze gefittet und algorithmisch um nicht signifikante Faktoren bereinigt. Anschließend werden die bereinigten Modelle überprüft und dann statistische Artefakte (z. B. Ausreißer aufgrund von Fehlmessungen) sowie Faktoren und Faktorinteraktionen mit schwachen Signifikanzniveaus (p-Wert > 0,05) manuell entfernt. Für jedes Modell wird dann das Bestimmtheitsmaß R<sup>2</sup> berechnet. Es beschreibt die Anpassungsgüte des Regressionsmodells an den Datensatz und damit den erklärten Anteil in der Streuung des Modells. Das adjustierte Bestimmtheitsmaß  $\overline{R}^2$  ist ein modifizierter Wert, der die Anzahl der in das Modell eingeflossenen Faktoren berücksichtigt. Dies ist notwendig, da mit jedem hinzugenommenen Faktor der Wert von R<sup>2</sup> für ein gegebenes Modell steigt, was gegebenenfalls zu einer Überanpassung des Modells an den Datensatz führt. Dadurch sind Modelle mit einer unterschiedlichen Faktoranzahl schlecht vergleichbar. R<sup>2</sup> ermöglicht hingegen einen besseren direkten Vergleich zweier unterschiedlicher Modelle.

### 3.3 Oberflächenanalyse und -auswertung

## 3.3.1 Messmethode und Ermittlung der relevanten Auflösung

Zur Bewertung der Oberflächenqualität und der FDZ an den hergestellten Proben wurden flächige Topographiemessungen mit einem chromatischen Weißlichtprofilometer (WLP) MicroProf (FRT Metrology, Bergisch Gladbach, Deutschland) durchgeführt. Das Gerät arbeitet berührungslos über einen optischen Sensor, wodurch eine Beschädigung der kratzempfindlichen Oberfläche vermieden wird. Die Probe wird auf einem Verfahrtisch platziert und mit einem chromatischen Weißlichtsensor abgerastert (technische Daten siehe Tabelle 3-3).

Eigenschaft	Wert
Messbereich	600 μm
Maximale Auflösung z	6 nm
Maximale Auflösung x, y	2 µm
Wiederholgenauigkeit	< 0,00009 x Messlänge
Messgenauigkeit	< 0,00033 x Messlänge + 0,001 x Messhöhe

 Tabelle 3-3:
 Technische Daten des chromatischen Weißlichtsensors [95]

Hierbei wird ein weißer Lichtpunkt durch eine Optik mit stark wellenlängenabhängiger Brennweite geschickt und anschließend auf der Probenoberfläche fokussiert. Das Spektrum des auf der Probe reflektierten Lichts weist ein Intensitätsmaximum auf, das mit der am stärksten reflektierten Wellenlänge korrespondiert. Damit lässt sich die Entfernung zwischen Sensor und Fokuspunkt ermitteln (vgl. Abb. 3.6).



Abb. 3.6: Probe während der WLP-Messung (links); Funktionsprinzip WLP (rechts), Abbildung nach [95]

Die Messung besteht aus einer Reihe von aufeinanderfolgenden Linienscans mit definiertem Abstand, welche dann zusammengefasst die flächenmäßige Topographie der Probe darstellen. Die Linien werden in x-Richtung gemessen, anschließend verfährt die Probe in y-Richtung und die nächste Linie wird abgefahren. Die Proben sind so auf dem Messtisch platziert, dass die Linien senkrecht zur Faserorientierung der Decklage (0°-Richtung des Laminats) liegen. Der Messbereich soll nach ISO 25178-3 das größte relevante Oberflächenmerkmal mindestens fünfmal enthalten [96]. Zur Bestimmung dieser Größenordnung wurde die FDZ in der Mitte mehrerer zufällig ausgewählter Proben visuell begutachtet und der breiteste sichtbare Faserstrang exemplarisch gemessen. Die dabei maximal ermittelte Breite liegt bei rund 2,5 mm. Um mindestens fünf Perioden dieser Oberflächenmerkmale abzubilden, wurde der Messbereich auf 12,5 mm x 12,5 mm festgelegt. Da es bei der Ausrichtung der Proben auf dem Messtisch zu Ungenauigkeiten kommen kann, wurde der Messbereich um eine weitere Periode auf 15 mm x 15 mm vergrößert. Dies erlaubt die nachträgliche Rotation und einen Randbeschnitt der Messdaten zur korrekten Auswertung. Der Messfleck wurde in der Probenmitte platziert und zur besseren Nachverfolgbarkeit mit einem Aufkleber mit quadratischem Ausschnitt von 20 mm x 20 mm markiert (vgl. Abb. 3.7). Die Messung selbst wurde anschließend mittig in diesem markierten Bereich durchgeführt.





Das WLP rastert die Oberfläche mit einem einzigen Messpunkt ab, so dass die Dauer einer Messung mindestens quadratisch mit der lateralen Auflösung ansteigt (ohne Berücksichtigung der Verfahrbewegungen vor Beginn einer neuen Linie). Um eine effiziente Erfassung der relevanten Oberflächenmerkmale in möglichst kurzer Zeit durchzuführen, sollte die Auflösung auf das minimal mögliche Niveau reduziert werden. Um die minimale laterale Auflösung zur Erfassung der FDZ zu bestimmen, wurde auf ein Konzept zurückgegriffen, das bereits von Hildebrandt für gewebeverstärkte Laminate angewandt wurde [42]. Das menschliche Auge kann Strukturen nur bis zu einem bestimmten lateralen Abstand als einzelne Elemente erkennen, unterhalb dessen es sie nur noch als Oberflächenrauheit oder eine Verringerung des Glanzverhaltens identifizierbar. Dies hängt vom Winkelauflösungsvermögen des Auges und dem Betrachtungsabstand ab. Das Winkelauflösungsvermögen des menschlichen Auges Δφ beträgt typischerweise etwa eine Bogenminute (1'). Da dieser Wert aber auch bei guter Sehfähigkeit überstiegen werden kann, wird ein Winkel von 0,75' als Referenz gewählt. Der zu berücksichtigende Betrachtungsabstand I hängt von der jeweiligen Anwendung ab und reicht von wenigen Zentimetern, z. B. bei Konsumgütern wie Laptops, bis zu mehreren Metern, z. B. bei Kfz-Exterieurteilen. Da kleinere Abstände auch zu einer verbesserten räumlichen Auflösung des Auges führen, wurde als Basis für weitere Auswertungen ein minimaler Betrachtungsabstand von 0,2 m gewählt. Der Abstand d, den zwei Strukturelemente voneinander haben müssen, damit das Auge sie noch als getrennte Strukturen wahrnimmt (vgl. Abb. 3.8), lässt sich mit der folgenden Gleichung berechnen, die sich aus den geometrischen Verhältnissen ergibt:

$$d = 2 l \tan\left(\frac{\Delta\phi}{2}\right) \tag{4}$$

Unter Berücksichtigung der gewählten Werte für I und  $\Delta \phi$  ergibt sich für d ein Wert von 44 µm. Um Aliasing (Fehlinterpretation des Messobjekts durch Unterabtastung) zu vermeiden, sollte die Messung die Oberfläche mindestens fünffach überabtasten (ISO 25178-3), weshalb eine laterale Auflösung von 8 µm gewählt wurde. Daraus ergibt sich auf der definierten Messfläche ein Raster von 1876 x 1876 gescannten Punkten.



Abb. 3.8: Geometrische Zusammenhänge der Winkelauflösung des menschlichen Auges, mit Δφ: Winkelauflösung, d: Abstand zweier auflösbarer Strukturelemente, I: Betrachtungsabstand

#### 3.3.2 Datenanalyse und Ableitung von Oberflächenkennwerten

Die gemessene Oberflächentopografie, bestehend aus einer Reihe von Höhenwerten z über den x- und y-Koordinaten, wurde mit der Software MountainsMap<sup>®</sup> (Digital Surf SARL, Besançon, Frankreich) verarbeitet. Der Arbeitsablauf besteht aus dem Bereinigen und Filtern der Messdaten sowie dem Ableiten von Oberflächenkennzahlen. Die Bereinigung umfasst mehrere Schritte, um material- und messungsbedingte Effekte zu berücksichtigen, z. B. das Entfernen von Ausreißern und Messrauschen, das Ausfüllen nicht gemessener Punkte, eine Linienkorrektur aufgrund des rasternden Messverfahrens, die Entfernung der Probenkrümmung, die Ausrichtung der Haupttexturrichtung am Koordinatensystem und das Zuschneiden auf die endgültige Größe. Die Topografie wurde mit einem Gauß-Filter (ISO 16610-61) mit einem Nesting-Index von 0,8 mm gefiltert und anschließend nur die kleinskaligen Oberflächenanteile (sog. S-L-Oberfläche) weiter berücksichtigt. Die S-L-Oberfläche abstrahiert von großflächigen geometrischen Merkmalen (z. B. großflächige Einfallstellen) und ermöglicht den Fokus auf die FDZ sowie lokale Fehlstellen zu legen. Der Nesting-Index wurde so festgelegt, dass eine klare Abbildung der visuellen Wirkung der FDZ möglich wurde (vgl. Abb. 3.9). Dies wurde mittels einer Sensitivitätsanalyse bestimmt und der Wert kann für verschiedene Materialzusammensetzungen variieren.



Abb. 3.9: Oberflächentopographie (Draufsicht) nach Bereinigung und Filterung, FDZ als Linienstruktur klar erkennbar

Die S-L-Oberfläche wird verwendet, um Oberflächenkennzahlen für die weitere Analyse zu extrahieren. Hierzu gehören flächenbezogene Parameter aus DIN EN ISO 25178-2 sowie lineare Parameter aus DIN EN ISO 21920-2. Die verwendeten flächenbezogenen Parameter sind die flächenhafte mittlere quadratische Höhe  $S_q$  zur Beschreibung der allgemeinen Oberflächenebenheit (Gleichung (5)), die flächenhafte maximale Höhendifferenz  $S_z$  (Gleichung (6)) zur Bewertung der Schwere von lokalisierten Unvollkommenheiten wie Poren sowie die flächenhafte Kurtosis  $S_{ku}$  (Gleichung (7)) zur Beschreibung der Höhenverteilungskurve.

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A z^2(x, y) dx dy}$$
(5)

$$S_z = \max(z(x, y)) - \min(z(x, y))$$
(6)

$$S_{ku} = \frac{1}{S_q^4} \frac{1}{A} \iint_A z^4(x, y) dx dy$$
(7)

 $S_q$  und  $S_{ku}$  integrieren die einzelnen Höhenwerte z(x,y) entlang der x- und y-Achse der Messung über die Gesamtmessfläche A der ROI und werden mit dieser nach der Integration normiert. Durch das Ziehen der Wurzel ist  $S_q$  als Standardabweichung der Höhenwerte zu betrachten. Im Vergleich zur mittleren arithmetischen Höhe  $S_a$ , welche lediglich die Beträge der Höhenwerte integriert und normiert, ist  $S_q$  in der Regel statistisch signifikanter und hat häufig auch direkten Bezug zu physikalischen Oberflächeneigenschaften, wie beispielsweise der Streuung von Licht auf Oberflächen [97]. Bei einer Normalverteilung der Höhenwerte hat  $S_{ku}$  mathematisch bedingt einen Wert von drei. Eine Oberfläche mit mehr spitzen Abweichungen führt zu höheren, eine hügelige Oberfläche zu entsprechend niedrigeren Werten.  $S_q$  und  $S_z$  sind Höhenparameter und werden deshalb in µm angegeben,  $S_{ku}$  ist als verrechnete Größe dimensionslos. [98]

Die linearen Parameter werden zur Beschreibung der FDZ verschiedener Lagenorientierungen verwendet. Hierzu wird die lineare mittlere quadratische Höhe R<sub>q</sub> herangezogen, gemessen senkrecht zu den Faserrichtungen im Laminat. Analog zu S<sub>q</sub> werden hier die Höhenwerte z(x) entlang des Profils über die Messlänge I<sub>m</sub> integriert und anschließend normiert. Damit stellt R<sub>q</sub> analog zu S<sub>q</sub> die Standardabweichung des betrachteten Höhenprofils dar. Um Ausreißer aufgrund von Unregelmäßigkeiten (z. B. Poren) zu kompensieren, wurden die R<sub>q</sub>-Werte aus einer Reihe von zehn linearen Profilen gemittelt, die gleichmäßig über den Messbereich verteilt sind (Gleichung (8)). Die sich ergebenden Werte werden als R<sub>q θ</sub> bezeichnet, wobei sich θ auf den Winkel der Faserrichtung in Bezug auf die äußerste Faserlage des Laminats bezieht.

$$R_{q\,\theta} = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^{10} \sqrt{\frac{1}{l_m} \int_{l_m} z(x)^2 dx}$$
(8)

 $R_{q\,\theta}$  beschreibt die FDZ, die durch die Fasern in der entsprechenden Lagenorientierung entsteht. Im hier untersuchten Fall weisen die Laminate Lagen in 0°- und 90°-Richtung auf, daher werden die beiden Parameter  $R_{q\,0°}$  und  $R_{q\,90°}$  betrachtet. Es ist zu beachten, dass die hier betrachteten  $R_{q}$ -Werte nicht unmittelbar mit anderen Rauheitsmessungen z. B. nach DIN EN ISO 4287 vergleichbar sind, da die Messauflösung und der Nesting-Index des Gauß-Filters spezifisch zur Darstellung der Strukturgröße der FDZ gewählt wurden.

### 3.3.3 Evaluation der Aussagekraft der Oberflächenkennzahlen

Im Folgenden wird die Aussagekraft der gewählten Oberflächenkennzahlen auf die Ausprägung der FDZ und weitere auftretende Oberflächeneffekte evaluiert. Hierzu wird wie zuvor erwähnt auf die Proben aus der Center Group des Versuchsdesigns zurückgegriffen. Da diese Proben mit identischen Prozesseinstellungen hergestellt wurden, bieten sie eine gute Basis für die Bewertung.

Abb. 3.10 enthält einen Überblick über alle erfassten und gefilterten Oberflächenprofile. Zur besseren Sichtbarkeit wurde die z-Skala jedes Oberflächenplots individuell für maximalen Kontrast optimiert. Die grafische Darstellung zeigt deutlich das ausgeprägte Linienmuster der FDZ für alle Proben in unterschiedlich starker Ausprägung. Außerdem weisen einige der Proben Poren in unterschiedlichem Ausmaß auf. Die ermittelten Kennzahlen (Tabelle 3-4) spiegeln diese Situation mit einer Reihe von unterschiedlichen Wertekombinationen wider, welche im Folgenden erläutert werden.

Droho	Lagen-	Sq	Sz	S <sub>ku</sub>	R <sub>q 0°</sub>	R <sub>q 90°</sub>
Probe	aufbau	[µm]	[µm]	[-]	[µm]	[µm]
S-01		0.219	6.054	8.711	0.206	0.151
S-02		0.214	8.609	112.042	0.186	0.141
S-03	[0/90/0/0]s	0.168	5.407	9.428	0.158	0.119
S-04		0.182	7.408	17.660	0.178	0.127
S-05		0.180	5.332	17.456	0.170	0.119
S-06		0.171	12.293	192.704	0.170	0.097
S-07		0.159	2.290	3.914	0.151	0.105
S-08	[0/0/90/0] <sub>s</sub>	0.154	11.297	174.349	0.143	0.094
S-09		0.140	2.731	4.625	0.147	0.114
S-10		0.261	9.536	134.078	0.231	0.168
S-11		0.209	11.355	150.777	0.187	0.139
S-12		0.195	13.610	263.619	0.163	0.120

Tabelle 3-4:Gemessene Oberflächenkennzahlen der Center Group (Farbskala grün-weiß-rot vom<br/>niedrigsten bis zum höchsten Wert pro Spalte)



Abb. 3.10: Oberflächentopographie (Draufsicht) der Center Group Proben (z-Skala angepasst für maximalen Kontrast pro Ausschnitt)

S<sub>q</sub> berücksichtigt alle gemessenen Punkte und gewichtet sie quadratisch, so dass sich ein allgemeiner Überblick über die Ebenheit der Oberfläche ergibt; je niedriger S<sub>q</sub>, desto flacher die Gesamttopographie. Das bedeutet, dass Laminate mit geringer FDZ und weniger Poren niedrigere  $S_q$ -Werte aufweisen und umgekehrt. Isoliert betrachtet liefert  $S_q$  keine Auskunft über die Verteilung der Höhenwerte sowie der Häufigkeit oder das Ausmaß lokaler Defekte wie z. B. Poren. Letztere beeinflussen  $S_q$  jedoch, da die gemessenen Höhenwerte quadratisch gewichtet werden und somit Oberflächen mit Poren höhere  $S_q$ -Werte aufweisen als porenfreie Oberflächen (vgl. Abb. 3.11).



Abb. 3.11: Proben mit niedrigstem (S-09, links) und höchstem (S-10, rechts) Wert von Sq, Ausspiegelung mit Streifenraster

 $S_z$ , die Differenz zwischen dem niedrigsten und höchsten gemessenen Punkt, liefert zusätzliche Informationen über die Oberflächenbeschaffenheit. Abb. 3.12 zeigt den Vergleich von  $S_q$  und  $S_z$  der Proben. Hinsichtlich der beiden Faktoren können diese in vier Gruppen unterteilt werden: Niedriges  $S_q$  und  $S_z$  (S-07, S-09), was auf geringe FDZ und keine signifikanten lokalen Defekte hinweist. Niedriges bzw. mittleres  $S_q$  und hohes  $S_z$  (S-06, S-08, S-12) sind ein Indikator für geringe FDZ mit mindestens einem lokalen Defekt. Bei mittlerem  $S_q$  und  $S_z$  (S-01, S-03, S-04, S-05) ist die Aussage dagegen nicht eindeutig. Während ein mittlerer  $S_z$ -Wert auf lokale Defekte hinweist, kann ein mittlerer  $S_q$ -Wert entweder das Ergebnis einer stärkeren FDZ oder einer größeren Anzahl lokaler Defekte sein. Die Kombination aus mittlerem bzw. hohem  $S_q$  und hohem  $S_z$  (S-02, S-10, S-11) zeigt die gleiche Mehrdeutigkeit.



Abb. 3.12: Vergleich der Werte von Sq und Sz der Center Group Proben

Hier wird der Vergleich zwischen S<sub>z</sub> und S<sub>ku</sub> relevant. Beide Parameter scheinen für die Proben korreliert zu sein (vgl. Abb. 3.13). Aufgrund der Berechnung (Gleichung (7)) hat Sku einen größeren Wertebereich als Sq und Sz und reagiert empfindlich auf lokalisierte Defekte, deren Häufigkeit und Ausmaß. Sku berücksichtigt jedes Auftreten dieser Geo-metriemerkmale und gewichtet sie mit dem jeweiligen Sq der Oberfläche. Dies liefert zusätzliche Informationen im Vergleich zu den in der Literatur meist ausschließlich verwendeten Sz- oder Rt-Werten, da diese nur die Differenz zwischen höchstem und niedrigstem Punkt der Oberfläche bzw. des Profils darstellen. S-02 und S-04 sind ein gutes Beispiel für die Aussagekraft von Sku. Beide Proben weisen ähnliche Werte von Sq und Sz auf, Sku unterscheidet sich erheblich. Die FDZ und allgemeine Oberflächenqualität sind vergleichbar, aber die Anzahl der Poren ist bei S-02 deutlich höher (vgl. Abb. 3.14). Im Gegensatz dazu können Oberflächen mit ähnlichen Sz und Sku eine abweichende Erscheinung aufweisen. Dies ist bei den Proben S-08 und S-11 zu beobachten, die ein ähnliches Sku und nahezu identisches Sz aufweisen, wobei Sg bei S-08 etwa 27 % niedriger ausfällt (vgl. Abb. 3.15). Sku ist daher als Hilfswert zu betrachten, der Informationen über die Menge und Schwere der lokalisierten Fehler liefert.





Abb. 3.13: Vergleich der Werte von  $S_z$  und  $S_{ku}$  der Center Group Proben

Abb. 3.14: Proben mit hoher (S-02, links) und niedriger (S-04, rechts) Porenanzahl bei sonst vergleichbarer Oberfläche, Ausspiegelung mit Streifenraster



Abb. 3.15: Abweichende Erscheinung von Oberflächen mit ähnlichen Werten von S<sub>z</sub> und S<sub>ku</sub>, S-08 (links) und S-11 (rechts), Ausspiegelung mit Streifenraster

 $R_{q 0^{\circ}}$  und  $R_{q 90^{\circ}}$  wurden als Parameter gewählt, um die FDZ für jede Faserausrichtung separat zu bewerten. Vergleicht man sie mit S<sub>q</sub>, so zeigen alle Werte eine hohe Korrelation zueinander, wobei  $R_{q 0^{\circ}}$  im Durchschnitt 7 % und  $R_{q 90^{\circ}}$  33 % niedriger als S<sub>q</sub> ausfällt (vgl. Abb. 3.16). Die enge Übereinstimmung zwischen S<sub>q</sub> und R<sub>q</sub> kann darauf zurückgeführt werden, dass FDZ ein 2,5-dimensionales Phänomen für jede unidirektionale Tapelage mit unterschiedlichen Eigenschaften senkrecht zur Faserrichtung ist. Dies bleibt entlang des Faserverlaufs im betrachteten Maßstab der ROI weitgehend unverändert. Die FDZ in 0°-Richtung ist bei visueller Begutachtung der Proben das dominante Merkmal der Oberflächentopografie und die Übereinstimmung von S<sub>q</sub> und R<sub>q 0°</sub> zeigt eine gute Korrelation zu diesem Effekt. Da die FDZ der unteren Tapelagen umso weniger ausgeprägt ist, je weiter sie von der Oberfläche entfernt sind, erscheinen auch die niedrigeren Werte von R<sub>q 90°</sub> plausibel. Aufgrund des geringen Unterschiedes dieser Werte zwischen den betrachteten Proben wird eine visuelle Unterschiedung der FDZ in dieser Dimension zunehmend schwieriger (vgl. Abb. 3.17).



Abb. 3.16: Vergleich der Werte von Sq, Rq 0° und Rq 90° der Center Group Proben



Abb. 3.17: Proben mit hohem (S-04, links) und niedrigem (S-06, rechts) Wert von R<sub>q 90°</sub>, Ausspiegelung mit Streifenraster

Insgesamt zeigt die Betrachtung der Kennzahlen eine gute Korrelation der Werte  $S_q$ ,  $R_{q\,0^\circ}$  und  $R_{q\,90^\circ}$  mit der visuellen Ausprägung der FDZ.  $S_q$  dient dabei als übergreifender Wert, die  $R_q$ -Kennzahlen geben einen vertiefenden Einblick in die Ausprägung der FDZ für die verschiedenen Faserorientierungen in den Laminaten.  $S_z$  und  $S_{ku}$  sind als Hilfswerte zu betrachten, die gemeinsam betrachtet das Ausmaß und die Häufigkeit von lokalisierten Defekten beschreiben. Hiermit ergibt sich ein Satz von Kenngrößen zur umfassenden, objektiven Charakterisierung der FDZ und auftretender lokalisierter Defekte von im Thermoformprozess verarbeiteten Laminaten (vgl. Tabelle 3-5).

Kennzahl Aussage über		Maßgeblicher Einfluss	
Sq	Ebenheit der Oberfläche, Ausmaß der FDZ	Gesamtheit aller Abweichungen der Topographie vom Mittelwert	
Sz	Maximale Ausprägung lokalisierter Defekte	größte Abweichung der Topographie vom Mittelwert	
S <sub>ku</sub>	Häufigkeit und Ausmaß lokalisierter Defekte	Gesamtheit aller Abweichungen der Topographie vom Mittelwert in vierter Potenz, normiert mit S <sub>g</sub>	
R <sub>q 0°</sub> Ausmaß der FDZ durch in 0°-Richtung orientierte Fasern		Gesamtheit aller Abweichungen der Topographie vom Mittelwert senkrecht zur 0°-Richtung	
R <sub>q 90°</sub>	Ausmaß der FDZ durch in 90°-Richtung orientierte Fasern	Gesamtheit aller Abweichungen der Topographie vom Mittelwert senkrecht zur 90°-Richtung	

Tabelle 3-5: Aussagekraft der Oberflächenkennzahlen und maßgebliche Einflüsse

### 3.3.4 Referenzoberflächen

Das beschriebene Mess- und Auswerteverfahren dient dazu, die FDZ und andere material- und prozessspezifische Effekte wie z. B. oberflächliche Poren oder unvollständig abgeformte Oberflächen zu bewerten. Diese sind abzugrenzen von Effekten durch die Topographie des Wechseleinsatzes im Presswerkzeug sowie vom Verhalten des Matrixpolymers. Aus diesem Grund wurden zwei Referenzoberflächen betrachtet.

Die Werkzeugoberfläche stellt die bestmögliche Topographie dar, die im Abformprozess auf dem Laminat erreicht werden könnte. Das Erfassen der Werkzeugoberfläche ist mit dem beschriebenen Verfahren nicht ohne weiteres möglich, da das Gewicht des Werkzeugeinsatzes (ca. 20 kg) die maximale Belastung des Verfahrtisches des WLP (max. 1 kg) übersteigt. Als Platzhalter wurde daher bei der Herstellung der Wechseleinsätze zusätzlich ein 100 mm x 80 mm x 12 mm großes Stück des verwendeten Werkzeugstahls mit den exakt identischen Verarbeitungsverfahren wie die Pressfläche behandelt (vgl. Abb. 3.18 links). Er verfügt somit über die gleichen Oberflächeneigenschaften und kann aufgrund seines geringeren Gewichts mit dem WLP gemessen und analysiert werden. Hierbei wurden für alle betrachteten Kennzahlen sehr geringe Werte ermittelt (vgl. Tabelle 3-6). Im Vergleich zu den Oberflächen der thermogeformten Laminate sind S<sub>q</sub> und S<sub>z</sub> um mehr als zwei Größenordnungen geringer (siehe Kapitel 4.1) und S<sub>ku</sub> zeigt mit einem Wert von 3 eine Gleichverteilung der Höhenwerte an. Im weiteren Verlauf der Untersuchung wird die Werkzeugoberfläche somit im Vergleich zu den Laminaten mit Blick auf die FDZ als vernachlässigbar angesehen.



Abb. 3.18: Referenzoberfläche des Presswerkzeugs (links), Referenzoberfläche der Spritzgussplatten aus dem Matrixpolymer (hier: Probe SG 1), Ausspiegelung mit Streifenraster (rechts)

Als Referenz für die Oberflächenausprägung des Matrixpolymers wurden aus diesem Material im variothermen Spritzgussprozess Platten mit Hochglanzoberfläche hergestellt. Diese weisen per Definition keine FDZ auf, da es sich um einen unverstärkten Polymercompound handelt. Die Prozessparameter wurden anhand von Erfahrungswerten mit vergleichbaren Compounds so gewählt, dass eine vollständige Füllung und eine optimale Abformung der Werkzeugoberfläche erreicht wurden (280 °C Massetemperatur, 450 bar Nachdruck für 6 s, 130 °C Werkzeugtemperatur beim Einspritzen, 70 °C Entformungstemperatur). Die Oberfläche der Spritzgussplatten bildet aufgrund der variothermen Prozessführung die Hochglanzoberfläche der Spritzform sehr gut ab und weist lediglich einen leichten Glanzschleier auf, der die Schärfe von reflektierten Bildern in der Oberfläche reduziert (vgl. Abb. 3.18 rechts).

Exemplarisch wurden drei dieser Platten mit dem beschriebenen Verfahren analysiert (vgl. Tabelle 3-6). Hier sind die S<sub>q</sub>-Werte im Vergleich zu den Laminatoberflächen um etwa eine Größenordnung geringer, was ebenfalls auf eine sehr ebene Topographie hinweist. Die Werte von S<sub>z</sub> sind deutlich höher als bei der Werkzeugreferenz, allerdings noch unterhalb des Niveaus der Laminate. In Kombination mit den erhöhten S<sub>ku</sub>-Werten deutet dies auf lokale Beschädigungen der Oberfläche des Spritzgusswerkzeuges hin (z. B. Kratzer, Poren), die bei visueller Inspektion auch offenbar wurden. Bei einem unbeschädigten Werkzeug würden diese Werte entsprechend geringer ausfallen. Da es sich dabei um einen primär werkzeugbedingten Effekt handelt, wird der Einfluss des reinen Matrixpolymers auf die FDZ im weiteren Verlauf der Untersuchung ebenfalls als vernachlässigbar betrachtet. Die hohe Streuung von S<sub>ku</sub> ist darauf zurückzuführen, dass dieser Wert sehr sensibel auf die Häufigkeit und Schwere lokaler Defekte reagiert. Geringfügig stärker ausgeprägte Porentiefen oder bei der Probenpräparation zusätzlich hinzugekommene leichte Kratzer können hierzu bereits ausreichen.

Kennzahl	Einheit	WZ	SG 1	SG 2	SG 3
Sq	μm	0,009	0,028	0,029	0,026
Sz	μm	0,088	2,918	2,797	2,989
S <sub>ku</sub>	-	3,0	208,1	66,2	301,7

Tabelle 3-6:Oberflächenkennzahlen der Referenzoberflächen von Werkzeug (WZ) und Spritzguss-<br/>platten (SG 1 – 3)

#### 3.4 Analyse der Faser-Matrix-Verteilung

Zur Beurteilung des Einflusses der Faserverteilung in den Laminaten auf die resultierende FDZ wurden Schliffbilder von ausgewählten Proben angefertigt und ausgewertet. Auch hierfür wurde auf die Proben aus der Center Group (S-01 – S-12) zurückgegriffen. Dadurch kann der Einfluss des Prozesses innerhalb der verglichenen Proben weitgehend ausgeschlossen werden, wodurch auftretende Unterschiede in der FDZ hauptsächlich auf die Laminateigenschaften – insbesondere die Faser-Matrix-Verteilung – zurückgeführt werden können. Aus den zuvor per WLP gemessenen Proben wurde per Wasserstrahlschneiden ein Probenbereich aus dem markierten Messfeld (vgl. Abb. 3.7) ausgeschnitten. Die Schnitte erfolgten dabei entweder senkrecht zur 0°- oder zur 90°-Richtung, um die Faserverteilung in den entsprechenden Lagen ermitteln und bewerten zu können, analog zum Verfahren der Ermittlung der linearen Oberflächenkennwerte R<sub>q</sub>. Die Schnittkante zur späteren Analyse wurde in die Mitte des Messfelds gelegt. Die Mikroskopieaufnahmen wurden dann unter konfokalem Auflicht als zusammengefügte Panoramaaufnahme über die gesamte Messfeldbreite mit 400-facher Vergrößerung der Einzelbilder erstellt. Zur Bewertung der Faserverteilung wurden aus den Aufnahmen entsprechend der Schnittrichtung und des Lagenaufbaus die relevanten Tapelagen isoliert. Beim Schnitt senkrecht zur 0°-Richtung betrifft dies für Lagenaufbau A die äußerste 0°-Lage, für Lagenaufbau B die ersten beiden (vgl. Abb. 3.19). Beim Schnitt senkrecht zur 90°-Richtung wurde jeweils die 90°-Lage isoliert (vgl. Abb. 3.20).



Abb. 3.19: Ausschnitt aus einem Schliffbild von Lagenaufbau B [0/0/90/0]₅ mit Schnitt senkrecht zur 0°-Richtung



Abb. 3.20: Ausschnitt aus einem Schliffbild von Lagenaufbau A [0/90/0/0]₅ mit Schnitt senkrecht zur 90°-Richtung

Die beschnittenen Aufnahmen wurden hinsichtlich FVG und Faserverteilung, ermittelt anhand des lokalen FVG (Faseranteil in Dickenrichtung über x-Koordinate), ausgewertet. Hierzu wurden zwei verschiedene Verfahren angewendet: die Ermittlung durch Binärisierung mit anschließender Häufigkeitsanalyse und die Filamentdetektion mit anschließender Berechnung der durch Fasern besetzte Fläche (vgl. Abb. 3.21).



Abb. 3.21: Methoden zur Segmentierung der Faser-Matrix-Verteilung

Für das erste Verfahren wurden die Aufnahmen binärisiert, also aus dem Bild in Graustufen ein Schwarz-Weiß-Bild abgeleitet. Hierzu wurde die Grenzwertermittlung nach Otsu angewendet, welche algorithmisch den idealen Grenzwert zur Segmentierung von kontrastreichen Bildern ermittelt und bei der Analyse des FVG etabliert ist [99, 100]. Anhand der binärisierten Bilder kann für jede x-Koordinate der Anteil an Fasern in y-Richtung durch Zählen der hellen Pixel und Teilen durch die Gesamthöhe bestimmt werden. Dieser lässt sich in einem Koordinatensystem auftragen, womit sich eine Art Höhenprofil des lokalen FVG über die Probenbreite ergibt. Dieses kann dann wie eine lineare Topographiemessung behandelt und mit ähnlichen Berechnungsmethoden wie bei der Berechnung von R<sub>q θ</sub> als Kennzahl ausgedrückt werden. Da der lokale FVG bei der Mikroskopie mit einer feineren lateralen Auflösung ermittelt wird als es bei der Topographiemessung der Fall ist, wurde das FVG-Profil mit einem Tiefpassfilter bearbeitet. Die Grenzwellenlänge wurde analog zur Filterung der Oberfläche (vgl. Kapitel 3.3.1) auf 8 µm festgelegt und kleinskaligere Anteile weggefiltert. Aus dem resultierenden Profil wird der mittlere FVG der Probe als arithmetisches Mittel der Einzelwerte berechnet (vgl. Abb. 3.22, oben). Anschließend wird analog zur Filterung der Oberfläche ein Hochpassfilter mit Grenzwellenlänge von 0,8 mm angewendet (vgl. Kapitel 3.3.2). Damit werden großskalige Schwankungen der FDZ abgegrenzt, deren Effekte auf die Oberfläche aufgrund der gefilterten Topographie ebenfalls aus der Betrachtung herausfallen. Zu beachten ist, dass das gefilterte Profil (vgl. Abb. 3.22, unten)


nur noch die lokalen Schwankungen des FVG darstellt, weshalb der Mittelwert hier gleich 0 ist und die Werte der Kurve die Abweichungen hiervon angeben.

Abb. 3.22: Gefilterter lokaler FVG über die Probenbreite (exemplarische Darstellung, Probe S-01), tiefpass- (oben) sowie hoch- und tiefpassgefiltertes Profil (unten, Werte auf y-Achse als Abweichungen vom mittleren FVG)

Beim zweiten Verfahren werden mit einem Segmentierungsalgorithmus die Positionen der Filamentmittelpunkte direkt aus dem Graustufenbild bestimmt. Hierzu wurde eine von der Competence Center CHASE GmbH (Linz, Österreich) entwickelte Software zur Analyse von Schliffbildern UD-verstärkter Kunststoffe verwendet. Durch Binning, also Einteilung in äquidistante Intervalle, werden mehrere benachbarte Filamente zusammengefasst und anhand einer definierten Querschnittsfläche der idealisiert betrachtet kreisrunden Filamente (6 µm Durchmesser  $\rightarrow 28,3 µm^2$  Fläche) der Flächenanteil pro Intervall bestimmt. Die Intervallbreite wurde auf 8 µm festgelegt, um wie beim ersten Verfahren kleinskalige Anteile herauszufiltern. Anschließend erfolgt analog dazu die Berechnung des FVG und die Filterung des Datensatzes mit dem Hochpass-filter.

Das direkte Verfahren über die Binärisierung liefert einen schnellen, wenig rechenintensiven Ansatz zur Ermittlung des lokalen FVG. Allerdings ist es anfällig für Schwankungen durch Artefakte bei der Probenpräparation (z. B. Schlieren, Poren), wodurch entweder ganze Bereiche mit Fasern aus der Analyse herausfallen können oder matrixreiche Abschnitte fälschlicherweise als Fasern klassifiziert werden können. Das indirekte Verfahren über die Filamentdetektion ist aufgrund des Wegfalls der Binärisierung und eines robusten Segmentierungsalgorithmus weniger anfällig für solche Artefakte. Nachteilig ist dabei die indirekte Berechnung der durch Fasern besetzten Fläche, wodurch sich wiederum Abweichungen ergeben können. Die Ergebnisse beider Verfahren werden im Rahmen der Auswertung verglichen.

Wie zuvor beschrieben stellt R<sub>q</sub> die Standardabweichung der Höhenwerte der Oberflächentopographie dar (vgl. 3.3.2). Um die Korrelation zwischen R<sub>q θ</sub> und dem lokalen FVG zu betrachten, wird daher die Standardabweichung  $\sigma_{FVG}$  des gefilterten lokalen FVG-Profils (vgl. Abb. 3.22, unten) als Kennwert betrachtet. Da R<sub>q θ</sub> als Maß für die Ausprägung der FDZ herangezogen wird und die Schwankungen der Faserverteilung als Hauptursache für die Morphologie der FDZ gilt, wird eine positive Korrelation von R<sub>q</sub> und  $\sigma_{FVG}$  angenommen.

# 4 Einfluss von Prozessparametern und Laminataufbau auf die Oberflächenqualität

## 4.1 Einfluss von Prozessparametern auf die Oberflächenqualität

Im Folgenden wird die Auswertung der Versuchsergebnisse vorgestellt. Die Auswertung erfolgt anhand der in Kapitel 3.3.2 vorgestellten Oberflächenkenngrößen, um die jeweils signifikanten direkten Faktoreffekte und -interaktionen der Prozessparameter darzustellen und zu erläutern. Bei der Interpretation der direkten Effekte ist jeweils zu berücksichtigen, ob diese Faktoren auch in Faktorinteraktionen involviert sind. In diesem Fall ist dann eine vollständig isolierte Betrachtung des direkten Effekts nicht zielführend und es muss immer auch der Kontext der Interaktion einbezogen werden. Die statistischen Modelle können zur Beibehaltung der Modellhierarchie auch nicht signifikante direkte Faktoreffekte beinhalten, falls diese Faktoren an Interaktionen beteiligt sind. Diese werden in den Tabellen ausgegraut dargestellt, aber nicht gesondert erklärt. Die gezeigten Graphen sind exemplarische Ansichten des modellierten Verlaufs der untersuchten Oberflächenkenngrößen. Aufgrund der Vielzahl an Einflussfaktoren ist eine zwei- oder dreidimensionale Visualisierung immer nur unter Fixierung einzelner Faktorwerte möglich. Die Faktoreinstellungen sind als Standard auf den Mittelwert gesetzt und es wird ein gemittelter Modellwert für die beiden Lagenaufbauten dargestellt. Davon abweichende Darstellungen werden entsprechend gekennzeichnet. Für die Interaktionseffekte werden entweder überlagerte Kurven oder ein Konturplot dargestellt, je nachdem welche Art der Darstellung den gezeigten Sachverhalt besser visualisiert. Für die Liniengrafiken werden die 95 %-Konfidenzintervalle (KI) als gestrichelte Linie dargestellt.

# 4.1.1 Effekte auf die flächenhafte mittlere quadratische Höhe S<sub>q</sub>

Die statistische Auswertung der Effekte auf  $S_q$  zeigt sowohl eine Reihe von direkten als auch kombinierten Einflüssen der Faktoren. Die höchsten Signifikanzniveaus sind für die anfängliche Werkzeugtemperatur  $T_{W,S}$  und die Schließkraft  $F_S$  zu beobachten, erste mit einem quadratischen Einfluss. Darauf folgen die Haltezeit t<sub>H</sub>, ebenfalls mit quadratischem Effekt, der Lagenaufbau sowie etwas schwächere Signifikanzniveaus für die beobachteten Faktorinteraktionen (Tabelle 4-1). Das Bestimmtheitsmaß R<sup>2</sup> und das adjustierte Bestimmtheitsmaß  $\overline{R}^2$  liegen mit rund 66 % bzw. 67 % auf einem guten Niveau und zudem sehr nah beieinander, was eine Überanpassung des Regressionsmodells ausschließt.

Modellstatistik

66,96 %

66.05 %

R<sup>2</sup>

 $\overline{R}^2$ 

Faktor	Bezeichnung	p-Wert
A	TL	0,2622
В	Tw,s	< 0,0001
С	t <sub>H</sub>	0,0012
F	Fs	< 0,0001
Н	L	0,0083
AH	T∟ & L	0,0148
BF	T <sub>w,s</sub> & F <sub>s</sub>	0,0209
CH	t <sub>H</sub> & L	0,0123
B <sup>2</sup>	(T <sub>W,S</sub> ) <sup>2</sup>	< 0,0001
C <sup>2</sup>	(t <sub>H</sub> ) <sup>2</sup>	0,0059

Fabelle 4-1:	Statistische Auswertung von	n Sq (nicht signifikante Effekte	e ausgegraut)
--------------	-----------------------------	----------------------------------	---------------

Hinsichtlich der Effektstärke haben ebenfalls  $T_{W,S}$  und  $F_S$  den größten Einfluss, gefolgt von t<sub>H</sub> und L (vgl. Abb. 4.1). Höhere Werkzeugtemperaturen führen zu geringerem S<sub>q</sub>, also zu insgesamt ebeneren Oberflächen, wobei die Reduktion mit zunehmender Temperatur degressiv verläuft. Die Erhöhung der Kontakttemperatur zwischen Laminat und Werkzeug über die Glasübergangstemperatur ermöglicht demnach eine gute Abformung der Werkzeugoberfläche. Die Laminatvorheiztemperatur T<sub>L</sub> spielt bei der Kontakttemperatur zwar auch eine Rolle, diese ist aufgrund der deutlich geringeren thermischen Masse des Laminats im Vergleich zum Werkzeug allerdings untergeordnet.

Das Erhöhen der Haltezeit hat eine geringe, degressiv verlaufende Reduktion von S<sub>q</sub> zufolge. Dies deutet auf Ausgleichsvorgänge hin, die im Zeitverlauf abnehmen. Eine mögliche Erklärung wäre etwa ein lokales Fließen der Matrix zum Ausgleich lokaler Dickenvariationen in Verbindung mit dem Nesting von Fasersträngen aus UD Lagen gleicher Orientierung. Nesting bezeichnet hierbei das Verschachteln statistisch verteilter, lokaler Unterschiede in der Faserverteilung und -dicke durch die Stapelung der einzelnen Tapes. Dadurch wird der lokale FVG dieser gestapelten Lagen homogenisiert, es existieren weniger faser- bzw. matrixreiche Bereiche und die dadurch bedingten Schwindungsdifferenzen nehmen ebenfalls ab. Dies führt dann zu einer ebeneren Oberflächentopographie, die sich in den geringeren S<sub>g</sub> Werten widerspiegelt.

Das Erhöhen der Schließkraft führt ebenfalls zu einer Reduktion von S<sub>q</sub>, der Effekt ist allerdings schwächer ausgeprägt als bei der Werkzeugtemperatur. Durch eine höhere Schließkraft steigt der Druck auf das Laminat, durch den die Werkzeugoberfläche abgeprägt wird. Hierdurch können lokale Varianzen in der Dicke des Laminats ausgeglichen werden, wodurch sich diese über die Pressfläche gesehen homogenisiert.



#### Abb. 4.1: Direkte Effekte auf Sq

Hinsichtlich des Lagenaufbaus zeigt Aufbau A im Mittel höhere S<sub>q</sub> Werte als Aufbau B. Bei einer Sichtprüfung der Oberflächen ist in diesem Kontext für Aufbau A auch eine stärkere FDZ der 90°-Lagen erkennbar. Dies kann ebenfalls das Ergebnis eines kombinierten Effekts sein. Durch die doppelte 0°-Lage an der Oberfläche von Aufbau B kann der lokale FVG oberflächennah durch Nesting homogenisiert werden. Bei Aufbau A kommt es durch die Abfolge von 0°- und 90°-Lagen an der Oberfläche nicht zu diesem oberflächennahen Nesting und die FDZ tritt demnach stärker ausgeprägt auf. Zwar kann zwischen den im Kern liegenden 0°-Lagen ebenfalls Nesting auftreten, aufgrund der Reduktion der FDZ mit zunehmender Entfernung der Tapelagen von der Oberfläche fällt dies aber weniger stark ins Gewicht. Das darüber liegende Material hat eine Art Pufferwirkung und die Matrixschwindung führt dann aufgrund der Deckschichtsteifigkeit zu Eigenspannungen anstatt zu Topographieunterschieden (vgl. Kapitel 2.4.4). Die Effekte der unterschiedlichen Faserorientierungen und Stapelfolgen werden in den Kapiteln 4.1.4 und 4.2 weiter erläutert. Die Interaktion von Werkzeugtemperatur und Schließkraft (vgl. Abb. 4.2) zeigt einen begrenzten Effekt einer erhöhten Schließkraft bei gegebener Temperatur auf S<sub>q</sub>. Dem gegenüber steht eine deutlich geringere benötigte Schließkraft bei einer Temperaturerhöhung zum Erreichen gleicher Niveaus von S<sub>q</sub>. Auch hier zeigt sich analog zum direkten Effekt der degressive Verlauf des Einflusses der Temperaturerhöhung.



#### Abb. 4.2: Interaktion von Werkzeugtemperatur und Schließkraft auf Sq

Diese Interaktion zeigt, dass zum Abformen der Werkzeugoberfläche auf dem Laminat ein ausreichend hohes Temperaturniveau herrschen muss, damit eine höhere Schließkraft zur Verringerung von S<sub>q</sub> führt. Für die Kombination aus Prozess und Materialsystem liegt dieses Temperaturniveau bei ca. 120 – 130 °C. Hinsichtlich der Übertragbarkeit auf andere Materialien mit anderen rheologischen Eigenschaften ist es allerdings nicht sinnvoll, von einer fixen Temperaturdifferenz zur Glasübergangstemperatur auszugehen. Durch eine solch vereinfachte Angabe werden andere Abhängigkeiten, wie z. B. die Laminatvorheiztemperatur, das Verhältnis der thermischen Massen von Laminat und Werkzeug sowie der Temperaturgradient über die Laminatdicke, außen vor gelassen. Zudem ist die Glasübergangstemperatur abhängig vom pvT-Verhalten des Matrixpolymers und unterliegt daher Veränderungen im Verlauf des nicht isobaren Pressvorgangs. Dieser Einfluss wird in Kapitel 5 näher betrachtet und modelliert.

Die Interaktionen des Lagenaufbaus mit der Laminatvorheiztemperatur sowie der Haltezeit zeigen jeweils schwächer signifikante, schwache Effekte mit ähnlicher Tendenz. Während sich für niedrige Laminatvorheiztemperaturen und Haltezeiten gleiche Niveaus von S<sub>q</sub> einstellen, divergieren die Kurven von Aufbau A und B für mit steigender Temperatur sowie Zeit (vgl. Abb. 4.3).



Abb. 4.3: Interaktion des Lagenaufbaus mit der Laminatvorheiztemperatur und Haltezeit auf Sq

Mit steigender Laminatvorheiztemperatur zeigt sich für Aufbau A ein Anstieg und für Aufbau B eine Reduktion von S<sub>q</sub> (vgl. Abb. 4.3 links). Für Aufbau B deutet dies ebenfalls auf das Nesting der oberen 0°-Lagen hin, welches durch die höhere Temperatur des Laminats und der deshalb verringerten Viskosität der Matrix beim ersten Kontakt mit dem Werkzeug begünstigt wird. Für Aufbau A würde das Ausbleiben des Nestings aber lediglich ein gleichbleibendes Niveau von S<sub>q</sub> erklären und nicht den beobachteten Anstieg. Eine Ursache dafür kann der Temperaturgradient in Dickenrichtung zwischen Kern und Oberfläche des Laminats sein. Dieser entsteht durch die endliche Wärmeleitfähigkeit des Laminats, welches von außen nach innen abkühlt. Dies kann zu einer unterschiedlichen Volumenschwindung der Matrix in Dickenrichtung führen, die im Kern zudem zeitlich verzögert auftritt. Eine höhere Laminatvorheiztemperatur führt zu einem höheren Temperaturgradienten, weshalb die Schwindungsdifferenz zwischen Kern und Oberfläche ebenfalls größer wird und sich eine stärkere FDZ einstellt, wodurch S<sub>q</sub> steigt. Bei Aufbau B liegt die 90°-Lage näher am Kern des Laminats, weshalb hier der zuvor erläuterte Puffereffekt wirken kann und der Anstieg ausbleibt.

Die Interaktion zwischen Lagenaufbau und Haltezeit unterstützt die Hypothese des Nestings weiter. Für beide Lagenaufbauten führt eine verlängerte Haltezeit zu einer Reduktion von S<sub>q</sub>, wie bereits bei den direkten Effekten erläutert, die für Aufbau B stärker ausfällt als für Aufbau A (vgl. Abb. 4.3 rechts). Der erneute Anstieg bei Aufbau A für längere Haltezeiten kann hierbei als statistisches Artefakt aufgrund des quadratisch gefitteten Modells und einer Anhäufung von Versuchspunkten bei mittleren Haltezeiten betrachtet werden. Diese Interaktion deutet auf die zuvor beschriebenen Ausgleichsvorgänge durch lokales Fließen in den identisch orientierten Decklagen hin.

Modellstatistik

64,31 %

58,00 %

 $\mathbb{R}^2$ 

 $\overline{\mathbf{R}}^2$ 

## 4.1.2 Effekte auf die flächenhafte maximale Höhe Sz

Für S<sub>z</sub> wurden stark signifikante direkte Effekte der Werkzeugtemperatur T<sub>W,S</sub>, der Haltezeit t<sub>H</sub> und der Schließkraft F<sub>S</sub> beobachtet. Für die Entformungstemperatur T<sub>W,E</sub> zeigt sich ein schwach signifikanter, quadratischer Effekt. Die Faktorinteraktionen zwischen Werkzeugtemperatur und Schließkraft sowie Laminatvorheiztemperatur und Lagenaufbau sind stark signifikant, gefolgt von Interaktionen mittlerer und geringer Signifikanz (vgl. Tabelle 4-2). R<sup>2</sup> liegt mit rund 64 % auf einem vergleichbaren Niveau wie bei S<sub>q</sub>, allerdings liegt  $\overline{R}^2$  mit 58 % etwas unterhalb. Dies ist auf die höhere Anzahl an Faktoren im Modell zurückzuführen. Für S<sub>z</sub> enthält das Modell demnach einen höheren Anteil unerklärter Streuung als für S<sub>q</sub>, die nicht auf die betrachteten Faktoren entfällt.

Faktor	Bezeichnung	p-Wert
А	TL	0,0589
В	T <sub>W,S</sub>	< 0,0001
С	t <sub>H</sub>	< 0,0001
е	8	0,9101
F	Fs	< 0,0001
G	T <sub>W,E</sub>	0,4732
Н	L	0,5539
Ae	T <sub>L</sub> & ε	0,0133
AH	T <sub>L</sub> & L	0,0007
BC	T <sub>W,S</sub> & t <sub>H</sub>	0,0072
BF	Tw,s & Fs	0,0003
CH	t <sub>H</sub> & L	0,0072
GH	T <sub>W,E</sub> & L	0,0422
G²	(T <sub>W.E</sub> ) <sup>2</sup>	0,0299

Tabelle 4-2: Statistische Auswertung von Sz (nicht signifikante Effekte ausgegraut)

Wie bei S<sub>q</sub> geht hier der stärkste direkte Effekt von der Werkzeugtemperatur aus. Darauf folgen Haltezeit und Schließkraft, die für die betrachteten Wertebereiche jeweils gleich groß ausfallen und auf einem etwas geringeren Niveau liegen als bei der Werkzeugtemperatur. Für alle drei Faktoren führt eine Erhöhung zu niedrigeren Werten von S<sub>z</sub> (vgl. Abb. 4.4). Analog zu S<sub>q</sub> führen höhere Werkzeugtemperaturen und Schließkräfte zu einer besseren Abformung der Werkzeugoberfläche und so auch zu einer Verringerung lokaler Defekte wie z. B. Poren, was sich in geringeren Werten von S<sub>z</sub> äußert. Der Effekt der Haltezeit ist stärker ausgeprägt als bei S<sub>q</sub>. Dies kann darauf zurückzuführen sein, dass Poren mit zunehmender Haltezeit eher durch lokales Fließen geschlossen oder zumindest in ihrem Ausmaß reduziert werden können.





Die Interaktion von Haltezeit und Werkzeugtemperatur stützt diese Erläuterung, da mit steigender Werkzeugtemperatur auch der Effekt der steigenden Haltezeit stärker wird (vgl. Abb. 4.5 links). Die ebenfalls stark signifikante Interaktion von Werkzeugtemperatur und Schließkraft zeigt die gleiche Tendenz wie bei S<sub>q</sub> (vgl. Abb. 4.5 rechts). Zur besseren Abformung der Werkzeugoberfläche mit reduzierten lokalen Defekten durch eine höhere Schließkraft muss eine ausreichend hohe Werkzeugtemperatur vorliegen.



Abb. 4.5: Interaktion von Werkzeugtemperatur und Haltezeit (links) sowie Schließkraft (rechts) auf Sz

Die Interaktionen zwischen dem Lagenaufbau mit der Laminatvorheiztemperatur sowie der Haltezeit verlaufen ebenfalls analog zu den Effekten auf S<sub>q</sub> (vgl. Abb. 4.6). Mit steigender Laminatvorheiztemperatur zeigt sich ein Anstieg von S<sub>z</sub> bei Aufbau A und eine Abnahme bei Aufbau B, wobei Aufbau A bei niedriger Temperatur ähnliche S<sub>z</sub> Werte aufweist wie Aufbau B bei hoher Temperatur und umgekehrt. Mit zunehmender Haltezeit ergeben sich für Aufbau B sinkende Werte von S<sub>z</sub>, für Aufbau A wird lediglich eine leichte Verringerung beobachtet. Eine erhöhte Laminatvorheiztemperatur begünstigt lokale Fließprozesse aufgrund der besseren Verformbarkeit der Matrix. Hierdurch können oberflächliche Poren geschlossen werden, was zu einer Reduktion von S<sub>z</sub> führt. Demgegenüber wird aber auch die Migration von Lufteinschlüssen an die Oberfläche begünstigt. Dies kann zur Entstehung zusätzlicher bzw. dem Wachstum bestehender Poren führen, wodurch sich S<sub>z</sub> erhöht. Eine verlängerte Haltezeit führt dazu, dass Fließ- und Ausgleichsvorgänge länger ablaufen können, bevor das Laminat unter die Glasübergangstemperatur gekühlt und damit eingefroren wird.



Abb. 4.6: Interaktion von Laminatvorheiztemperatur (links) bzw. Haltezeit (rechts) und Lagenaufbau auf S<sub>z</sub>

In Kombination deuten diese Aspekte auf verstärkt auftretende Lufteinschlüsse in den Laminaten mit Aufbau A hin, die mit zunehmender Laminatvorheiztemperatur zur Oberfläche migrieren und dort Poren ausbilden. Die Ausprägung neuer Poren überlagert dabei die Reduktion der bestehenden durch die verbesserte Fließfähigkeit und verlängerte Haltezeit. Dementsprechend müssten die Laminate mit Aufbau B weniger Lufteinschlüsse aufweisen, wodurch sich sowohl mit zunehmender Laminatvorheiztemperatur als auch Haltezeit S<sub>z</sub> verringert. Aufgrund von Chargenschwankungen der bei der Herstellung der Laminate verwendeten Tapes ist dieses Verhalten möglich. Stichprobenhafte Schliffbilder des nicht thermogeformten Randbeschnitts zeigten für beide Laminataufbauten sporadisch auftretende Lufteinschlüsse, die bei Aufbau A etwas stärker ausgeprägt sind als bei Aufbau B (vgl. Abb. 4.7).



Abb. 4.7: Lufteinschlüsse (rot markiert) in der äußeren Faserlage bei Laminat A (links) und B (rechts), exemplarische Schliffbilder

Auch die Interaktion der Laminatvorheiztemperatur mit dem Laminat-Kavität-Dickenverhältnis liefert weitere Anhaltspunkte für diese Argumentation. Hier zeigt sich ebenfalls eine gegenläufige Tendenz von S<sub>z</sub> für beide Lagenaufbauten (vgl. Abb. 4.8). Ein größeres LKD bedeutet einen engeren Kavitätsspalt und damit eine stärkere Kompaktierung des Laminats. Dies begünstigt bei hohen Laminatvorheiztemperaturen die Migration von Poren. Hier wird sichtbar, dass dieser Effekt offenbar für beide Laminate gleichermaßen auftritt und bei einem höheren LKD eine steigende Laminatvorheiztemperatur zu höheren Werten von S<sub>z</sub> führt als bei niedrigem LKD. Während das höhere LKD bei Laminat B nur zu einer schwächeren Verringerung von S<sub>z</sub> mit zunehmender Laminatvorheiztemperatur führt, kommt es für Laminat A zum Anstieg und damit zur Verschlechterung der Oberfläche im Vergleich zu geringeren LKD.



Abb. 4.8: Interaktion von Laminatvorheiztemperatur und Laminat-Kavität-Dickenverhältnis auf S<sub>z</sub>, Aufbauten separat dargestellt

Die schwach signifikante Interaktion von Entformungstemperatur und Lagenaufbau (vgl. Abb. 4.9) zeigt, dass höhere Entformungstemperaturen für Laminat A tendenziell zu höheren Werten von S<sub>z</sub> führen. Auch dies stützt die Hypothese zur Laminatqualität. Die Entformungstemperatur bestimmt die Höhe des verbleibenden Temperaturgradienten zwischen der Laminatoberfläche und dem Kern bei Abbau der Presskraft. Je höher die Entformungstemperatur, desto höher ist auch dieser Gradient, da das Laminat zu einem früheren Zeitpunkt im Prozess entformt wird und weniger Zeit für den Temperaturausgleich zur Verfügung steht. Damit besteht ein erhöhtes Schwindungspotenzial während der freien Abkühlung des Laminats auf Raumtemperatur. So können beispielsweise oberflächennahe Lufteinschlüsse durch die bei der Abkühlung entstehenden Eigenspannungen aufreißen und zu höheren Werte von S<sub>z</sub> führen.



Abb. 4.9: Interaktion von Entformungstemperatur und Lagenaufbau auf Sz

### 4.1.3 Effekte auf die flächenhafte Kurtosis Sku

Für S<sub>ku</sub> zeichnet sich insgesamt ein ähnliches Bild wie für S<sub>z</sub>, jedoch mit einem kompakteren Modell mit weniger Faktoren (vgl. Tabelle 4-3). Die stärksten signifikanten direkten Effekte wurden für die Werkzeugtemperatur und die Haltezeit beobachtet, erstere mit quadratischem Einfluss, gefolgt vom Lagenaufbau mit einer geringeren Signifikanz. Die Interaktion zwischen Werkzeugtemperatur und Haltezeit ist hoch signifikant, gefolgt von den Interaktionen zwischen Laminatvorheiztemperatur und LKD sowie Werkzeugtemperatur und Schließkraft. R<sup>2</sup> liegt mit rund 54 % auf einem mittleren Niveau,  $\mathbb{R}^2$  mit rund 48 % etwas unterhalb.

Faktor	Bezeichnung	p-Wert	
А	TL	0,6606	
В	T <sub>W,S</sub>	< 0,0001	
С	tн	< 0,0001	
е	3	0,9812	
F	Fs	0,1300	
Н	L	0,0213	
Ae	T∟& <i>ε</i>	0,0020	
BC	T <sub>W,S</sub> & t <sub>H</sub>	< 0,0001	
BF	Tw,s & Fs	0,0144	
B²	(T <sub>W.S</sub> ) <sup>2</sup>	0,0004	

Tabelle 4-3:	Statistische Auswertung von	S <sub>ku</sub> (nicht signifikante	Effekte ausgegraut)
--------------	-----------------------------	-------------------------------------	---------------------

Modellstatistik			
R <sup>2</sup>	54,22 %		
$\overline{R}^2$	48,21 %		

Hinsichtlich der Effektstärke entfällt auch hier der größte Einfluss auf die Werkzeugtemperatur, gefolgt von der Interaktion zwischen Werkzeugtemperatur und Haltezeit sowie der Haltezeit selbst (vgl. Abb. 4.10). Ähnlich wie für S<sub>q</sub> verläuft S<sub>ku</sub> degressiv mit steigender Werkzeugtemperatur. Bei dem anfänglichen leichten Anstieg handelt es sich um ein statistisches Artefakt, das auf der Verteilung der gewählten Werkzeugtemperaturen basiert. Diese weisen eine Häufung bei der niedrigsten Temperatur auf und die an diesem Prozesspunkt herrschende Streuung der resultierenden S<sub>ku</sub> Werte ist verhältnismäßig hoch. Dies wird durch die Berechnungsgrundlage von S<sub>ku</sub> verursacht, bei der die gemessenen Höhenwerte als vierte Potenz eingehen (vgl. Kapitel 3.3.2). Dieser Anstieg wird daher im Folgenden bei der Argumentation vernachlässigt. Die Reduktion von S<sub>ku</sub> mit zunehmender Werkzeugtemperatur ist wiederum, wie schon bei S<sub>z</sub>, auf eine bessere Abformung der Werkzeugoberfläche zurückzuführen. So werden lokale Defekte wie Poren vermieden bzw. durch lokales Fließen ausgeglichen und die Oberfläche wird insgesamt glatter. Dies zeigt sich auch im Effekt der Haltezeit, welche ebenfalls bei Erhöhung zu geringeren Werten von S<sub>ku</sub> führt.



Abb. 4.10: Direkte Effekte auf Sku

Der schwächer signifikante Effekt des Lagenaufbaus zeigt ein entgegengesetztes Verhalten wie bei S<sub>q</sub>, für Aufbau A ist S<sub>ku</sub> niedriger als für Aufbau B. Dies ist allerdings ebenfalls auf die Berechnung von S<sub>ku</sub> mit S<sub>q</sub> als Teiler in vierter Potenz zurückzuführen, was die S<sub>ku</sub>-Werte verringert (vgl. Kapitel 3.3.2). Das Verhältnis der Mittelwerte von S<sub>ku</sub> für Laminat A und B liegt hier nah am Verhältnis der Kehrwerte der vierten Potenz der Mittelwerte von S<sub>q</sub>, wodurch sich der Anstieg von S<sub>ku</sub> hier gut erklären lässt.

$$\frac{S_{ku}(B)}{S_{ku}(A)} = \frac{115,571}{71,663} \approx 1,61 \qquad \qquad \frac{S_q^4(A)}{S_q^4(B)} = \frac{(0,199\,\mu m)^4}{(0,181\,\mu m)^4} \approx 1,46$$

Bei der Interaktion von Haltezeit und Werkzeugtemperatur nimmt  $S_{ku}$  bei hohen Temperaturen mit zunehmender Haltezeit ab. Für geringe Werkzeugtemperaturen ist ein leichter Anstieg mit der Haltezeit zu beobachten, allerdings mit großer Streuung. Die Interaktion von Werkzeugtemperatur und Schließkraft zeigt die gleiche Tendenz (vgl. Abb. 4.11). Dies verdeutlicht erneut die Notwendigkeit hoher Werkzeugtemperaturen und der variothermen Prozessführung zur Erzielung hoher Oberflächenqualitäten.



Abb. 4.11: Interaktion von Haltezeit (links) bzw. Schließkraft (rechts) und Werkzeugtemperatur auf S<sub>ku</sub>

Die Interaktion von Laminatvorheiztemperatur und LKD zeigt einen gegenläufigen Effekt auf S<sub>ku</sub> (vgl. Abb. 4.12). Während S<sub>ku</sub> bei geringen LKD (also weiteren Kavitätsmaßen) für steigende Laminatvorheiztemperaturen sinkt, verhält es sich bei hohen LKD umgekehrt. Dabei werden an den jeweiligen Rändern des Parameterraums gleiche Mittelwerte und Streuungen von S<sub>ku</sub> beobachtet. Ebenso wie bei S<sub>z</sub> ist hier als Mechanismus die Migration von eingeschlossener Luft in den Laminaten in Verbindung mit der Kompaktierung durch das Kavitätsmaß zur Erklärung heranzuziehen. Bei geringer Kompaktierung führt eine höhere Laminatvorheiztemperatur durch die erhöhte Kontakttemperatur zur Verringerung der oberflächlichen Poren, während bei stärkerer Kompaktierung Luft aus dem Kern des Laminats zur Oberfläche migriert und sich dann dort als Poren äußert. Für Aufbau B ist dieser Effekt insgesamt stärker ausgeprägt als für Aufbau A, was hier aber ebenfalls Folge der Berechnung ist, wie zuvor erläutert.



Abb. 4.12: Interaktion von Laminatvorheiztemperatur und Laminat-Kavität-Dickenverhältnis auf S<sub>ku</sub>, Aufbauten separat dargestellt

## 4.1.4 Effekte auf die linearen mittleren quadratischen Höhen Rq 0° und Rq 90°

Die Effekte auf die beiden betrachteten R<sub>q</sub>-Parameter werden im Folgenden gemeinsam betrachtet, da beide die richtungsabhängigen Effekte der FDZ darstellen und sich aufgrund ähnlicher Mechanismen viele Gemeinsamkeiten ergeben. Die signifikanten Effekte auf beide Parameter stimmen maßgeblich mit denen auf S<sub>q</sub> überein, Unterschiede sind lediglich in den schwächer signifikanten Interaktionen zu sehen. Da R<sub>q</sub> und S<sub>q</sub> konzeptionell sehr eng mit miteinander verwandt sind, ist dieses Verhalten plausibel. Die stärksten Signifikanzen entfallen erneut auf die Werkzeugtemperatur und die Schließkraft, gefolgt von Lagenaufbau und Haltezeit und die Effektstärken verhalten sich ebenso (vgl. Tabelle 4-4 und Tabelle 4-5). Mit rund 63 % (R<sub>q 0°</sub>) und 70 % (R<sub>q 90°</sub>) liegen die Werte für  $\overline{R}^2$  auf ebenfalls auf einem vergleichbaren Niveau.

Faktor	Bezeichnung	p-Wert
А	TL	0,3870
В	Tw,s	< 0.0001
С	tн	0,0145
F	Fs	< 0.0001
Н	L	0,0026
AH	T∟&L	0,0226
B²	(T <sub>W,S</sub> ) <sup>2</sup>	< 0.0001
C²	(t <sub>H</sub> ) <sup>2</sup>	0,0232

Tabelle 4-4:	Statistische Auswertung	von $R_{q0^\circ}$	(nicht signifikante	Effekte ausgegraut)
--------------	-------------------------	--------------------	---------------------	---------------------

<b>R</b> <sup>2</sup> 66	00.01
<b>N</b> 00	,23 %
<b>R</b> <sup>2</sup> 62	,59 %

Tabelle 4-5: Statistische Auswertung von Rq 90° (nicht signifikante Effekte ausgegraut)

Faktor	Bezeichnung	p-Wert
А	TL	0,2915
В	T <sub>W,S</sub>	< 0.0001
С	tн	0,0002
D	T <sub>W,K</sub>	0,4211
е	3	0,1669
F	Fs	< 0.0001
G	T <sub>W,E</sub>	0,6938
Н	L	0,0033
AH	T∟ & L	0,0464
BD	Tw,s & Tw,к	0,0436
DG	Т <sub>W,K</sub> & Т <sub>W,E</sub>	0,0110
eН	ε&L	0,0119
B²	(T <sub>W,S</sub> ) <sup>2</sup>	< 0.0001
C²	(t <sub>H</sub> ) <sup>2</sup>	0,0055

Modells	tatistik
R <sup>2</sup>	74,73 %
$\overline{R}^2$	70,25 %

Die direkten Effekte (vgl. Abb. 4.13) auf die beiden R<sub>q</sub>-Parameter sowie die beiden Modellen gemeine Interaktion zwischen Laminatvorheiztemperatur und Lagenaufbau

(vgl. Abb. 4.14) weisen die gleichen Tendenzen auf, wie es schon für S<sub>q</sub> der Fall war. Dabei sind die Niveaus der Werte für S<sub>q</sub> in der Regel am höchsten, gefolgt von R<sub>q 0°</sub> mit einem mittleren Niveau und R<sub>q 90°</sub> mit den geringsten Werten.



Abb. 4.13: Direkte Effekte auf  $R_{q \ 0^{\circ}}$  und  $R_{q \ 90^{\circ}}$ 



Abb. 4.14: Interaktion von Laminatvorheiztemperatur und Lagenaufbau auf Rq 0° und Rq 90°

Dies liefert eine messtechnische Bestätigung der Hypothese, dass die 90°-Lagen eine geringere FDZ (angezeigt durch  $R_{q \ 90^{\circ}}$ ) aufweisen als oberflächennahe Lagen (angezeigt durch  $R_{q \ 0^{\circ}}$ ). Auch bestätigen sich die Abnahme der FDZ in 90°-Richtung mit zunehmender Entfernung der entsprechenden Lagen von der Laminatoberfläche durch die geringeren  $R_{q \ 90^{\circ}}$ -Werte sowie der Puffereffekt der mehrfach aufeinanderfolgenden 0°-Lagen durch die geringeren  $R_{q \ 0^{\circ}}$ -Werte für Aufbau B.

Der Interaktionseffekt zwischen Werkzeug- und Kühltemperatur auf R<sub>q 90°</sub> (vgl. Abb. 4.15) zeigt einen zu vernachlässigenden Effekt der Kühltemperatur bei hohen Werkzeugtemperaturen, und bei niedrigen Werkzeugtemperaturen eine Abnahme von R<sub>q 90°</sub> mit steigender Kühltemperatur. Da die Kühltemperatur den Kühlgradienten beeinflusst, werden die Laminate bei höheren Kühltemperaturen langsamer abgekühlt, wodurch sich ein geringerer Temperaturgradient in der Dickenrichtung des Laminates ergibt. Durch die homogenere Temperaturverteilung fallen die Schwindungsdifferenzen in Dickenrichtung ebenfalls geringer aus, wodurch sich die 90°-Lagen der Laminate weniger abzeichnen. Bei einer hohen Werkzeugtemperatur bleibt der Effekt aus, da die Kontakttemperatur von Werkzeug und Laminat in diesem Fall deutlich oberhalb T<sub>g</sub> liegt und das Werkzeug durch den längeren Kühlvorgang dem Glasübergang langsamer durchläuft. Dies bietet ein interessantes Optimierungspotenzial, da niedrigere Werkzeugtemperaturen durch Erhöhung der Kühltemperatur teilweise kompensiert werden können. Aufgrund des dann immer noch geringeren Niveaus der Kühltemperaturen könnte der Energieeinsatz für die Temperierung insgesamt reduziert werden.



Abb. 4.15: Interaktion von Werkzeugtemperatur und Kühltemperatur auf Rq 90°

Die Interaktion von Kühl- und Entformungstemperatur (vgl. Abb. 4.16) zeigt einen gegenläufigen, allerdings sehr schwachen Effekt. Bei niedriger Entformungstemperatur führt höhere Kühltemperatur zur Zunahme von Rq 90°, bei hoher Entformungstemperatur ist das Gegenteil der Fall. Für diesen Effekt ist keine offensichtliche, physikalisch sinnvolle Antwort abzuleiten. Es ist nachvollziehbar, dass bei gegebener niedriger Kühltemperatur eine geringere Entformungstemperatur zu niedrigeren R<sub>g</sub>-Werten führt, da aufgrund der schnelleren Kühlung beim Erreichen der 90 °C am Werkzeugeinsatz die Kerntemperatur des Laminates noch über Tg liegen kann und somit eine stärkere Schwindung der kernnahen Lagen bei der freien Abkühlung nach dem Entformen resultiert. Auch ist gut zu erklären, dass eine höhere Kühltemperatur für die hohe Entformungstemperatur zu einer Reduktion von R<sub>q</sub> führt, da das Laminat dann langsamer gekühlt wird, wodurch die Entformungstemperatur langsamer erreicht wird. Damit reduziert sich die Temperaturdifferenz zwischen Oberfläche und Kern des Laminates und die Schwindung fällt insgesamt geringer aus. Dies müsste eigentlich auch für die geringe Entformungstemperatur gelten, da so dem Laminat mehr Zeit zum Temperaturausgleich bleibt. Der hier im Modell aufgetretene Interaktionseffekt zeigt aber das genaue Gegenteil. Aufgrund des sehr schwachen Effekts und der sehr engen Lage der Konfidenzintervalle beider Kurven kann es sich dabei auch um ein statistisches Artefakt handeln, das durch das Modellfitting entstanden ist.



Abb. 4.16: Interaktion von Entformtemperatur und Kühltemperatur auf Rq 90°

Der Interaktionseffekt zwischen LKD und dem Lagenaufbau (vgl. Abb. 4.17) zeigt eine Verringerung von  $R_{q\,90}$  mit zunehmendem LKD für Aufbau A und eine weitgehende Unabhängigkeit für Aufbau B. Die Werte für Aufbau A nähern sich mit enger werdendem Kavitätsspalt den Werten für Aufbau B an, womit deren FDZ in 90°-Richtung dann vergleichbar stark ausgeprägt ist. Dies stützt die Argumentation der Lufteinschlüsse in Laminat A aus Abschnitt 0, welche durch zunehmende Kompaktierung aus dem

Inneren an die Laminatoberfläche gelangen und die einzelnen Tapelagen im Laminat sich durch lokales Fließen homogenisieren.



Abb. 4.17: Interaktion Laminat-Kavität-Dickenverhältnis und Lagenaufbau auf Rq 90°

#### 4.1.5 Zusammenfassung der beobachteten Effekte der Prozessparameter

Die Untersuchung der Einflüsse des variothermen Thermoformprozesses auf die Oberflächeneigenschaften der betrachteten UD-Laminate hat ein komplexes Wirkgefüge von Faktoreffekten und -interaktionen aufgezeigt. Der größte Einfluss insgesamt entfällt auf die Werkzeugtemperatur zu Beginn der Umformung. Wird diese erhöht, führt dies zu einer Verringerung aller betrachteten Kenngrößen, was eine ebenere Oberfläche mit weniger lokalen Defekten bedeutet. Die Haltezeit im warmen Werkzeug sowie die Schließkraft haben ebenfalls einen maßgeblichen Einfluss auf diese Eigenschaften und eine Erhöhung beider Parameter führt auch hier zu einer besseren Oberfläche. Insbesondere für die Richtungsabhängigkeit der FDZ, angezeigt durch  $R_{q 0^{\circ}}$  und  $R_{q 90^{\circ}}$ , ist auch der Lagenaufbau relevant. Die Abfolge der einzelnen UD-Lagen und deren Ausrichtung bestimmt maßgeblich die Ausprägung des Effekts.

Die Effekte der Faktorinteraktionen lassen sich in verschiedenen Gruppen betrachten. Einige Interaktionen deuten auf Qualitätsunterschiede der Laminate hin, welche sich insbesondere durch Reduktion oder Zunahme der oberflächlichen Poren und damit der Werte S<sub>z</sub> und S<sub>ku</sub> äußern (Laminatvorheiztemperatur & LKD, Werkzeugtemperatur & Haltezeit). Eine andere Gruppe zeigt Effekte von Ausgleichs- und Fließvorgängen im Laminat, welche zu einer ebeneren Oberfläche führen, was sich in geringeren Werten der betrachteten Kenngrößen äußert (Werkzeugtemperatur und Schließkraft, Haltezeit & Lagenaufbau). Besonders interessant sind zuletzt die Interaktionen, die auf ein temperaturabhängiges Verhalten in Dickenrichtung der Laminate hinweisen (Laminatvorheiztemperatur & Lagenaufbau, Werkzeugtemperatur & Kühltemperatur). Durch unterschiedliche Laminatvorheiztemperaturen, Kühlgradienten und Entformungszeitpunkte ergeben sich Unterschiede, die Potenzial für die Optimierung der Oberflächenqualität bieten, bisher aber nicht in der Literatur thematisiert wurden. Die Modellierung dieser Effekte erfolgt in Kapitel 5. Eine Übersicht über die laminat- und prozessspezifischen Möglichkeiten zur Optimierung der Oberflächenqualität wird in Kapitel 6 gegeben.

# 4.2 Einfluss des Laminataufbaus auf die Oberflächenqualität

Der Einfluss des Laminataufbaus und der Faser-Matrix-Verteilung wird anhand der in Kapitel 3.4 vorgestellten Methodik für die Faserorientierung in 0°- und 90°-Richtung analysiert. Eine Zusammenfassung der Daten befindet sich in Tabelle 4-6. Die beiden Auswerteverfahren mittels Binärisierung (BIN) und Filamentdetektion (FIL) liefern größtenteils nah beieinanderliegende Werte. Ergänzend zu den Werten aus Tabelle 4-6 ergeben sich hierbei innerhalb der einzelnen Proben für den FVG eine mittlere Abweichung von 0,035 bei einer maximalen Abweichung von 0,06 sowie für die Standardabweichung des gefilterten lokalen FVG-Profils  $\sigma_{FVG}$  eine mittlere Abweichung von 0,011 bei einer maximalen Abweichung von 0,021. Die Werte für  $\sigma_{FVG}$  fallen im Mittel für FIL geringer aus als für BIN, was wie in Kapitel 4.2 erwähnt auf die unterschiedliche Toleranz gegenüber Artefakten auf den Schliffbildern zurückzuführen ist.

Schnitt Lage		n- Droho	- Rge FVG		/G	σ <sub>FVG</sub> Korrelati		Korrelations-
zu	aufba		in µm	BIN <sup>1)</sup>	FIL <sup>2)</sup>	BIN	FIL	$R_{q\theta}$ mit $\sigma_{FVG}$
		S-01	0,206	0,43	0,41	0,120	0,108	
	A	S-03	0,158	0,48	0,50	0,088	0,090	
0°		S-04	0,178	0,42	0,39	0,106	0,087	BIN: 0,922
0		S-07	0,151	0,35	0,34	0,072	0,063	FIL: 0.880
	В	S-09	0,147	0,33	0,38	0,051	0,053	,
		S-12	0,163	0,45	0,42	0,080	0,069	
		S-02	0,141	0,47	0,44	0,075	0,066	
	A	S-05	0,119	0,50	0,44	0,115	0,094	
00°		S-06	0,097	0,29	0,35	0,072	0,077	BIN: 0,048
90		S-08	0,094	0,41	0,43	0,095	0,089	FII <sup>·</sup> -0 548
	В	S-10	0,168	0,47	0,43	0,092	0,074	1 121 0,010
		S-11	0,139	0,49	0,44	0,095	0,077	
			Mittelwert	0,42	0,41	0,088	0,079	
		Standarda	bweichung	0,07	0,04	0,020	0,015	

<sup>1)</sup> BIN: Daten aus Ermittlung durch Binärisierung

<sup>2)</sup> FIL: Daten aus Ermittlung durch Filamentdetektion

Für die 0°-Richtung ergibt sich zwischen  $R_{q\,0^\circ}$  und  $\sigma_{FVG}$  eine stark positive Korrelation, welche für beide Auswerteverfahren nahezu identisch verläuft (vgl. Abb. 4.18). Eine größere Standardabweichung der FDZ geht mit höheren Werten von  $R_{q\,0^\circ}$  einher. Diese Korrelation stimmt mit der zuvor aufgestellten Hypothese des Einflusses der Faserverteilung auf die FDZ überein. Ebenfalls unterstützen diese Daten die Hypothese des Nestings mehrerer gleichgerichteter Tapelagen (vgl. Kapitel 4.1.1). Die Proben von Lagenaufbau B weisen konsistent niedrigere Werte von  $\sigma_{FVG}$  auf als die von Lagenaufbau A, was auf eine homogenisierte Faserverteilung durch die Stapelung der beiden 0°-Lagen zurückzuführen ist.



Abb. 4.18: Abhängigkeit zwischen  $R_{q 0^{\circ}}$  und  $\sigma_{FVG}$  der äußeren 0°-Lagen

Bei der Analyse der 90°-Richtung ergeben sich dagegen starke Unterschiede zwischen den Auswerteverfahren (vgl. Abb. 4.19). Bei der Auswertung über Binärisierung zeigt sich keine Korrelation zwischen  $R_{q \ 90^{\circ}}$  und  $\sigma_{FVG}$ , bei der Filamentdetektion eine mittelstark negative. Aus der theoretischen Betrachtung wäre hier allerdings ebenso wie bei den Decklagen in 0°-Richtung eine positive Korrelation zu erwarten.



Abb. 4.19: Abhängigkeit zwischen Rq 90° und oFVG der äußeren 90°-Lage

Ein Erklärungsansatz hierfür ist die Unschärfe des Auswerteverfahrens in Verbindung mit der Varianz der untersuchten Proben. Bei der Isolation der einzelnen Tapelagen aus den Schliffbildern ist die Grenzfläche zwischen Einbettungsharz und der obersten 0°-Tapelage gut zu identifizieren, die Grenzfläche zwischen den einzelnen Tapelagen aufgrund des geringen Kontrastes hingegen nicht (vgl. Abb. 4.20). Dadurch können Lage und Höhe des Bildausschnittes in beide Richtungen variieren und zu höheren Schwankungen des FVG und dessen Standardabweichung führen. Aufgrund der Bündelung von Fasern, Winkelabweichungen von Faserbündeln sowie variierender Faserverteilung der 0°-Lagen (vgl. Abb. 4.20) kommt es bei der Betrachtung der 90°-Richtung zu Oberflächeneffekten, die nicht nur durch die 90°-Lage hervorgerufen werden. Bei einem zweidimensionalen, zerstörenden Prüfverfahren wie der Auswertung von Schliffbildern sind diese Effekte nicht ausreichend zu erfassen, um sie quantitativ zu berücksichtigen. Hierzu müssten mithilfe zerstörungsfreier, bildgebender Verfahren, wie beispielsweise Röntgenmikroskopie, Volumenmodelle erfasst und über die gesamte Laminatdicke ausgewertet werden.



Abb. 4.20: Grenzflächen und lokalisierte Schwankungen der Faser-Matrix-Verteilung im Laminat In Anbetracht der schwankenden Werte in Abhängigkeit des Auswerteverfahrens, der Unsicherheit beim Isolieren der 90°-Lagen sowie der vergleichsweise geringen Stichprobengröße besteht zudem die Möglichkeit, dass der Effekt in 90°-Richtung zu schwach ausgeprägt ist, um signifikant zu sein. Dies konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter überprüft werden. Die starke Korrelation von  $\sigma_{FVG}$  der äußeren 0°-Lagen und R<sub>q 0°</sub> legt die Plausibilität des Effektes für tieferliegende Laminatschichten nah, weshalb dieser in Zukunft weiter untersucht werden sollte.

# 5 Modellierung der Oberflächenausprägung in Abhängigkeit des pvT-Verhaltens

## 5.1 Modellansatz

Als Mechanismen für die Oberflächenausprägung wurden in der Literatur bisher vornehmlich Schwindung bzw. Wärmeausdehnung und Fließvorgänge als implizit berücksichtigte Parameter betrachtet (vgl. Kapitel 2.4.4). Das allen Polymeren inhärente pvT-Verhalten, das den für die Schwindung maßgeblichen Zusammenhang des Drucks p, der Temperatur T und des spezifischen Volumens v eines Polymers beschreibt, wurde bisher allerdings nicht explizit mit der Oberflächenausprägung und den Kenngrößen zur Beschreibung der FDZ verknüpft. Durch unterschiedliche Prozessführung können beim Glasübergang der Matrix unterschiedliche spezifische Volumina vorliegen, welche zu einer wiederum unterschiedlichen Volumenschwindung des bis dahin eben abgeformten Laminats bei der weiteren Abkühlung im Festkörperbereich führen. Bei einem höheren eingefrorenen spezifischen Volumen kann dann die Schwindung stärker ausfallen als es bei niedrigen Werten der Fall wäre. Dies führt bei eben abgeformten Laminatoberflächen zu einer stärkeren FDZ. Die Faserverstärkung bestimmt die Strukturgrößen der FDZ (z. B. Breite der sichtbaren Stränge), die Schwindung der Matrix das Ausmaß der sich ausprägenden Topographie.

Bei der Betrachtung der Oberflächenausprägung von Laminaten aus kontinuierlich faserverstärkten Thermoplasten wurden die Effekte von Temperatur und Druck bisher in der Regel als konstant über die gesamte Laminatdicke betrachtet. Für eine makroskopische Betrachtung großer Flächen bei im Vergleich dazu sehr dünnen Laminaten erscheint dies zunächst zweckmäßig. Bei der Untersuchung der Einflüsse der Prozessparameter auf die Oberflächenqualität zeigten sich allerdings Effekte, die auf ein temperaturabhängiges Verhalten in Dickenrichtung des Laminats hindeuten (vgl. Kapitel 4.1). Wenn im Verarbeitungsprozess im Laminat ein Temperaturgradient in Dickenrichtung existiert, dann unterscheiden sich auch die spezifischen Volumina des Matrixpolymers in Dickenrichtung. Diese können als unterschiedliche Pfade im pvT-Diagramm visualisiert werden. Die Differenzen im spezifischen Volumen zwischen Oberfläche und Kern des Laminats können sich entweder als Schwindung oder als Eigenspannungen äußern. Durch die heterogene Laminatzusammensetzung mit faser- und matrixreichen Zonen ergibt sich infolge der Schwindung die beobachtete FDZ. Zur Beschreibung dieser Effekte wird im Folgenden ein Modell für das durch den Thermoformprozess hervorgerufene Schwindungspotenzial in Abhängigkeit der Prozessführung anhand des pvT-Verhaltens aufgestellt und diskutiert. Hierzu werden der Temperatur- und Druckverlauf im Laminat während des Thermoformprozesses betrachtet, das daraus resultierende pvT-Verhalten der Matrix nachvollzogen und anhand dessen das Schwindungspotenzial in Abhängigkeit der Prozessführung ermittelt. Dies erfolgt individuell für alle durchgeführten Versuchsläufe. Im Anschluss wird die Korrelation zwischen dem Schwindungspotenzial und den zuvor untersuchten Oberflächenkenngrößen erörtert. Dieses Modell bezieht sich lediglich auf die Änderungen im spezifischen Volumen der Matrix. Die Faserverstärkung wird als gegebene Struktur betrachtet, um die die Matrix herum schwindet, wodurch dann die FDZ entsteht. Aufgrund der geringen Wärmeausdehnung der Kohlenstofffasern quer zur Faserrichtung im Vergleich zur Matrix (vgl. Tabelle 3-1) wird diese für das Modell vernachlässigt und die Fasern als ideal steif betrachtet.

## 5.2 Temperatur- und Druckverlauf im Thermoformprozess

Während der Versuche wurden die Werkzeugwandtemperatur und der Druck durch in die Kavität eingelassene Sensoren gemessen. Der Thermoformprozess weist charakteristische Verläufe für Temperaturen und Drücke auf, die von den Prozessparametern sowie den Laminateigenschaften abhängen (vgl. Abb. 5.1). Dabei sind drei Phasen zu unterscheiden. Phase I beginnt mit dem Schließkraftaufbau. Hier kommt es zum Kontakt des vorgeheizten Laminates mit dem Werkzeug. An der Grenzfläche stellt sich eine Kontakttemperatur ein, die zwischen Werkzeug- und Laminattemperatur liegt [52]. Aufgrund der großen Differenz der thermischen Massen von Werkzeug und Laminat sowie einer deutlich höheren Wärmeleitfähigkeit des Werkzeugstahls (ca. 26 W/(m·K) [92]) im Vergleich zur Matrix (ca. 0,2 W/(m·K), Vergleichswert Makrolon<sup>®</sup> 2407 [91]) fällt diese innerhalb weniger Sekunden deutlich ab und liegt dann im Bereich der Werkzeugtemperatur. In dieser Phase kommt es durch den Schließkraftaufbau auch zum Druckaufbau. Aufgrund des schnellen Kraftaufbaus steigt der Druck sofort an und erreicht nach einer kurzen Einschwingzeit ein Plateau. Anschließend beginnt Phase II, die Haltezeit des Laminats im Werkzeug bis zum Beginn des Abkühlvorgangs. Die Dauer dieser Phase bestimmt maßgeblich, wie stark das Laminat in Dickenrichtung auf die Werkzeugtemperatur abgekühlt werden kann. Die darauffolgende Phase III umfasst die Abkühlung von Werkzeug und Laminat nach dem Umschalten der variothermen Werkzeugtemperierung auf den Kühlkreislauf bis zum Entformungszeitpunkt.



Abb. 5.1: Exemplarischer Temperatur- und Druckverlauf im Thermoformprozess mit markierten Phasen (P I – III)

Eine direkte Messung der Temperaturen von Oberfläche und Kern des Laminats im Prozess war wegen mehrerer Gründe nicht möglich bzw. zielführend. Die Kerntemperatur der Laminate könnte mittels einlaminierter Thermoelemente bestimmt werden, wie z. B. von Lawrence et al. und Wijskamp praktiziert [101, 102]. Dies war hier nicht möglich, da die Laminate aus einem industriellen Fertigungsprozess stammen, in dem die Thermoelemente nicht eingebracht werden konnten. Die Messung der Oberflächentemperatur ist ebenfalls nicht trivial, da Thermoelemente auf dem Laminat immer auch das Werkzeug berühren und daher eine gemittelte Temperatur messen.

Zur Bestimmung der Temperaturen wurde aus diesem Grund ein simulativer Ansatz verfolgt. Hierzu wurde ein Ausschnitt aus dem Laminat in Dickenrichtung mithilfe der Simulationssoftware Abaqus (Dassault Systèmes, Vélizy-Villacoublay, Frankreich) modelliert und der jeweils im Prozess gemessene Verlauf der Werkzeugtemperatur als thermische Last aufgeprägt (Modell und Parametrierung in Anhang 9.1). Da aus Effizienzgründen für die Simulation ein variabler Zeitschritt in Abhängigkeit der berechneten Temperaturänderung gewählt wurde, die Messdaten aber mit einer festen Frequenz von 250 Hz aufgezeichnet wurden, mussten die simulierten und gemessenen Daten einem Resampling und anschließender Interpolation unterzogen werden. Die simulierten Temperaturen für Kern und Oberfläche wurden auf die Frequenz von 250 Hz resampled und die Werte dann linear zwischen den Datenpunkten interpoliert. Somit existieren für jeden Zeitpunkt eine gemessene Werkzeugwandtemperatur und die beiden simulierten Laminattemperaturen (vgl. Abb. 5.2).



Abb. 5.2: Exemplarischer Verlauf von gemessener Werkzeugtemperatur, sowie simulierter Laminatkern- und -oberflächentemperatur im Thermoformprozess

Hier wird erneut die Bedeutung der einzelnen Phasen deutlich. In Phase I kommt es beim Kontakt des vorgeheizten Laminats zur Erwärmung des Werkzeugs bei gleichzeitiger Abkühlung des Laminats. Innerhalb der ersten 5 – 8 s des Prozesses kommt es dann zur erneuten Abkühlung des Werkzeugs auf die Solltemperatur, Oberfläche und Kern des Laminats nähern sich ebenfalls dieser Temperatur an. In Phase II, der Haltephase, wird ein Gleichgewichtszustand erreicht und alle betrachteten Temperaturen weichen weniger als 0,1 K voneinander ab. In Phase III sinkt durch die aktive Kühlung zunächst die Werkzeugtemperatur, etwas verzögert folgen dann Oberfläche und Kern des Laminats. Generell liegt die Temperatur des Kerns immer oberhalb der der Oberfläche, welche wiederum immer oberhalb der Werkzeugtemperatur liegt. Insgesamt bleiben die Temperaturdifferenzen zwischen Kern und Oberfläche in dieser Phase durch die langsame Kühlung im Bereich von 1 – 2 K generell sehr niedrig.

Der Druckverlauf über die Laminatdicke wird als konstant betrachtet, da das Werkzeug flächig auf das Laminat drückt und so die Schließkraft vollständig durch die Laminatdicke wirkt. Daher wird beim Druck nicht zwischen Kern und Oberfläche unterschieden.

Bei der Analyse der Druckverläufe wurden zwei spezifische Phänomene beobachtet (vgl. Abb. 5.3). Alle Druckkurven zeigen einen leichten Anstieg, sobald im Prozess die variotherme Werkzeugtemperierung auf Kühlbetrieb geschaltet wurde. Außerdem zeigte sich für Prozesseinstellungen mit hohen Werkzeugtemperaturen bei gleichzeitig hohen Schließkräften ein Anschwellen des Drucks über die gesamte Dauer der Haltezeit. Der Druckanstieg beim Umschalten auf Kühlbetrieb fällt betragsmäßig gering und proportional zu den entsprechenden Druckniveaus aus. Aufgrund der Betrachtung ab Beginn der Abkühlphase wird dieser daher für die weitere Betrachtung vernachlässigt. Das Anschwellen des Drucks über die Haltezeit führt allerdings zu unplausibel hohen Druckwerten, da bei der maximalen Schließkraft von 3200 kN auf der Pressfläche nur ein Druck von ca. 500 bar auftreten kann (vgl. Kapitel 3.1.2).





Nach Diskussion mit dem Werkzeugbauer sowie dem Sensorhersteller wurde als mögliche Ursache ein Einbau des Drucksensors unter Vorspannung identifiziert, was nach einer Überprüfung des Werkzeuges bestätigt werden konnte. Durch die Temperaturspanne innerhalb eines Zyklus kommt es zur Deformation des Werkzeugeinsatzes und der Sensorbohrung. Bei der Kombination von großen Temperaturdifferenzen und hohen wirkenden Kräften kann ein vorgespannt eingebauter Sensor sich in seinem Sitz verklemmen und erhöhte Druckwerte ausgeben. Durch die so entstehende, stärkere Kontaktierung des Sensorkörpers mit dem Werkzeug heizt dieser sich weiter auf und dehnt sich zunehmend aus. Aufgrund des piezoelektrischen Funktionsprinzips der Sensoren führt diese Ausdehnung zu wiederum steigenden Messwerten.

Diese Messfehler würden bei der Berechnung des spezifischen Volumens anhand des pvT-Verhaltens stark verfälschte Werte erzeugen. Eine Betrachtung der gemessenen Drücke zu Beginn der Abkühlphase (im Folgenden als Startdruck bezeichnet) zeigt einen mit zunehmender Werkzeugtemperatur steiler werdenden Anstieg mit Erhöhung der Schließkraft (vgl. Abb. 5.4 links). Besonders ausgeprägt ist dies für hohe Werkzeugtemperaturen, während bei niedrigen sowie mittleren Temperaturen eine ähnliche Steigung des kraftabhängigen Druckanstiegs zu beobachten ist. Bei einem idealen System ohne Verklemmen des Sensors wäre der Druckanstieg bei höheren Werkzeugtemperaturen ausschließlich auf die Wärmedehnung des Stahls und die daraus resultierende, lineare Verkleinerung des Kavitätsspaltes (vgl. Kapitel 3.1.2) zurückzuführen und daher ebenfalls linear. Um für die Modellierung des pvT-Verhaltens die Versuchspunkte mit hoher Werkzeugtemperatur und hoher Schließkraft nicht verwerfen zu müssen, wurde ein modellierter Startdruck berechnet, der das Anschwellen ausblendet und linear mit Werkzeugtemperatur und Schließkraft steigt (vgl. Abb. 5.4 rechts, Verfahren zur Berechnung in Anhang 9.2). Für die anschwellenden Druckkurven wird dieser als Startpunkt für den Druckverlauf beim Abkühlen herangezogen, die gemessenen Druckwerte werden dann parallel auf den Startdruck verschoben (vgl. Abb. 5.5).



Abb. 5.4: Gemessener (links) und modellierter Startdruck (rechts) bei Beginn von Phase III in Abhängigkeit der Schließkraft (Werkzeugtemperatur über Farbskala dargestellt, Trendlinien für niedrige (blau), mittlere (grün) und hohe (rot) Werkzeugtemperaturen gestrichelt)



Abb. 5.5: Exemplarischer Temperatur- und Druckverlauf mit korrigiertem Startdruck, Verlauf der korrigierten Druckkurve parallel zur gemessenen

## 5.3 pvT-Verhalten in Abhängigkeit der Prozessführung

#### 5.3.1 Bestimmung des pvT-Verhaltens des Matrixpolymers

Zur Modellierung der pvT-Verläufe im Laminat muss zunächst das pvT-Verhalten des verwendeten Matrixpolymers ermittelt werden. Dieses wurde mit einem Kapillarrheometer "pvT 500" (GÖTTFERT Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH, Buchen, Deutschland) in Anlehnung an ISO 17744 gemessen. Die Messung erfolgte mehrstufig bei Drücken von 300 – 1800 bar in Schritten zu 300 bar mit einer Temperaturrampe von 270 – 60 °C bei einer Kühlrate von 8,4 K/min. Die Bereiche für Temperatur und Druck wurden so gewählt, dass sie die in den Versuchen gewählten Verarbeitungsparameter gut abdecken und die Kühlrate stellt einen stabilen Arbeitspunkt des Messsystems dar. An die gemessenen Datenpunkte wurden für jedes Druckniveau p mithilfe des Tait-Modells für amorphe Thermoplaste [103, 104] zwei temperaturabhängige Geraden gefittet, deren Schnittpunkt bei der druckabhängigen Glasübergangstemperatur T<sub>g</sub>(p) des Polymers liegt. Diese werden durch folgende Gleichungen beschrieben:

$$v_1(p,T) = b_{1s}(p) + b_{2s}(p) \cdot T$$
(9)

$$v_2(p,T) = b_{1m}(p) + b_{2m}(p) \cdot T$$
(10)

$$v(p,T) = \begin{cases} v_1(p,T), & \text{wenn } T \le T_g(p) \\ v_2(p,T), & \text{sonst} \end{cases}$$
(11)

$$T_{g}(p) = b_{5} + b_{6} \cdot p \tag{12}$$

Die Achsenabschnitte  $b_{1s}$  und  $b_{1m}$  sowie die Steigungen der v-Geraden  $b_{2s}$ ,  $b_{2m}$  sind wiederum ebenfalls druckabhängig, Achsenabschnitt  $b_5$  und Steigung  $b_6$  der T<sub>g</sub>-Geraden (sog. Einfrierlinie) sind dagegen konstant. Für den Schnittpunkt der v-Geraden bei der Glasübergangstemperatur gilt:

$$v_1(p, T_g) \stackrel{\text{\tiny def}}{=} v_2(p, T_g) \tag{13}$$

$$\Leftrightarrow b_{1s}(p) + b_{2s}(p) \cdot T_g(p) = b_{1m}(p) + b_{2m}(p) \cdot T_g(p)$$
(14)

$$\Rightarrow T_g(p) = \frac{b_{1m}(p) - b_{1s}(p)}{b_{2s}(p) - b_{2m}(p)}$$

$$\tag{15}$$

Die gefitteten Geraden bilden die Messdaten mit  $R^2 > 0,99$  sehr gut ab (vgl. Abb. 5.6). Es zeigt sich ein typisches Verhalten amorpher Thermoplaste mit einem flacheren Kurvenverlauf unterhalb T<sub>g</sub>, einem ausgeprägten Knick bei T<sub>g</sub> und einem steileren Verlauf oberhalb. Zur Abbildung des pvT-Verhaltens über den gesamten Prozess muss zwischen den gemessenen Druckniveaus interpoliert werden, um die kontinuierlichen Druckverläufe abzubilden. Die Parameter b<sub>1s</sub>, b<sub>1m</sub>, b<sub>2s</sub>, b<sub>2m</sub> und die T<sub>g</sub>-Gerade weisen ein quasi-lineares Verhalten auf (vgl. Abb. 5.7).



Abb. 5.6: pvT-Verhalten des Matrixpolymers



Abb. 5.7: Parameter für Geradenfitting der pvT-Daten

Zur Interpolation des pvT-Verhaltens können die Parameter b<sub>1s</sub>, b<sub>1m</sub>, b<sub>2s</sub> und b<sub>2m</sub> daher ebenfalls als druckabhängige Geraden angenähert werden:

$$b_{1s}(p) = b_{1s,i} + b_{1s,s} \cdot p \tag{16}$$

mit 
$$b_{1s,i}$$
: Achsenabschnitt von  $b_{1s}(p)$   
 $b_{1s,s}$ : Steigung von  $b_{1s}(p)$   
analog für  $b_{2s}(p)$ ,  $b_{1m}(p)$  und  $b_{2m}(p)$ 

Dies ermöglicht die Ableitung eines Formelzusammenhangs zwischen Druck, Temperatur und spezifischem Volumen für jeden beliebigen Prozesspunkt. Zur Linearisierung der Parameter wurde jeweils eine Regressionsgerade an die Datenpunkte gefittet, für die Achsenabschnitt und Steigung ermittelt wurden. Die Güte der Regression ist als sehr hoch einzuschätzen, da hohe Werte für das Bestimmtheitsmaß R<sup>2</sup>, sehr niedrige p-Werte und geringe Standardabweichungen vorliegen (vgl. Tabelle 5-1).

Parameter	Steigung	Achsen- abschnitt	R <sup>2</sup>	p-Wert	Standard- abweichung
b <sub>1s</sub> (p)	-2,4 · 10 <sup>-2</sup>	780,951	0,997	<0,001	6,3 · 10 <sup>-4</sup>
b <sub>2s</sub> (p)	-2,7 · 10 <sup>-5</sup>	0,104	0,973	<0,001	2,0 · 10⁻ <sup>6</sup>
b <sub>1m</sub> (p)	-2,6 · 10 <sup>-2</sup>	741,789	0,945	<0,002	3,1 · 10⁻³
b <sub>2m</sub> (p)	-9,5 · 10 <sup>-5</sup>	0,480	0,961	<0,001	1,0 · 10⁻⁵
Tg	3,6 · 10 <sup>-2 1)</sup>	98,209 <sup>2)</sup>	0,980	<0,001	2,6 · 10⁻³

Tabelle 5-1: Lineare Regression der druckabhängigen Geradenparameter des pvT-Verhaltens

<sup>1)</sup> entspricht Parameter b<sub>6</sub>

<sup>2)</sup> entspricht Parameter b<sub>5</sub>

Aufgrund der Linearisierung der Parameter kommt es allerdings dazu, dass sich die für konstanten Druck berechneten vT-Geraden nicht an der errechneten Glasübergangstemperatur schneiden. Dies ist für die weitere Betrachtung aber ein notwendiges Kriterium, um eine in der Realität ebenfalls nicht auftretende Sprungstelle des spezifischen Volumens am Glasübergang zu vermeiden. Daher wurde der Achsenabschnitt b der vT-Geraden unterhalb T<sub>g</sub> in Abhängigkeit der anderen Parameter dargestellt, wodurch die Geradenschnittpunkte auf der T<sub>g</sub>-Geraden liegen:

$$b_{1s}(p) = b_{1m}(p) + [b_{2m}(p) - b_{2s}(p)] \cdot T_q(p)$$
(17)

Die dadurch bedingte Verschiebung der gefitteten Gerade unterhalb von  $T_g$  tritt für alle pvT-Verläufe gleichermaßen auf. Da für die später folgende Betrachtung des Schwindungspotenzials nur Differenzen des spezifischen Volumens innerhalb der einzelnen pvT-Verläufe unterhalb  $T_g$  betrachtet werden, hebt sich diese Verschiebung auf.

Die Werte für Drücke unterhalb von 300 bar werden durch Extrapolation gewonnen, da eine Messung bei 1 bar im gewählten Verfahren nicht möglich ist. Zur Validierung der Extrapolation der Werte von T<sub>g</sub> bei 1 bar wurde eine Differential Scanning Calometry (DSC) Messung durchgeführt (vgl. Abb. 5.8). Der dabei bestimmte Wert von T<sub>g</sub> liegt bei 96,4 ± 0,2 °C und damit nah am durch die Geradengleichung berechneten Wert von 98,2 °C. Die Sensitivität der nachfolgenden Berechnungen auf eine Variation von T<sub>g</sub> wird in Kapitel 5.4.1 gesondert betrachtet.



Abb. 5.8: DSC Messung Matrixpolymer (Makrolon<sup>®</sup> CR 100 FR)

#### 5.3.2 Kühlratenabhängigkeit des pvT-Verlaufs

Der betrachtete Thermoformprozess weist wie in Abschnitt 5.2 dargelegt zwei maßgebliche Abkühlphasen auf. In Phase I werden die Laminate durch den initialen Kontakt mit dem kälteren Werkzeug stark und schnell abgekühlt. In Phase III hingegen werden Laminat und Werkzeug, die sich durch die vorgeschaltete Haltephase II in einem annähernden Temperaturgleichgewicht befinden, langsam auf die Entformungstemperatur abgekühlt. Die Kühlraten (ermittelt aus den mittleren Steigungen der Temperaturkurven) in Phase I liegen dabei je nach Laminat- und Werkzeugtemperatur im Bereich von 38 – 75 K/s (Ausreißer bis 104 K/s) für die Oberfläche sowie 29 – 65 K/s für den Kern (vgl. Abb. 5.9), in Phase III deutlich geringer bei 0,2 - 2,4 K/s für Oberfläche und Kern (vgl. Abb. 5.10). Die Kühlraten in Phase I liegen damit um mehr als das 200-fache höher als der Wert bei der pvT-Messung von 0,14 K/s (8,4 K/min).



Abb. 5.9: Kühlrate in Phase I in Abhängigkeit der Werkzeugtemperatur zu Beginn der Umformung (Oberfläche links, Kern rechts)



Abb. 5.10: Kühlrate in Phase III in Abhängigkeit der Werkzeugtemperatur zu Beginn der Umformung (Oberfläche links, Kern rechts)

Bei dem für die Untersuchung gewählten Parameterfenster liegt die Werkzeugtemperatur beim Initialkontakt mit dem Laminat nah an der Glasübergangstemperatur der Matrix bei 1 bar, bei einer Beaufschlagung mit ca. 50 bar Druck liegt sie bereits darunter. Demnach ist davon auszugehen, dass bei niedrigen Werkzeugtemperaturen der Glasübergang der Matrix bereits in Phase I erfolgt, während dies bei höheren Werkzeugtemperaturen erst in Phase III der Fall ist. Wie in Kapitel 2.2.2 dargelegt, kommt es aufgrund der schnellen Abkühlung bereits bei höheren Temperaturen zum Einfrieren der Schmelze, wodurch das spezifische Volumen des Festkörpers höher ausfällt als bei langsamer Kühlung und auch das Schwindungspotenzial durch des größere freie Volumen im Polymer dementsprechend höher ist. Dies führt dann bei den Laminaten zu einer schwindungsbedingt stärker ausgeprägten FDZ.

Problematisch bei der Modellierung dieses Effektes ist, dass derzeit keine kommerziell geeignete Methode existiert, um die temperatur- und druckabhängige Änderung des spezifischen Volumens bei derart hohen Abkühlgeschwindigkeiten präzise zu bestimmen. Die Grenzen üblicher isobarer Verfahren sind deutlich zu niedrig für die betrachteten Prozessbedingungen (z. B. 40 K/min ≈ 0,67 K/s beim verwendeten Kapillarrheometer). In der Vergangenheit gab es Ansätze zur messtechnischen Umsetzung, z. B. am National Physical Laboratory des Vereinigten Königreichs [105], diese sind bislang aber nicht ausgereift. Zur Modellierung des kühlratenabhängigen pvT-Verhaltens wurde daher ein alternativer Ansatz gewählt. Hierzu wurde die Hypothese aufgestellt, dass das zeitabhängige Verhalten der Matrix mit dem kühlratenabhängigen Verhalten korreliert. Das zeitabhängige Matrixverhalten lässt sich mit rheologischen Methoden für verschiedene Temperaturfenster sowie Belastungsfrequenzen bestimmen und mittels Zeit-Temperatur-Superposition und der WLF-Gleichung für andere Zustände der Matrix umrechnen (vgl. Kapitel 2.2.3). Anstelle des frequenzabhängigen Verhaltens bei bestimmten Temperaturen könnte bei der hypothetisierten Korrelation auch das kühlratenabhängige Verhalten berechnet werden. Dies kann dazu genutzt werden, die kühlratenabhängige Glasübergangstemperatur zu bestimmen, welche wiederum maßgeblich für das spezifische Volumen nach der Abkühlung ist. Mithilfe dieser korrigierten Glasübergangstemperatur kann das pvT-Verhalten ebenfalls in Abhängigkeit der Kühlrate dargestellt werden und somit die Entwicklung des spezifischen Volumens im Thermoformprozess um diesen Effekt erweitert werden. Ein ähnlicher Berechnungsansatz von Chang et al. zur Berücksichtigung der Kühlratenabhängigkeit lieferte gute Korrelationen zwischen Experiment und Berechnung für Kühlraten von 0,1 – 10 K/min [106].

Zunächst wurde die Zeitabhängigkeit des Glasübergangs der Matrix betrachtet. Mit einem Rotationsrheometer wurden Frequenzsweeps von 0,25 – 40 Hz bei mehreren Temperaturen von 120 – 180 °C aufgezeichnet und der Verlauf des Speichermoduls G' und des Verlustmoduls G'' ermittelt. Daraus wurde basierend auf dem Prinzip der Zeit-Temperatur-Superposition eine Masterkurve für den Verlauf der beiden Moduln zusammengesetzt (vgl. Abb. 5.11) und anhand der Verschiebungsfaktoren der Einzelmessungen die Parameter der WLF-Gleichung ermittelt (vgl. Tabelle 5-2).



Abb. 5.11: Masterkurve für den frequenzabhängigen Speichermodul G<sup>•</sup> und Verlustmodul G<sup>•</sup> des Matrixpolymers, Referenztemperatur T<sub>r</sub> = 150 °C

Tabelle 5-2:	Parameter für	Temperatur-Zeit-Su	perposition
		Tomporatur-Zoit-Ou	perposition

Parameter	Einheit	Wert
C <sub>1</sub>	°C-1	4,52
C <sub>2</sub>	°C	77
Tr	°C	150

Zur Betrachtung der kühlratenabhängigen Verschiebung der Glasübergangstemperatur wird anhand Gleichung (18) der Verschiebungsfaktor  $log(a_T)$  für T<sub>g</sub> bei 1 bar in Bezug auf die Referenztemperatur T<sub>r</sub> berechnet, welcher bei  $log(a_{T,0}) = 9,266$  liegt. Aufgrund der angenommenen Korrelation von Zeit- und Kühlratenabhängigkeit wird nun der Verschiebungsfaktor  $log(a_{T,K})$  aus dem logarithmierten Quotienten der im Prozess ermittelten Kühlrate T und der Kühlrate der pvT-Messung T<sub>pvT</sub> mit Gleichung (19) berechnet. Dies erfolgt individuell für jeden betrachteten Versuchslauf. Mit der Differenz der beiden ermittelten Verschiebungsfaktoren kann durch Einsetzen in die nach der Temperatur umgestellte WLF-Gleichung (Gleichung (20)) die neue, um den Effekt der Kühlrate verschobene, Glasübergangstemperatur bei 1 bar berechnet werden. Trägt man die so berechnete Glasübergangstemperatur über der logarithmierten Kühlrate auf, ergibt sich ein annähernd linearer Verlauf des Anstiegs von T<sub>g</sub> (vgl. Abb. 5.12).

$$\log(a_{T,0}) = \log\left(a_T\left(T_g(p=1bar)\right)\right) = \frac{-C_1(T_g(p=1bar) - T_r)}{C_2 + (T_g(p=1bar) - T_r)}$$
(18)

$$\log(a_{T,K}) = \log\left(\frac{\dot{T}}{\dot{T}_{pvT}}\right) \tag{19}$$

$$T_g(\dot{T}) = T_r - \left[\frac{\frac{C_2\left[\log(a_{T,0}) - \log(a_{T,K})\right]}{C_1}}{\frac{1}{1 + \frac{\left[\log(a_{T,0}) - \log(a_{T,K})\right]}{C_1}}\right]$$
(20)



Abb. 5.12: Kühlratenabhängigkeit der Glasübergangstemperatur Tg bei p = 1 bar

Um diesen Effekt bei der Berechnung des spezifischen Volumens im Prozessverlauf zu berücksichtigen, muss er auf die tatsächlich herrschenden Prozessdrücke übertragen werden. Vereinfachend wird hier eine lineare Verschiebung der zuvor ermittelten druckabhängigen Einfrierlinie  $T_g(p)$  angenommen, sodass diese durch die berechnete kühlratenabhängige Glasübergangstemperatur bei 1 bar verläuft. Zur Berechnung der druck- und kühlratenabhängigen Glasübergangstemperatur  $T_g(p,\dot{T})$  wird zur Gleichung der Einfrierlinine der Parameter  $\Delta T_g(\dot{T})$  addiert, der diese Linearverschiebung abbildet:

$$\Delta T_g(\dot{T}) = T_g(\dot{T}) - T_g(p = 1bar)$$
(21)

$$T_g(p,\dot{T}) = T_g(p) + \Delta T_g(\dot{T})$$
(22)

Das spezifische Volumen des unterhalb der Glasübergangstemperatur vorherrschenden Festkörpers verhält sich so wie bei langsamer Abkühlung, da davon auszugehen ist, dass die Abkühlgeschwindigkeit im Glaszustand keinen Effekt auf das spezifische Volumen hat [21].
Die Limitationen dieses Ansatzes liegen im Definitionsbereich der WLF-Gleichung für die Polymermatrix sowie in der Annahme der direkten Korrelation von zeit- und kühlratenabhängigem Polymerverhalten. Werden die Parameter C<sub>1</sub> und C<sub>2</sub> bei Temperaturen oberhalb der Glasübergangstemperatur bestimmt, gilt die Gleichung auch nur in diesem Bereich und der Glasübergangspunkt selbst stellt eine Unstetigkeitsstelle dar. Mit zunehmender Entfernung vom Referenzpunkt wächst der logarithmierte horizontale Verschiebungsfaktor der Zeit-Temperatur-Superposition exponentiell, wodurch die Unsicherheit der Betrachtung an dieser Stelle zunimmt (vgl. Abb. 5.13). Geringe Abweichungen der eingegebenen Glasübergangstemperatur können daher bereits zu deutlichen Abweichungen des zu berechnenden Verschiebungsfaktors führen.



Abb. 5.13: Logarithmierter horizontaler Verschiebungsfaktor für Zeit-Temperatur-Superposition in Abhängigkeit der betrachteten Temperatur.

Hinsichtlich der Korrelation von zeit- und kühlratenabhängigem Verhalten des Matrixpolymers muss ebenfalls überprüft werden, wie stark Änderungen des Verschiebeparameters  $\Delta T_g(\dot{T})$  die Berechnung des spezifischen Volumens beeinflussen. Um diese Effekte abzuschätzen, wird im Rahmen der Auswertung der pvT-Verläufe eine Sensitivitätsanalyse der Auswirkung einer Parametervariation der Glasübergangstemperatur bei 1 bar und der Kühlrate bei der Zeit-Temperatur-Superposition durchgeführt.

Im Rahmen der Parameterstudie (vgl. Kapitel 4.1) zeigten sich keine signifikanten Effekte der Laminatvorheiztemperatur oder Interaktionseffekte von Laminatvorheiz- und Werkzeugtemperatur auf die FDZ, die durch diesen Modellansatz allerdings nahegelegt würden. Dies beruht möglicherweise darauf, dass die angewendete Methode der statistischen Versuchsplanung Unstetigkeiten bzw. große Nichtlinearitäten der Effekte nicht abbilden kann. Bei der Konzeption der Versuche wurde davon ausgegangen, dass der Glasübergang bei allen Versuchsläufen erst in Phase III durchlaufen wird und somit ein kühlratenabhängiger Effekt nicht berücksichtigt. Im Rahmen dieser Arbeit konnten dazu allerdings keine vertiefenden Versuche durchgeführt werden.

#### 5.3.3 Betrachtung des pvT-Verlaufs im Laminat

Aus den Temperatur- und Druckdaten, den Kühlraten und den Formeln zur Beschreibung des pvT-Verhaltens kann das spezifische Volumen v von Kern und Oberfläche des Laminats für jeden Zeitpunkt im Thermoformprozess bestimmt werden. Die Analyse erfolgt vom Zeitpunkt des maximalen Prozessdrucks bis zur Entformung. In Abb. 5.14 ist ein exemplarischer pvT-Verlauf dargestellt, der so ermittelt wurde. Neben dem Knick beim Glasübergang ist auch der sprunghafte Anstieg der Kurven beim Lösen der Schließkraft zur Entformung zu beobachten. Dies tritt durch die Entformung unter Restdruck auf, was den Regelfall des Prozesses darstellt. Das spezifische Volumen des Kerns liegt immer oberhalb dem der Oberfläche, da die Kerntemperatur ebenfalls immer oberhalb der Oberflächentemperatur liegt und der wirkende Druck jeweils identisch ist. Beide Kurven liegen insgesamt sehr nah beieinander und die Differenzen der Glasübergangstemperaturen und spezifischen Volumina sind sehr gering.



Abb. 5.14: Typischer pvT-Verlauf von Kern und Oberfläche im Laminat während der Abkühlung mit Entformung unter Restdruck

Neben den idealtypischen Kurvenverläufen wurden weitere Kurvenverläufe beobachtet. Bei manchen Parametereinstellungen, z. B. geringer Schließkraft, fiel der Druck bereits vor Entformung auf den Umgebungsdruck ab. Dadurch entfällt der Anstieg des spezifischen Volumens an diesem Punkt (vgl. Abb. 5.15).



Abb. 5.15: pvT-Verlauf von Kern und Oberfläche im Laminat während der Abkühlung mit Entformung ohne Restdruck

Bei manchen Proben wurde prozess- und anlagenbedingt trotz Festlegung ausreichend niedriger Entformungstemperaturen noch oberhalb der Glasübergangstemperatur entformt. Diese Proben eignen sich nicht für die angestrebte Betrachtung, da der Glasübergang erst bei Abkühlung im entformten Zustand stattgefunden hat. Sie wurden daher aus der Analyse ausgeschlossen.

Ein wichtiger Aspekt bei der Interpretation der Daten ist die Messunsicherheit der Eingangsgrößen und die Fehlerfortpflanzung auf das errechnete spezifische Volumen. Dabei weisen die Temperatur- und Druckmessung im Prozess jeweils eigene Messunsicherheiten auf, die bei dieser Betrachtung berücksichtigt werden müssen. Zur Ermittlung der Unsicherheit in der Angabe des spezifischen Volumens wird auf die Gauß'sche Fehlerfortpflanzung nach DIN 1319-4 zurückgegriffen [107]. Für die gemessenen Größen werden zunächst die geometrischen Messunsicherheiten bestimmt und im Anschluss zur Gesamtmessunsicherheit zusammengefasst (Methode und Einflussgrößen in Anhang 9.3). Nach Einsetzen der Messunsicherheiten sowie der minimalen und maximalen Werte des errechneten spezifischen Volumens wurde eine maximale Gesamtunsicherheit u(v) = 0,18 mm<sup>3</sup>/g ermittelt, was rund 0,02 % der Messwerte in der betrachteten Spanne entspricht. Hierbei handelt es sich um die einfache Standardabweichung, zur Angabe des 95 %-KI muss diese verdoppelt werden und beträgt u(v)<sub>95%</sub> = 0,36 mm<sup>3</sup>/g. Änderungen des berechneten spezifischen Volumens größer als u(v)<sub>95%</sub> sind demnach signifikant.

#### 5.4 Schwindungspotenzial und Korrelation mit Oberflächenkenngrößen

#### 5.4.1 Ermittlung des Schwindungspotenzials und Sensitivitätsanalyse

Die ermittelten pvT-Verläufe können als Ausgangspunkt zur Korrelation des Schwindungsverhaltens der Matrix und den Oberflächenkenngrößen zur Beschreibung der FDZ herangezogen werden. Besonders interessant ist das spezifische Volumen bei der Glasübergangstemperatur v<sub>Tg</sub>, da dort idealisiert betrachtet der Übergang vom noch formbaren, entropieelastischen Zustand zum Festkörper stattfindet. Oberhalb Tg kann die Werkzeugoberfläche auf dem Laminat durch den aufgebrachten Druck abgeformt werden, unterhalb ist dies nicht mehr der Fall und die Volumenschwindung der Matrix führt zur Ausprägung der FDZ. Nach der Theorie des freien Volumens (vgl. Kapitel 2.2.2) ist das Schwindungspotenzial der Matrix nach der Abkühlung insbesondere durch das eingefrorene freie Volumen bestimmt. Größere eingefrorene Volumina führen zu einer erhöhten Schwindung, wodurch auch die FDZ größer ausfallen müsste.

Als Referenz für das spezifische Volumen nach der Abkühlung auf Raumtemperatur  $v_{ref}$  dient der Wert, der bei langsamer Abkühlung auf 23 °C mit einer Kühlrate von 8,4 K/min unter 1 bar Druck erreicht würde. Die Differenz  $\Delta v$  des ermittelten spezifischen Volumens  $v_{Tg}$  und  $v_{ref}$  dient im Folgenden als Grundlage für die Bewertung des durch den Thermoformprozess verursachten Schwindungspotenzials (Gleichung (23)).

$$\Delta v = v_{Tg} - v_{ref} \tag{23}$$

Mithilfe der Gleichungen (11), (16), (17) und den gefitteten Werten aus der pvT-Messung in Tabelle 5-1 ergibt sich  $v_{ref} = 781,08 \text{ mm}^3/\text{g}$ .  $v_{ref}$  kann alternativ über den Kehrwert der Dichte des Matrixpolymers bei 1 bar und 23 °C (vgl. Tabelle 3-1) ermittelt werden. Daraus ergibt sich ein Wert von v = 781,25 mm<sup>3</sup>/g, was einer Abweichung von nur 0,18 mm<sup>3</sup>/g bzw. 0,02 % zu v<sub>ref</sub> entspricht. Diese Abweichung ist vernachlässigbar klein, zumal v<sub>ref</sub> von allen betrachteten Werten gleichermaßen abgezogen wird und diese Linearverschiebung für die Korrelation des spezifischen Volumens mit den Oberflächenkenngrößen damit unerheblich ist.

Die Werte von  $\Delta v$  liegen im Mittel bei 7,07 ± 1,97 mm<sup>3</sup>/g für den Kern mit Extremwerten von 3,00 – 10,68 mm<sup>3</sup>/g sowie 7,03 ± 1,99 mm<sup>3</sup>/g für die Oberfläche mit Extremwerten von 2,96 – 10,71 mm<sup>3</sup>/g (vgl. Abb. 5.16 links). Die Differenz der Werte von  $\Delta v$  für Kern und Oberfläche liegt über alle Laminate betrachtet bei weniger als 0,23 mm<sup>3</sup>/g und damit unterhalb der Gesamtunsicherheit u(v)<sub>95%</sub> (vgl. Abb. 5.16 rechts). Der in Kapitel

4.1 vermutete Einfluss des Temperaturgradienten in Dickenrichtung auf das spezifische Volumen lässt sich hier demnach nicht nachvollziehen. Eine mögliche Ursache dafür könnte in der Simulation des Temperaturgradienten liegen, falls die Wärmeleitung im Laminat verglichen mit der Realität als zu hoch angenommen wurde. Dies konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter untersucht werden.



Abb. 5.16: Box-Plot der Verteilung von Δv für Kern und Oberfläche der betrachteten Laminate (links), Differenz von Δv Kern und Oberfläche (rechts)

Eine weitere Möglichkeit zur Erklärung des Dickeneffektes könnte im Steifigkeitsunterschied zwischen Kern und Oberfläche liegen, der sich durch das zeitlich verschobene Einfrieren dieser Schichten ergibt. Der E-Modul der Matrix erhöht sich beim Phasenübergang von Schmelze zu Festkörper innerhalb einer kleinen Temperaturspanne sehr stark. Dadurch könnte die eingefrorene Oberfläche die Schwindung des Kerns behindern, was sich als Eigenspannungen in Dickenrichtung äußern und damit zu einer geringeren FDZ führen könnte. Dies wäre übereinstimmend mit den Befunden von Kia [5, 73] (vgl. 2.4.4) und ist für reine Schwindung auch beim Spritzgussprozess als Effekt bekannt [52]. Aufgrund der geringen Laminatdicke und des geringen Temperaturgradienten in Dickenrichtung während der Abkühlung friert die Oberfläche allerdings nur sehr kurz vor dem Kern ein (0,3 - 2 s Zeitunterschied). Untersuchungen von Tsukada et al. [108] stellten bei der Abkühlung deutlich dickerer Laminate (8,4 mm Laminatdicke im Vergleich zu 1,36 mm) mit größeren Temperaturgradienten in Dickenrichtung (7 °C im Vergleich zu 1 - 2 °C) keine signifikante Ausprägung von thermisch induzierten Eigenspannungen in Dickenrichtung fest. Da die hier verwendete Matrix zudem ein amorpher Kunststoff ist und daher keiner Kristallisationsschwindung unterliegt, fallen diese Effekte tendenziell noch geringer aus als bei teilkristallinen Polymeren. Zudem ist hinsichtlich des gesamten FKV nicht nur die Matrixsteifigkeit zu betrachten, sondern die Verbundsteifigkeit. Aufgrund der Faserstruktur ist diese auch im Schmelzebereich deutlich höher als die reine Matrixsteifigkeit, wodurch der Steifigkeitsanstieg beim Glasübergang geringer ausfällt. Im Folgenden werden daher die Werte für  $\Delta v$  der Oberfläche als repräsentativ für das gesamte Laminat betrachtet und die Hypothese des Temperatureffekts in Dickenrichtung muss für diese Untersuchung verworfen werden.

Zur Bewertung der Signifikanz des kühlratenabhängigen Effekts auf die Glasübergangstemperatur und damit einhergehend des spezifischen Volumens wurde wie in Kapitel 5.3.2 erwähnt eine Sensitivitätsanalyse durchgeführt. Diese umfasst eine Betrachtung des Verschiebungsparameters  $\Delta T_g(\dot{T})$ , Änderungen der ermittelten Kühlrate sowie der eingegebenen Glasübergangstemperatur bei 1 bar.

Der Einfluss der modellierten kühlratenabhängigen Verschiebung der Glasübergangstemperatur um  $\Delta T_g(\dot{T})$  wird anhand einer Betrachtung von  $\Delta v$  ohne Verschiebung als Referenzfall, sowie der Verschiebung mit halbiertem bzw. verdoppeltem Effekt betrachtet. Für letztere wurde der errechnete Wert von  $\Delta T_g(\dot{T})$  vor der Addition nach Gleichung (22) verdoppelt bzw. halbiert, um eine Unter- bzw. Überschätzung des kühlratenabhängigen Effekts abzuschätzen. Der Mittelwert von Δv liegt bei 7,03 mm<sup>3</sup>/g, der Referenzwert ohne die Verschiebung bei 5,90 mm<sup>3</sup>/g. Für die Verdopplung des Einflusses der Verschiebung ergibt sich ein Wert von 8,17 mm<sup>3</sup>/g, für die Halbierung 6,34 mm<sup>3</sup>/g (vgl. Abb. 5.17). Die Differenzen der Werte mit berücksichtigter Kühlrate zum Referenzwert liegen alle oberhalb der Unsicherheit u(v)95% und sind damit signifikant. Der hypothetisierte Effekt der Kühlratenabhängigkeit führt demnach zu einer wahrnehmbaren Veränderung, selbst bei einer deutlichen Unterschätzung des Effekts. Unterschiede zwischen den betrachteten Fällen zeigen sich beim Maximum von  $\Delta v$ , welches mit zunehmender Gewichtung der Kühlratenabhängigkeit ebenfalls zunimmt. Begründet werden kann dies damit, dass die Steigerung von  $\Delta v$  insbesondere auf die Prozesseinstellungen entfällt, bei denen durch starke Abkühlung der Glasübergang bereits in Phase I durchschritten wurde. Durch die hohen Kühlraten fällt  $\Delta T_{q}(\dot{T})$  dort größer aus als bei den niedrigeren Kühlraten in Phase III und damit steigt Δv entsprechend stärker an. Dies erklärt auch den näherungsweise konstanten Abstand der Mittelwerte von den jeweiligen Minima von  $\Delta v$ . Die niedrigen Werte entfallen auf die Datensätze, bei denen der Glasübergang erst in Phase III mit geringer Kühlrate durchlaufen wurde. Dies führt zu geringeren Werten von  $\Delta T_g(\dot{T})$ , welche  $\Delta v$  nur gering erhöhen.



Abb. 5.17: Box-Plot von  $\Delta v$  der Oberfläche der betrachteten Laminate bei Halbierung und Verdopplung des Verschiebungsparameters  $\Delta T_g(\dot{T})$ 

Die Kühlraten werden anhand der Steigung der im Prozess gemessenen Temperaturkurven für Phase I und III als mittlerer Wert bestimmt. Der ermittelte Wert ist maßgeblich davon abhängig, wie breit der betrachtete Bereich gewählt wird und ob auftretende Einsattelungen im Kurvenverlauf ein- oder ausgeschlossen werden. Um den Einfluss dieser Unsicherheiten zu betrachten wurde der Wert der Kühlraten in Phase I, bei der der kühlratenabhängige Effekt am stärksten auftritt, sowohl halbiert als auch verdoppelt (vgl. Abb. 5.18). Der Mittelwert von  $\Delta v$  verschiebt sich von 7,03 mm<sup>3</sup>/g auf 6,92 mm<sup>3</sup>/g für die Halbierung bzw. 7,10 mm<sup>3</sup>/g für die Verdopplung der Kühlrate, was im Rahmen der Unsicherheit u(v)<sub>95%</sub> liegt und damit nicht signifikant ausfällt. Aufgrund des Logarithmierens des Kühlratenverhältnisses in Gleichung (19) müsste der Faktor der Kühlratenabweichung deutlich größer sein, um signifikante Änderungen hervorzurufen. Zudem handelt es sich beim Fehler bei der Ermittlung der Kühlrate um einen gleichgerichteten, systematischen Fehler, der beispielsweise durch die bei allen Temperaturverläufen ausgeschlossene Einsattelung zu hoch ausfallen könnte. Dadurch bleiben die Verhältnisse zwischen den betrachteten Proben nahezu identisch.



Abb. 5.18: Box-Plot von Δv der Oberfläche der betrachteten Laminate bei Halbierung und Verdopplung der ermittelten Kühlrate

Bei der Ermittlung der Glasübergangstemperatur T<sub>g</sub> bei 1 bar wurde in Kapitel 5.3.1 eine Abweichung des Wertes zwischen der pvT-Messung (98,2 °C) und der Bestimmung durch die DSC (96,4 °C) festgestellt. Zur Betrachtung der Sensitivität von  $\Delta v$  auf diesen Eingabewert wurde die Berechnung mit einer Variation von T<sub>g</sub> bei 1 bar um ± 2 K durchgeführt (vgl. Abb. 5.19). Der Mittelwert von  $\Delta v$  verschiebt sich von 7,03 mm<sup>3</sup>/g auf 6,81 mm<sup>3</sup>/g für die Verringerung bzw. 7,22 mm<sup>3</sup>/g für die Erhöhung. Damit liegen beide Änderungen ebenfalls innerhalb der Unsicherheit u(v)<sub>95%</sub> und sind daher nicht als signifikant anzusehen. Der Effekt einer Abweichung der ermittelten Glasübergangstemperatur um bis zu 2 K ist demnach vernachlässigbar.



Abb. 5.19: Box-Plot von  $\Delta v$  der Oberfläche der betrachteten Laminate bei Verschiebung der Glasübergangstemperatur Tg bei 1 bar um ± 2 K

Zusammengefasst zeigt sich, dass die Kühlratenabhängigkeit des pvT-Verhaltens die ermittelten spezifischen Volumina signifikant beeinflusst und gleichzeitig robust gegenüber den Unsicherheiten in der Parametrierung der Berechnung ist.

#### 5.4.2 Korrelation von Schwindungspotenzial und Oberflächenkenngrößen

Das ermittelte Schwindungspotenzial  $\Delta v$  kann nun für jeden Versuchslauf mit den zuvor betrachteten Oberflächenkenngrößen korreliert werden, um den Zusammenhang der Festkörperschwindung nach dem Glasübergang und der FDZ zu bewerten. Hierbei erfolgt auch der Vergleich der Modellierung mit und ohne die Kühlratenabhängigkeit der Glasübergangstemperatur. Für die Kenngrößen S<sub>q</sub>, S<sub>z</sub>, R<sub>q 0°</sub> und R<sub>q 90°</sub> ergeben sich mittlere bis hohe positive Korrelationen mit  $\Delta v$ , während für S<sub>ku</sub> eine schwach positive Korrelation besteht (vgl. Tabelle 5-3). S<sub>q</sub>, R<sub>q 0°</sub> und R<sub>q 90°</sub> zeigen im Vergleich bei Berücksichtigung der Kühlratenabhängigkeit einen deutlich erhöhten Korrelationskoeffizienten, während die Änderungen bei S<sub>z</sub> und S<sub>ku</sub> geringer ausfallen.

	Korrelationskoeffizient				
Kenngröße	mit Kühlratenabhängigkeit	ohne Kühlratenabhängigkeit (Referenz)	Differenz		
Sq	0,569	0,478	0,091		
Sz	0,601	0,607	- 0,006		
S <sub>ku</sub>	0,196	0,228	0,032		
R <sub>q 0°</sub>	0,554	0,455	0,099		
R <sub>q 90°</sub>	0,542	0,443	0,099		

Tabelle 5-3: Korrelation von Δv mit betrachteten Oberflächenkenngrößen

In Anbetracht der durch die Inhomogenität der Faserstruktur auftretende Standardabweichung der Oberflächenkenngrößen (vgl. Kapitel 4.2) sind die Korrelationskoeffizienten von mehr als 0,5 als vergleichsweise hoch anzusehen. Die Korrelationen von S<sub>q</sub>, R<sub>q 0°</sub> und R<sub>q 90°</sub>, welche die Ausprägung der FDZ beschreiben, liefern eine gute Übereinstimmung mit der Hypothese des Einflusses des spezifischen Volumens auf die FDZ. Die Berücksichtigung der Kühlratenabhängigkeit liefert im direkten Vergleich eine verbesserte Erklärungsgrundlage für den Zusammenhang einer stärker ausgeprägten FDZ bei erhöhtem spezifischem Volumen durch den bei höheren Temperaturen erfolgten Glasübergang. Der Zusammenhang zwischen Δv und S<sub>q</sub>, R<sub>q 0°</sub> sowie R<sub>q 90°</sub> mit und ohne Berücksichtigung der Kühlratenabhängigkeit ist für die einzelnen Datenpunkte in Abb. 5.20 dargestellt. Bei allen Abbildungen wird die Verschiebung der Werte von Δv auf ein höheres Niveau sowie das Aufspreizen der Datenpunkte für niedrige Werkzeugtemperaturen (blaue Datenpunkte) deutlich.



Abb. 5.20: S<sub>q</sub>, R<sub>q 0°</sub> und R<sub>q 90°</sub> in Abhängigkeit von Δv der Oberfläche mit und ohne Kühlratenabhängigkeit von T<sub>g</sub>, Werkzeugtemperatur als Farbskala

Die hohe Korrelation von  $\Delta v$  mit S<sub>z</sub> und insbesondere deren Gleichbleiben mit und ohne Berücksichtigung der Kühlratenabhängigkeit sind dadurch zu erklären, dass die Randbedingungen, die zu einem hohen spezifischen Volumen nach der Entformung führen, ebenfalls das Auftreten von lokalisierten Defekten (z. B. oberflächlicher Poren) begünstigen. Durch das schnelle Einfrieren können diese nicht durch lokales Fließen der Matrix in der Deckschicht der Laminate ausgeglichen werden. Diesbezüglich ist auch die niedrige Korrelation mit S<sub>ku</sub> gut zu erklären, da dieser Parameter das Verhältnis von lokalisierten Defekten in Bezug auf die Gesamtoberfläche darstellt. Bei höheren Werten von S<sub>q</sub>, was bei höherem  $\Delta v$  tendenziell der Fall ist, fällt S<sub>ku</sub> entsprechend niedriger aus und korreliert demnach nicht so stark mit dem Schwindungspotenzial. Der Zusammenhang von  $\Delta v$  und S<sub>z</sub> sowie S<sub>ku</sub> mit und ohne Berücksichtigung der Kühlratenabhängigkeit ist für die einzelnen Datenpunkte in Abb. 5.21 dargestellt.



Abb. 5.21: S<sub>z</sub> und S<sub>ku</sub> in Abhängigkeit von  $\Delta v$  der Oberfläche mit und ohne Kühlratenabhängigkeit von T<sub>g</sub>, Werkzeugtemperatur als Farbskala

#### 5.5 Zusammenfassung der Modellierungsergebnisse

Das Ziel der Modellierung war die Beschreibung der prozessinduzierten Schwindung im betrachteten Thermoformprozess anhand des pvT-Verhaltens der Matrix und deren Korrelation mit den Oberflächenkenngrößen zur Beschreibung der FDZ. Hierzu wurden die Verläufe des Prozessdrucks sowie der Laminattemperatur während des Pressvorgangs betrachtet und anhand von Messungen des pvT-Verhaltens der Matrix der Verlauf des spezifischen Volumens nachvollzogen. Die Temperatur wurde separat für den Kern sowie die Oberfläche des Laminates betrachtet. Beide Temperaturen wurden simulativ anhand der im Prozess gemessenen Werkzeugwandtemperatur bestimmt und ausgewertet. Die Glasübergangstemperatur wurde sowohl in Abhängigkeit des Drucks als auch der Kühlrate modelliert. Für den Einfluss letzterer wurde die Hypothese aufgestellt, dass das zeitabhängige Verhalten des Matrixpolymers mit dem kühlratenabhängigen Verhalten korreliert und daher mithilfe der Zeit-Temperatur-Superposition anhand der WLF-Gleichung berechnet werden kann. Hierdurch verschiebt sich die Glasübergangstemperatur mit zunehmender Kühlrate zu höheren Temperaturen, wodurch ein höheres spezifisches Volumen eingefroren wird. Dies führt zu einem höheren Schwindungspotenzial in Bezug auf das gleichgewichtige spezifische Volumen, das beim langsamen Abkühlen unter Umgebungsdruck vorliegen würde.

Die Auswertung der Temperatur- und Druckverläufe aller Versuchsläufe zeigt gute Korrelationen der betrachteten Oberflächenkenngrößen zur Beschreibung der FDZ mit dem Schwindungspotenzial Δv. Demnach ist die durch das pvT-Verhalten beschriebene Volumenschwindung als plausible Ursache für die FDZ anzusehen. Insbesondere durch die kühlratenabhängige Verschiebung der Glasübergangstemperatur erhöhen sich die Korrelationskoeffizienten. Dies ergibt sich maßgeblich aufgrund der Verschiebung der Glasübergangstemperatur erhöhen sich die Korrelationskoeffizienten. Dies ergibt sich maßgeblich aufgrund der Verschiebung der Glasübergangstemperaturen, wodurch höhere spezifische Volumina eingefroren werden als ohne diese Berücksichtigung erfasst werden könnte. Im Rahmen dieser Arbeit konnte allerdings nicht geklärt werden, wie stark sich die Glasübergangstemperatur für die hohen auftretenden Kühlraten tatsächlich verschiebt. Dies müsste mithilfe neuer Messmethoden evaluiert werden, welche die Messung des pvT-Verhaltens bei prozessnahen Kühlraten von bis zu 75 K/s erlauben. Diese lagen zum Zeitpunkt der Erstellung dieser Arbeit nicht vor. Die Hypothese zum Effekt des Temperaturgradienten in Dickenrichtung der Laminate konnte mit den vorliegenden Daten nicht gestützt werden.

## 6 Optimierung der Oberflächenqualität in der industriellen Praxis

Die Untersuchungen zum Einfluss von Prozessparametern, Laminataufbau und pvT-Verhalten im variothermen Thermoformprozess von kohlenstofffaserverstärktem PC haben gezeigt, dass durch geschickte Wahl dieser Parameter signifikante Reduktionen der FDZ erzielbar sind. Das Wirkgefüge erweist sich allerdings als recht komplex, insbesondere hinsichtlich der Interaktionen sowie teilweise gegenläufiger Effekte der betrachteten Faktoren. Im Folgenden werden daher Möglichkeiten zur Optimierung der Oberflächenqualität im industriellen Kontext aufgezeigt, die auf den Ergebnissen der Parameterstudie und der Modellierung basieren.

#### 6.1 Prozessoptimierung

In Kapitel 4.1 wurden die Einflüsse der Variation von Prozessparametern und Laminataufbau auf die entstehende FDZ und allgemeine Oberflächenqualität ausführlich beschrieben und als Regressionsmodelle in einen Gleichungszusammenhang gebracht. Aufgrund des bei der Versuchsplanung gewählten RSM-Designs können die Ergebnisse innerhalb der gewählten Grenzen anhand der modellierten Beziehungen interpoliert werden und so für alle Punkte innerhalb des Versuchsraums Vorhersagen für den resultierenden Zustand der Oberflächen gemacht werden.

#### 6.1.1 Numerische Parameteroptimierung

Die meisten Softwarepakete zur statistischen Versuchsplanung und Auswertung, wie das hier genutzte Design-Expert, bieten Module zur Optimierung der Faktoreinstellungen und resultierenden Ergebnisvariablen. So kann dann einerseits der gewünschte Zielzustand definiert (z. B. minimale FDZ und porenfreie Oberflächen) und andererseits die Grenzen der Prozessfaktoren anhand wirtschaftlicher Aspekte gesetzt werden (z. B. Reduktion des Energieeinsatzes bei der Werkzeugtemperierung und Minimierung der Zykluszeit). Dabei ist es für multivariate Experimente wie im hier vorliegenden Fall in der Regel nicht trivial ein Optimum zu bestimmen. Wie zuvor erwähnt können gegenläufige Effekte existieren, die bei optimalen Faktoreinstellungen für eine Ergebnisvariable zu nicht optimalen oder sogar unmöglichen Bedingungen für andere Ergebnisvariablen führen können. Eine Möglichkeit zur Bewertung der Zielerreichung bietet der sog. Desirability Index (DI), der die Erwünschtheit des Ergebnisses als Faktor im Bereich von null bei maximaler Abweichung bis eins bei vollständiger Ziel-

erreichung ausdrückt. Die einzelnen DI können gewichtet und gemittelt als gesamter DI des betrachteten Prozesspunktes angegeben werden. Durch algorithmische Optimierung kann so der DI für den Zielzustand maximiert und damit die bestmöglichen Prozesseinstellungen und resultierenden Ergebnisgrößen ermittelt werden. [109]

Im Folgenden werden exemplarisch einige besonders relevante Zielformulierungen betrachtet und Prozesseinstellungen zur Erreichung eines möglichst hohen DI aufgezeigt. Die Optimierung erfolgt für beide betrachteten Lagenaufbauten separat, da sich diesbezüglich hinsichtlich der Prozessparameter signifikante Unterschiede ergeben haben, wie aus den diskutierten Interaktionseffekten abzuleiten ist. Aufgrund der Modellstruktur ist es bei der Optimierung möglich, dass die Ergebnisvariablen einen niedrigeren Wert annehmen, als es bei der Versuchsdurchführung beobachtet wurde. Die Auswertung erfolgt anschließend anhand der zehn besten gefundenen Faktorkombinationen und für die resultierenden Oberflächenkennzahlen werden der Mittelwert und die Standardabweichung dieser zehn Kombinationen angegeben. Anzumerken ist, dass die betrachteten Fälle lediglich Beispiele einer generellen Optimierung darstellen, welche die gemeinsame Wirkung aller beschriebenen Prozessparameter beschreiben. Da in der industriellen Anwendung für jedes Bauteil die Qualitätskriterien der Oberflächenausprägung individuell festgelegt werden, können hier nur Tendenzaussagen getroffen werden. Für die Annäherung des FKV an die in Kapitel 3.3.4 dargestellte Referenz eines Spritzgussteils mit Hochglanzoberfläche wäre beispielsweise die Reduktion aller betrachteten Oberflächenkennzahlen eine mögliche Zielformulierung.

# Erzielung der bestmöglichen Oberflächenqualität mit geringer FDZ und wenigen lokalen Defekten

Der erste betrachtete Fall bildet die Maximalforderung nach der besten erreichbaren Oberflächenqualität im Thermoformprozess ab. Für die Zielerreichung sollen die Prozesseinstellungen so gewählt werden, dass die Werte der betrachteten Kenngrößen S<sub>q</sub>, S<sub>z</sub> und S<sub>ku</sub> global über den betrachteten Parameterraum minimiert werden (vgl. Tabelle 6-1). Die beiden R<sub>q θ</sub> Werte können in diesem Fall vernachlässigt werden, da sie stark positiv mit S<sub>q</sub> korreliert sind und gemeinsam gegen ein Minimum streben. Restriktionen hinsichtlich der Prozessparameter werden nicht aufgestellt. Dies ist im industriellen Kontext eher selten der Fall, da in der Regel Herstellungskosten und Zykluszeiten maßgeblich die Ausgestaltung von Fertigungsprozessen mitbestimmen. Dennoch wird diese Zielformulierung hier betrachtet, da sie die Grenzen des Prozesses aufzeigen und so eine Basis für die weitere Verfahrensoptimierung bilden kann.

Parameter	Einheit	Untergrenze	Obergrenze	Ziel
Sq	μm	0,131	0,715	
Sz	μm	2,007	23,752	pro Lagenaufbau
S <sub>ku</sub>	-	3,189	495,498	giosa minimoren

Tabelle 6-1: Zielgrößen der Parameteroptimierung zur Erreichung der bestmöglichen Oberflächenqualität

Das Ergebnis der Optimierung zeigt ein differenziertes Bild für die beiden betrachteten Lagenaufbauten. Für Lagenaufbau A ergibt sich ein maximaler DI von 0,947, also nahezu vollständiger Zielerreichung. Für Lagenaufbau B wird sogar ein DI von 1 erreicht, da es bei den prognostizierten Werten von Sz zu geringeren Werten als bei der Beobachtung kommt und dies Hinsichtlich der Berechnung zur Übererfüllung des Teilziels führt. Die dafür vorgeschlagenen zehn besten Parameterkombinationen sind in Abb. 6.1 dargestellt. Beiden Fällen ist gemein, dass sowohl die Werkzeugtemperatur als auch die Schließkraft im Bereich des Maximums gewählt werden sollten. Diese beiden Faktoren stellen den größten Hebel bei der Optimierung der Oberflächenqualität dar, da sie sowohl die unmittelbare Abformung der Werkzeugoberfläche auf dem Laminat ermöglichen (vgl. Kapitel 4.1.5), als auch zu geringen Differenzen der spezifischen Volumina  $\Delta v$  führen, womit durch das reduzierte Schwindungspotenzial eine geringere FDZ erzielt werden kann (vgl. Kapitel 5.4.2). Starke Unterschiede ergeben sich bei der Laminatvorheiztemperatur, der Haltezeit und dem Laminat-Kavität-Dickenverhältnis LKD. Bei Lagenaufbau A ergibt sich eine Kombination aus minimalen Laminatvorheiztemperaturen, maximalen LKD und einer mittleren Haltezeit, für Lagenaufbau B maximale Laminatvorheiztemperaturen, mittlere bis niedrige LKD und lange Haltezeiten. Zu unterscheiden sind hierbei wiederum die Effekte durch das Nesting der Decklagen und durch Unterschiede in der Laminatqualität, die bei den durchgeführten Versuchen überlagert auftraten und deshalb nicht scharf voneinander abzugrenzen sind. Dies muss für die jeweilige Anwendung und Materialqualität im Einzelfall betrachtet werden. Die Entform- und Kühltemperaturen spielen in beiden Fällen eine untergeordnete Rolle und können daher hier weitgehend frei innerhalb des definierten Parameterbereichs gewählt werden. Die prognostizierten Werte der Oberflächenkennzahlen (vgl. Tabelle 6-2) liegen übereinstimmend mit der Zielformulierung auf einem sehr niedrigen Niveau, was sowohl eine geringe FDZ als auch wenige lokalisierte Defekte bedeutet.



Abb. 6.1: Prozessparameterkombinationen zur Erreichung der bestmöglichen Oberflächenqualität, Skala von -1 bis 1 von minimaler bis maximaler Faktoreinstellung

Tabelle 6-2:Resultierende Oberflächenkennzahlen der Parameteroptimierung zur Erreichung der<br/>bestmöglichen Oberflächenqualität

Kennzahl	Einheit	Lagenaufbau A		Lagenaufbau B	
		Mittelwert	Standardabw.	Mittelwert	Standardabw.
Sq	μm	0,152	> 0,001	0,133	> 0,001
Sz	μm	2,098	0,135	0,883	0,184
S <sub>ku</sub>	-	5,638	0,003	4,936	0,628

#### Minimierung des Energieeinsatzes bei möglichst guter Oberfläche

Eine Zielformulierung mit zunehmender Relevanz in der industriellen Praxis ist die Reduktion des Energieeinsatzes bei der Bauteilproduktion, welcher einen maßgeblichen Anteil an den variablen Herstellkosten ausmacht. Insbesondere die Verwendung von variothermer Temperierung gilt aufgrund des hohen Energiebedarfs im Vergleich zur isothermen Standardtemperierung als großer Kostenfaktor [57]. Daher sollen im Rahmen dieser Optimierungsbetrachtung die Prozesseinstellungen so gewählt werden, dass die Oberflächenkennzahlen und der Energieeinsatz gleichzeitig minimiert werden. Hierzu soll insbesondere die Differenz zwischen Werkzeugtemperatur bei Beginn der Umformung  $T_{W,S}$  und der Kühltemperatur  $T_{W,K}$  minimiert werden, da die zyklische Temperierung im variothermen Pressprozess einen hohen Energiebedarf aufweist. Demzufolge wäre eine möglichst niedrige Starttemperatur und eine möglichst hohe Kühltemperatur erwünscht. Für die Laminatvorheiztemperatur  $T_L$  wird eine Fallunterscheidung betrachtet. Im ersten Fall wird diese ebenfalls minimiert, im zweiten Fall kann sie frei gewählt werden, um die niedrigeren Werkzeugtemperaturen zu kompensieren und so die Oberflächenqualität zu verbessern (vgl. Tabelle 6-3).

Parameter	Einheit	Untergrenze	Obergrenze	Ziel
ΤL	°C	220	260	1) minimieren 2) -
T <sub>W,S</sub>	°C	100	160	minimieren
Т <sub>W,K</sub>	°C	40	60	maximieren
Sq	μm	0,131	0,715	minimieren
Sz	μm	2,007	23,752	minimieren
S <sub>ku</sub>	-	3,189	495,498	minimieren

Tabelle 6-3: Zielgrößen der Parameteroptimierung zur Minimierung des Energieeinsatzes bei möglichst hoher Oberflächenqualität

Aufgrund der Zielvorgabe der Minimierung der Laminatvorheiztemperatur ergibt sich für Fall 1 nun ein sehr ähnliches Bild hinsichtlich der Parametrierung für beide Lagenaufbauten (vgl. Abb. 6.2). Für Aufbau A wird ein maximaler DI von 0,767 und für Aufbau B von 0,759 erreicht. Sowohl Schließkraft als auch Kühltemperatur werden maximal gewählt, die Laminatvorheiztemperatur minimal und die Werkzeugtemperatur auf einer mittleren Faktoreinstellung. Letzteres zeigt insbesondere, dass ein kritischer Bereich der minimalen Werkzeugtemperatur existiert, um die Laminate wie zuvor gezeigt am frühzeitigen Einfrieren beim Initialkontakt mit dem Werkzeug zu hindern. Dadurch würde mehr spezifisches Volumen eingefroren, deutlich stärkere FDZ und damit auch höhere Werte der Oberflächenkennzahlen erzeugt. Leichte Unterschiede ergeben sich hinsichtlich der Haltezeit und LKD, welche aber trotzdem in beiden Fällen im oberen Bereich liegen. Bei der Entformungstemperatur zeigt sich für Aufbau A eine niedrige bis mittlere Einstellung als vorteilhaft, während für Aufbau B mittlere bis hohe Einstellungen tendenziell besser sind. Dies ist eine Folge der in Kapitel 4.1.2 erläuterten Interaktion zwischen dem Lagenaufbau und der Entformungstemperatur, die auf Unterschiede in der Laminatqualität zurückgeführt wurde und keinen strukturellen Unterschied durch die Anordnung der Verstärkungslagen darstellt. Basierend auf den anderen beobachteten Interaktionen ergeben sich auch die leichten Fluktuationen bei Haltezeit und LKD, welche sich aber beide im oberen Bereich der Einstellungen bewegen. Die prognostizierten Oberflächenkennzahlen (vgl. Tabelle 6-4) liegen oberhalb des zuvor betrachteten Optimalfalls, aber insbesondere für S<sub>q</sub> weiterhin im niedrigen Bereich. Dies würde sich in einer schwach ausgeprägten FDZ und stärkeren oder häufiger auftretenden lokalisierten Defekten äußern.



- Abb. 6.2: Prozessparameterkombinationen zur Minimierung des Energieeinsatzes bei möglichst hoher Oberflächenqualität (Fall 1), Skala von -1 bis 1 von minimaler bis maximaler Faktoreinstellung
- Tabelle 6-4:Resultierende Oberflächenkennzahlen der Parameteroptimierung zur Minimierung des<br/>Energieeinsatzes bei möglichst hoher Oberflächenqualität, Fall 1 und 2 separat be-<br/>trachtet

Kennzahl	Einheit	Lagenaufbau A		Lagenaufbau B	
		Mittelwert	Standardabw.	Mittelwert	Standardabw.
Sq	μm	1) 0,174 2) 0,172	1) 0,005 2) 0,004	1) 0,162 2) 0,149	1) 0,002 2) 0,002
Sz	μm	1) 3,920 2) 3,885	1) 0,290 2) 0,241	1) 3,960 2) 2,308	1) 0,340 2) 0,111
S <sub>ku</sub>	-	1) 18,876 2) 18,853	1) 3,860 2) 3,138	1) 24,115 2) 33,921	1) 3,025 2) 3,687

Durch die in Fall 2 wegfallende Vorgabe der Minimierung der Laminatvorheiztemperatur ergibt sich erneut ein differenziertes Bild (vgl. Abb. 6.3). Für Lagenaufbau A führt dies zu nahezu identischen Faktoreinstellungen und Prognosen wie zuvor, da die Minimierung der Laminatvorheiztemperatur hier generell zu den niedrigsten Werten der Kennzahlen führt. Für Lagenaufbau B ändern sich dagegen maßgeblich die empfohlenen Werte der Laminatvorheiztemperatur und des LKD, welche sich jeweils entgegengesetzt zu Fall 1 verhalten. Wie zuvor gezeigt, führen hohe Laminatvorheiztemperaturen und niedrige LKD bei Aufbau B tendenziell zu niedrigeren Oberflächenkennzahlen, insbesondere für S<sub>z</sub> durch die beobachtete Interaktion aus LKD und Lagenaufbau. Allerdings ist dies auch hier nicht trennscharf der Laminatqualität oder der Lagenanordnung zuzuordnen und muss im jeweiligen Anwendungsfall gesondert evaluiert werden. Die prognostizierten Werte für S<sub>q</sub> und S<sub>z</sub> verbessern sich durch die freie Wahl der Laminatvorheiztemperatur, während S<sub>ku</sub> bedingt durch das für S<sub>z</sub> vorteilhafte geringe LKD ansteigt.



Abb. 6.3: Prozessparameterkombinationen zur Minimierung des Energieeinsatzes bei möglichst hoher Oberflächenqualität (Fall 2), Skala von -1 bis 1 von minimaler bis maximaler Faktoreinstellung

#### Minimierung der Zykluszeit bei möglichst guter Oberfläche

Eine weitere Zielformulierung ist die Reduktion der Zykluszeit, da diese das maximale Produktionsvolumen pro Maschine bestimmt. Hierzu sollen die Heiz-, Kühl- und Haltezeiten des Prozesses verkürzt und die Oberflächenkennzahlen weiterhin minimiert werden. Da die Vorheizphase bei entsprechender Gestaltung der Anlagentechnik mit dem Kühlprozess des vorhergehenden Prozesslaufs und dem Wiederaufheizen des Werkzeugs parallelisiert werden kann, ist es möglich diese aus der Zielvorgabe auszuschließen. Zur Verkürzung der Aufheizzeit soll die Werkzeugtemperatur beim Start Tw,s minimiert werden, zur schnelleren Kühlung die Kühltemperatur Tw,K ebenfalls. Die Entformungstemperatur Tw,E wird so gewählt, dass die Bauteile frühestmöglich und bei der höchsten Endtemperatur des Werkzeuges entformt werden, um den Prozess an sich zu verkürzen und die Temperaturdifferenz zum erneuten Aufheizen zu verringern. Zudem wird die Haltezeit t<sub>h</sub> auf ein Mindestmaß reduziert (vgl. Tabelle 6-5).

Parameter	Einheit	Untergrenze	Obergrenze	Ziel
T <sub>W,S</sub>	°C	100	160	minimieren
Т <sub>W,K</sub>	°C	40	60	minimieren
T <sub>W,E</sub>	°C	70	90	maximieren
t <sub>h</sub>	°C	100	160	minimieren
Sq	μm	0,131	0,715	minimieren
Sz	μm	2,007	23,752	minimieren
S <sub>ku</sub>	-	3,189	495,498	minimieren

Tabelle 6-5:Zielgrößen der Parameteroptimierung zur Minimierung der Zykluszeit bei möglichst ho-<br/>her Oberflächenqualität

Unter diesen Vorgaben wird für Aufbau A ein maximaler DI von 0,715 und für Aufbau B von 0,725 erreicht. Die Ergebnisse spiegeln erneut einige der Tendenzen der zuvor betrachteten Fälle wider (vgl. Abb. 6.4). Die Schließkraft ist maximal und die Werkzeugtemperatur liegt trotz Minimierungsvorgabe für beide Lagenaufbauten auf einem mittleren Wert, was in Kombination essenziell für die Minimierung der Oberflächenkennzahlen ist. Auch zeigt sich erneut die Kombination aus minimaler Laminatvorheiztemperatur und maximalem LKD für Aufbau A und der umgekehrte Fall für Aufbau B. Die Entformungstemperatur wird fast vollständig maximiert und die Kühltemperatur vollständig minimiert, da deren Effekt auf die Oberflächenkennzahlen im Vergleich zu den anderen betrachteten Parametern relativ gering ausfällt. Der Effekt der Haltezeit wiederum ist größer, was dazu führt, dass diese nicht vollständig auf den Minimalwert abgesenkt werden kann, sondern rund um das untere Quartil liegt. Die prognostizierten Oberflächenkennwerte (vgl. Tabelle 6-6) steigen insbesondere für Sz und Sku im Vergleich zu den zuvor betrachteten Fällen deutlich an, es wäre also verstärkt mit lokalisierten Defekten auf der Bauteiloberfläche zu rechnen. Die Werte von S<sub>q</sub> verbleiben im niedrigen Bereich, die FDZ wäre demnach weiterhin schwach ausgeprägt.



- Abb. 6.4: Prozessparameterkombinationen zur Minimierung der Zykluszeit bei möglichst hoher Oberflächenqualität, Skala von -1 bis 1 von minimaler bis maximaler Faktoreinstellung
- Tabelle 6-6:Resultierende Oberflächenkennzahlen der Parameteroptimierung zur Minimierung der<br/>Zykluszeit bei möglichst hoher Oberflächenqualität

Kennzahl	Einheit	Lagenaufbau A		Lagenaufbau B	
		Mittelwert	Standardabw.	Mittelwert	Standardabw.
Sq	μm	0,184	0,010	0,164	0,014
Sz	μm	7,491	0,572	5,481	1,041
S <sub>ku</sub>	-	60,630	10,475	71,936	17,059

#### 6.1.2 Iterative Parameteroptimierung

Neben der numerischen Optimierung mit genauen Zielvorgaben besteht zudem die Möglichkeit zur iterativen Optimierung der Prozessgrößen. Dies ist insbesondere bei etablierten Prozessen hilfreich, da bestehende Zustände anhand einfacher Parameteranpassungen zielgerichtet verbessert werden können. Ein hilfreiches Mittel zur Visualisierung des Optimierungspotenzials stellen Einflussgrößendiagramme (engl.: perturbation plots) dar. Diese zeigen ausgehend von einem gewählten Referenzzustand die Änderung der betrachteten Ergebnisvariable bei einer Änderung eines einzigen Faktors unter Beibehaltung aller anderen. Damit können auf einen Blick die Wirkungen von Faktorvariationen eingesehen und die effektivsten Parameter identifiziert werden. Auch sie basieren auf den Modellen der signifikanten Faktoreinflüsse aus der Parameterstudie und werden für jede Ergebnisvariable einzeln erstellt.

Trägt man die Effektkurven der Faktoren ausgehend von einem definierten Referenzpunkt – im in Abb. 6.5 und Abb. 6.6 gezeigten Beispiel der mittleren Einstellung aller Faktoren – in einem gemeinsamen Diagramm auf, ergibt sich eine Übersicht über das Potenzial zur Beeinflussung der einzelnen Oberflächenkennzahlen. Der Referenzpunkt wird beim Start der Optimierung auf den gegenwärtigen Faktoreinstellungen gewählt, wodurch sich für jede Situation ein individuelles Einflussgrößendiagramm erstellen lässt. Aufgrund der Interaktionseffekte können sich nach dem Anpassen der Einstellungen vom ursprünglichen Referenzpunkt weg Änderungen in der Steigung oder sogar der Wirkrichtung der Effekte ergeben. Die Einflussgrößendiagramme bieten aufgrund des komplexen Wirkgefüges der betrachteten Prozessparameter eine einfache Möglichkeit zur Parameteroptimierung. Sie sind insbesondere einer tabellarischen Darstellung der Optimierungspotenziale überlegen, da die Mehrdimensionalität der Effekte dort aufgrund der Faktorinteraktionen mit zahlreichen Fallunterscheidungen berücksichtigt werden müsste.



Abb. 6.5: Einflussgrößendiagramme der flächenhaften Oberflächenkennzahlen bei mittleren Faktoreinstellungen für Lagenaufbau A und B, Skala von -1 bis 1 von minimaler bis maximaler Faktoreinstellung



Abb. 6.6: Einflussgrößendiagramme der profilhaften Oberflächenkennzahlen bei mittleren Faktoreinstellungen für Lagenaufbau A und B, Skala von -1 bis 1 von minimaler bis maximaler Faktoreinstellung

#### 6.2 Materialseitige Optimierungsansätze

Als Optimierungsansätze hinsichtlich der Laminateigenschaften zur Reduktion der FDZ ergeben sich aus den Untersuchungsergebnissen zwei grundsätzliche Aspekte: die Reduktion der Volumenschwindung der Matrix und die verbesserte Homogenität der Faserverteilung sowohl in den einzelnen Verstärkungslagen als auch im gesamten Laminat.

Eine reduzierte Volumenschwindung der Matrix führt zu einer geringer ausgeprägten FDZ, wie bereits im Stand der Technik (Kapitel 2.4.5) erläutert und durch die Ergebnisse der Modellierung (Kapitel 5.4.2) gestützt. Das Schwindungspotenzial Δv kann bei der Materialauswahl als Kennzahl herangezogen werden, um verschiedene Matrizes zu vergleichen und insbesondere das kühlraten- und druckabhängige Einfrieren zu berücksichtigen. Um  $\Delta v$  zu reduzieren kann dabei beispielsweise ein geringerer Wärmeausdehnungskoeffizent im Festkörperbereich (b<sub>2s</sub>) angestrebt werden, wodurch das Matrixvolumen beim Abkühlen weniger stark abnimmt. Dies kann, wie in der Vergangenheit bereits untersucht, z. B. durch Additivierung oder das Einbringen von Füllstoffen erreicht werden [11]. Ebenfalls wirksam wäre eine reduzierte Glasübergangstemperatur, um die Temperaturdifferenz vom Glasübergang bis zur Umgebungstemperatur zu verringern. Auch dies kann durch Additivierung erfolgen, wie im Beispiel der im Rahmen der Untersuchungen verwendeten flammgeschützten PC-Matrix (vgl. Kapitel 3.1.1).

Eine homogenere Faserverteilung in den einzelnen Tapelagen führt sowohl zu einer verringerten Ausprägung der FDZ als auch zu einer Veränderung ihres Erscheinungsbildes. Je homogener die Fasern über den Laminatguerschnitt verteilt sind, desto geringer fallen lokale Unterschiede in der Dickenschwindung aus. Dies verringert die Amplitude der FDZ, wie bei der Untersuchung der Einflüsse des Laminataufbaus (Kapitel 4.2) gezeigt. Zudem verkleinert sich auch die Strukturgröße durch die Verfeinerung von Faserbündeln und matrixreichen Zonen. Dadurch kann das menschliche Auge ab einem gewissen Punkt keine Linienstruktur mehr erkennen. Aus der wahrgenommenen FDZ wird damit eine Oberflächenrauheit, die sich stattdessen als Mattierung der Oberfläche äußert oder bei ausreichender Feinheit der Struktur sogar ganz verschwindet (vgl. Kapitel 3.3.1). Eine homogenere Faserverteilung in den einzelnen Tapelagen muss bereits bei deren Herstellung erzielt werden, da im weiteren Verarbeitungsprozess die erforderlichen Fließprozesse zum Auflösen von Faserbündeln und der Umlagerung der Fasern nur noch in sehr begrenztem Maße stattfinden können. Als Möglichkeit zur Verbesserung der Homogenität wäre beispielsweise der Einsatz von Rovings mit geringerer Filamentanzahl zur Erreichung einer gleichmäßigeren Faserverteilung über die Tapebreite zu nennen. Zur Herstellung von Laminaten mit möglichst homogener Faserverteilung bei gegebener Tapequalität können mehrere gleichgerichtete Tapelagen in direkter Folge gestapelt und so eine statistische Homogenisierung erzielt werden (Kapitel 4.1.1 und 4.2). Bei der Herstellung von Bauteilen mit hohen Anforderungen an die Oberflächenqualität muss dies unter Abwägung mit den mechanischen Anforderungen, der Dicke und dem Gewicht des Laminates erfolgen. Werden hierzu dünnere Tapes eingesetzt und die Dicke des gleichgerichteten Lagenstapels konstant gehalten, kann dieser statistische Effekt noch weiter begünstigt werden.

### 7 Zusammenfassung

Die Oberflächenausprägung von thermogeformten Mehrschichtlaminaten aus kontinuierlich faserverstärkten thermoplastischen Kunststoffen wird durch ein komplexes Wirkgefüge aus Einflussgrößen bestimmt. Insbesondere die FDZ, die Durchzeichnung der Faserverstärkung als linienförmiges Muster an der Bauteiloberfläche, kann eine ästhetische oder funktionelle Störung darstellen, die nach dem Umformprozess durch Nacharbeit behoben werden muss. Im Rahmen dieser Arbeit wurden die material- und prozessspezifischen Einflüsse auf die Ausprägung der FDZ bei Mehrschichtlaminaten aus unidirektional carbonfaserverstärktem Polycarbonat untersucht und bewertet.

Für die Bewertung der FDZ wurde eine Mess- und Analysemethodik erarbeitet, welche die bei UD-Verstärkungen aperiodische Struktur der FDZ beschreiben und anhand von standardisierten Kennzahlen der geometrischen Oberflächenspezifikation GPS greifbar machen kann. Dabei kommt der Messauflösung und der anschließenden Filterung der gemessenen Topographie eine wichtige Rolle zu, da hierdurch die zur Wahrnehmung der FDZ relevanten Strukturgrößen in die ermittelten Kennzahlen übertragen werden. Zur Charakterisierung der FDZ dienen die flächenhafte mittlere quadratische Höhe S<sub>q</sub>, die flächenhafte maximale Höhe S<sub>z</sub>, die flächenhafte Kurtosis S<sub>ku</sub> sowie die von der linearen Kennzahl Rq abgeleitete, richtungsabhängige Größe Rq B. Sq beschreibt das Ausmaß der FDZ auf der Gesamtoberfläche, wobei höhere Werte auf eine intensivere Ausprägung hinweisen. R<sub>g θ</sub> ermöglicht Aussagen über die FDZ in verschiedenen Faserorientierungen. Sz und Sku ermöglichen in Kombination mit Sg die Abgrenzung der FDZ von lokalen Defekten wie Poren, deren Auftreten ebenfalls den S<sub>q</sub>-Wert erhöht. Sz indiziert dabei die maximale Ausprägung lokaler Abweichungen, während S<sub>ku</sub> die Häufigkeit und Schwere aller Abweichungen repräsentiert. Zur Beschreibung der Effekte der Faser-Matrix-Verteilung wurde der lokale FVG in den äußeren 0°- und 90°-Lagen in Dickenrichtung über die Probenbreite betrachtet. Das Profil des lokalen FVG wurde analog zu den Topographiedaten gefiltert, um langwellige Schwankungen ohne Korrelation zur FDZ auszuschließen, und die Standardabweichung  $\sigma_{FVG}$  als Maß für die lokalen Schwankungen der Faser-Matrix-Verteilung herangezogen.

Bei der Untersuchung der Prozesseinflüsse auf die Oberflächenausprägung zeigte die Variation der Werkzeugtemperatur zu Beginn der Umformung den größten Einfluss, wobei eine Erhöhung zu einer geringeren FDZ und weniger bzw. schwächer ausgeprägten lokalen Defekten führt. Dabei ergibt sich insbesondere nahe der Glasübergangstemperatur eine starke Verringerung der FDZ durch Erhöhen der Werkzeugtemperatur und ein degressiv verlaufender Effekt bei weiterem Anstieg. In Kombination mit einer Erhöhung der Schließkraft (und damit implizit des Drucks) und der Haltezeit im warmen Werkzeug können so verringerte Niveaus der FDZ erreicht werden. Die beobachteten Faktorinteraktionen liefern ein differenziertes Bild verschiedener Effekte wie Auswirkungen von Qualitätsunterschieden der Laminate, Ausgleichsund Fließvorgängen sowie eines temperaturabhängigen Verhaltens in Dickenrichtung der Laminate. Dies unterstreicht die Komplexität der Entstehung der FDZ. Für die Auswirkungen der Faser-Matrix-Verteilung zeigte sich eine starke, positive Korrelation der linienhaften mittleren quadratischen Höhe R<sub>g 0°</sub> und der Standardabweichung des lokalen FVG σ<sub>FVG</sub>, die Ausprägung der FDZ in 0°-Richtung ist demnach maßgeblich von der Homogenität der Faserverteilung abhängig. Durch die Stapelung mehrerer gleichgerichteter Tapelagen mit statistischer Faserverteilung homogenisiert sich zudem der lokale FVG, was zu niedrigeren Werten von  $\sigma_{FVG}$  und damit zu geringerer FDZ führt. Für R<sub>q 90°</sub> konnte keine Korrelation nachgewiesen werden, obwohl der visuelle Eindruck der Laminatoberfläche den gleichen Mechanismus wie in 0°-Richtung nahelegt.

Das in der Parameterstudie beobachtete Verhalten zur Oberflächenausprägung wurde in einem theoretischen Modell unter Berücksichtigung des Schwindungsverhaltens des Matrixpolymers beschrieben. Hierzu wurde anhand gemessener Forminnendrücke und Werkzeugwandtemperaturen bei der Verarbeitung sowie des pvT-Verhaltens des Polymers der Verlauf des spezifischen Volumens v der Matrix über den Abkühlprozess betrachtet. Für jeden Versuchslauf wurden so die Glasübergangstemperatur und das an diesem Prozesspunkt herrschende spezifische Volumen individuell ermittelt. Da bei Abkühlvorgängen in amorphen Polymeren mit zunehmender Abkühlrate die Glasübergangstemperatur ansteigt und ein höheres spezifisches Volumen eingefroren wird, wurde diese ebenfalls bei der Berechnung berücksichtigt. Da die Ermittlung des pvT-Verhaltens bei den auftretenden hohen Abkühlraten (bis 75 K/s) bisher technisch nicht sinnvoll umsetzbar ist, wurde auf einen theoretischen Ansatz zurückgegriffen. Mithilfe der Zeit-Temperatur-Superposition anhand der WLF-Gleichung wurde die kühlratenabhängige Verschiebung der Glasübergangstemperatur bestimmt und bei der Auswertung des spezifischen Volumens berücksichtigt. Zur Bestimmung des Schwindungspotenzials wurde die Differenz Av des spezifischen Volumens beim Glasübergang zum Wert bei Raumtemperatur nach langsamer Abkühlung bei Umgebungsdruck herangezogen. Die Werte von  $\Delta v$  zeigen eine gute Korrelation zu den Oberflächenkennzahlen,

wobei insbesondere die Berücksichtigung der Kühlrate zur stärkeren Korrelation führt. Die schwindungsinduzierte FDZ wird durch das Zusammenspiel der gewählten Kennzahlen und der physikalischen Relevanz des pvT-Verhaltens gut beschrieben. Lediglich der hypothetisierte Effekt des Temperaturverlaufs in Dickenrichtung konnte anhand des Modells nicht nachvollzogen werden.

Zur Optimierung der Oberflächenqualität wurden sowohl prozess- als auch materialseitige Ansätze vorgestellt. Bei der Prozessoptimierung wurden zunächst globale Ansätze anhand numerischer Parameteroptimierung an drei beispielhaften, industriell relevanten Szenarien erörtert. Dabei zeigten sich die bei der Parameterstudie bereits identifizierten Tendenzen der möglichst hohen Werkzeugtemperaturen und Schließkräfte, sowie die teilweise gegenläufigen Prozesseinstellungen für die Lagenaufbauten, z. B. bei der Laminatvorheiztemperatur, dem LKD und der Haltezeit. Die vorgestellten Ansätze zur iterativen Prozessoptimierung anhand von Einflussgrößendiagrammen sind dagegen auf lokale Parametervariationen fokussiert. Ausgehend von einer bestehenden Prozessparametrierung können die effektivsten Stellschrauben zur zielgerichteten Verbesserung der Oberfläche anhand einzelner Kennzahlen identifiziert werden. Für die materialseitige Optimierung wurden die Reduktion der Volumenschwindung der Matrix sowie eine homogenisierte Faserverteilung in den Einzellagen und im Gesamtlaminat als Ansätze vorgestellt. Durch eine reduzierte Schwindung der Matrix im Festkörperbereich ergibt sich bei bis zum Glasübergangspunkt eben abgeformten Oberflächen eine geringere FDZ. Eine homogene Faserverteilung reduziert die Strukturgröße der FDZ, wodurch das Linienmuster feiner wird. Zudem verringern sich die lokalen Unterschiede der Dickenschwindung, wodurch die Amplitude der FDZ abnimmt.

Weiterer Forschungsbedarf besteht bei der Untersuchung der Effekte durch den Temperaturgradienten in Dickenrichtung, wobei der Fokus insbesondere auf die korrekte Erfassung des Temperaturverlaufs und die aus den Temperaturdifferenzen zwischen Kern und Oberfläche des Laminats entstehenden Schwindungseffekte gelegt werden sollte. Mit verbesserten Verfahren zur Erfassung der kühlratenabhängigen Änderung des spezifischen Volumens bei prozessnahen, hohen Abkühlraten könnte zudem eine genauere Modellierung der FDZ in Abhängigkeit der Prozessbedingungen und Matrixeigenschaften erfolgen. Eine dreidimensionale Betrachtung der Faser-Matrix-Verteilung an realen thermogeformten Laminaten könnte zudem zum Verständnis der Ausprägung der FDZ von tiefer liegenden Tapelagen mit von der Oberfläche abweichender Faserorientierung beitragen.

## 8 Literatur

- [1] Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK): *Leichtbaustrategie der Bundesregierung*, 2023
- [2] Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK): Info-Brief: Neuigkeiten aus dem Leichtbau, Ausgabe 2/2023, 2023
- [3] Fetting, Constanze: *"The European Green Deal"*, *ESDN Report*. Wien : ESDN Office, 2020
- [4] Brooks, Richard A.; Wang, Hongyan; Ding, Zerong; Xu, Jie; Song, Qinghua; Liu, Haibao; Dear, John P.; Li, Nan: A review on stamp forming of continuous fibre-reinforced thermoplastics. In: *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture* Bd. 5 (2022), Nr. 3, S. 411–430
- [5] Kia, Hamid G.: Modeling Surface Deformation of Glass Fiber Reinforced Composites. In: *Journal of Composite Materials* Bd. 20 (1986), Nr. 4, S. 335– 346
- [6] Neitzel, M. ; Blinzler, M. ; Edelmann, K. ; Hoecker, F.: Surface quality characterization of textile-reinforced thermoplastics. In: *Polymer Composites* Bd. 21 (2000), Nr. 4, S. 630–635
- [7] Reuter, Wolfram: Hochleistungs-Faser-Kunststoff-Verbunde mit Class-A-Oberflächenqualität für den Einsatz in der Fahrzeugaußenhaut. Kaiserslautern, Technische Universität Kaiserslautern, 2001
- [8] Blinzler, Marko: Werkstoff- und prozessseitige Einflussmöglichkeiten zur Optimierung der Oberflächenqualität endlosfaserverstärkter thermoplastischer Kunststoffe. Kaiserslautern, Technische Universität Kaiserslautern, 2002
- [9] Hochhalter, Jake D.; Massarello, Jack J.; Maji, Arup K.; Fuierer, Paul A.: The origins of fiber print-through in lightweight composite optics. In: *Novel Optical Systems Design and Optimization IX*. Bd. 6289 : International Society for Optics and Photonics, 2006, S. 628902/1–12
- [10] Hildebrandt, Klaus ; Schulte-Hubbert, Felix ; Medina, Luisa ; Mitschang, Peter: Influence of fabric parameters on surface waviness of FRPC: an experimental investigation and development of a model on surface waviness. In: *Applied Science and Engineering Progress* Bd. 8 (2015), Nr. 1, S. 1–10
- [11] Lück, André: *Oberflächenoptimierung endlosfaserverstärkter Thermoplaste*. Erlangen, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, 2020
- [12] NEITZEL, M.; MITSCHANG, P.; BREUER, U. (Hrsg.): Handbuch Verbundwerkstoffe: Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung. 2. Aufl. München : Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2014 — ISBN 978-3-446-43696-1
- [13] AVK INDUSTRIEVEREINIGUNG VERSTÄRKTE KUNSTSTOFFE E. V. (Hrsg.): Handbuch Faserverbundkunststoffe/Composites. Wiesbaden : Springer Fachmedien Wiesbaden, 2013 – ISBN 978-3-658-02754-4
- [14] Bonnet, Martin: *Kunststofftechnik*. Wiesbaden : Springer Fachmedien Wiesbaden, 2014 ISBN 978-3-658-03138-1

- Schürmann, Helmut: Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden, VDI-[Buch].
  2., bearb. und erw. Aufl. Berlin Heidelberg : Springer, 2007 ISBN 978-3-540-72189-5
- [16] Hopmann, Christian ; Wilms, Erik ; Beste, Christian ; Schneider, Daniel ; Fischer, Kai ; Stender, Sebastian: Investigation of the influence of melt-impregnation parameters on the morphology of thermoplastic UD-tapes and a method for quantifying the same. In: *Journal of Thermoplastic Composite Materials* Bd. 34 (2021), Nr. 9, S. 1299–1312
- [17] Gomarasca, S.; Peeters, D.M.J.; Atli-Veltin, B.; Dransfeld, C.: Characterising microstructural organisation in unidirectional composites. In: *Composites Science and Technology* Bd. 215 (2021), S. 109030
- [18] Ghosh, Somnath ; Nowak, Zdzislaw ; Lee, Kyunghoon: Tessellation-based computational methods for the characterization and analysis of heterogeneous microstructures. In: *Composites science and technology* Bd. 57 (1997), Nr. 9– 10, S. 1187–1210
- [19] Domininghaus, Hans; ELSNER, P.; EYERER, P.; HIRTH, T. (Hrsg.): Kunststoffe: Eigenschaften und Anwendungen. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2012 — ISBN 978-3-642-16172-8
- [20] Koltzenburg, Sebastian ; Maskos, Michael ; Nuyken, Oskar: Polymere: Synthese, Eigenschaften und Anwendungen. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2014 — ISBN 978-3-642-34772-6
- [21] Rudolph, Natalie: *Druckverfestigung amorpher Thermoplaste*. Erlangen, Universität Erlangen-Nürnberg, 2009
- [22] Rösler, Joachim ; Harders, Harald ; Bäker, Martin: Mechanisches Verhalten der Werkstoffe. Wiesbaden : Springer Fachmedien Wiesbaden, 2019 — ISBN 978-3-658-26801-5
- [23] Hirschfelder, Joseph ; Stevenson, David ; Eyring, Henry: A Theory of Liquid Structure. In: *The Journal of Chemical Physics* Bd. 5 (1937), Nr. 11, S. 896–912
- [24] Hirai, Nishio ; Eyring, Henry: Bulk viscosity of polymeric systems. In: *Journal of Polymer Science* Bd. 37 (1959), Nr. 131, S. 51–70
- [25] Vrentas, J. S. ; Duda, J. L.: Diffusion in polymer—solvent systems. I. Reexamination of the free-volume theory. In: *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition* Bd. 15 (1977), Nr. 3, S. 403–416
- [26] Vrentas, J. S.; Duda, J. L.: Diffusion in polymer–solvent systems. II. A predictive theory for the dependence of diffusion coefficients on temperature, concentration, and molecular weight. In: *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition* Bd. 15 (1977), Nr. 3, S. 417–439
- [27] Vrentas, J. S. ; Duda, J. L.: A free-volume interpretation of the influence of the glass transition on diffusion in amorphous polymers. In: *Journal of Applied Polymer Science* Bd. 22 (1978), Nr. 8, S. 2325–2339
- [28] Struik, L. C. E.: Physical aging in plastics and other glassy materials. In: *Polymer Engineering and Science* Bd. 17 (1977), Nr. 3, S. 165–173
- [29] Struik, L. C. E.: *Physical aging in amorphous polymers and other materials*. Delft, Niederlande, TU Delft, 1977

- [30] Zöllner, Olaf: *Kunststoffoptiken im Mehrschichtspritzguss*. Erlangen, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, 2012
- [31] Haward, R. N. ; Young, R. J.: *Physics of Glassy Polymers*. Dordrecht : Springer Netherlands, 2012 ISBN 978-94-011-5850-3
- [32] Breuer, H. ; Rehage, G.: Zur Thermodynamik der glasigen Erstarrung. In: Kolloid-Zeitschrift & Zeitschrift für Polymere Bd. 216–217 (1967), Nr. 1, S. 159– 179
- [33] Rudolph, N. ; Kühnert, I. ; Schmachtenberg, E. ; Ehrenstein, G.W.: Pressure solidification of amorphous thermoplastics. In: *Polymer Engineering & Science* Bd. 49 (2009), Nr. 1, S. 154–161
- [34] Jungmeier, Ariane ; Wildner, Wolfgang ; Drummer, Dietmar ; Kühnert, Ines: Compression-Induced Solidification: A Novel Processing Technique for Precise Thermoplastic Optical Components with Negligible Internal Stresses. In: *ISRN Optics* Bd. 2012 (2012), S. 1–10
- [35] Roth, Benedikt ; Wildner, Wolfgang ; Drummer, Dietmar: Dynamic Compression Induced Solidification. In: *Polymers* Bd. 12 (2020), Nr. 2, S. 488
- [36] Haward, R. N.: Occupied Volume of Liquids and Polymers. In: Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews Bd. 4 (1970), Nr. 2, S. 191– 242
- [37] Lechner, M. D. ; Gehrke, Klaus ; Nordmeier, Eckhard H.: Makromolekulare Chemie: Ein Lehrbuch für Chemiker, Physiker, Materialwissenschaftler und Verfahrenstechniker. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2014 — ISBN 978-3-642-41768-9
- [38] Roericht, Margarete: *Thermodynamik des Glasübergangs*. Karlsruhe, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2021
- [39] Williams, Malcolm L. ; Landel, Robert F. ; Ferry, John D.: The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids. In: *Journal of the American Chemical Society* Bd. 77 (1955), Nr. 14, S. 3701–3707
- [40] Greco, Antonio ; Gennaro, Riccardo ; Maffezzoli, Alfonso: Thermoforming of Thermoplastics Matrix Composites. In: NICOLAIS, L.: Wiley Encyclopedia of Composites. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, Inc., 2012 — ISBN 978-1-118-09729-8
- [41] Okine, Richard K.: Analysis of Forming Parts from Advanced Thermoplastic Composite Sheet Materials. In: *Journal of Thermoplastic Composite Materials* Bd. 2 (1989), Nr. 1, S. 50–76
- [42] Hildebrandt, Klaus: *Material- und prozessspezifische Einflüsse auf Oberflächeneigenschaften von endlosfaserverstärkten Thermoplasten*. Kaiserslautern, Technische Universität Kaiserslautern, 2015
- [43] Sweeney, G. J.; Monaghan, P. F.; Brogan, M. T.; Cassidy, S. F.: Reduction of infra-red heating cycle time in processing of thermoplastic composites using computer modelling. In: *Composites Manufacturing*, *3rd International Conference on Flow Processes in Composite Materials* 94. Bd. 6 (1995), Nr. 3, S. 255–262

- [44] Cunningham, J. E.; Monaghan, P. F.; Brogan, M. T.; Cassidy, S. F.: Modelling of pre-heating of flat panels prior to press forming. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* Bd. 28 (1997), Nr. 1, S. 17–24
- [45] Lahr, Robert: *Partielles Thermoformen endlosfaserverstärkter Thermoplaste*. Kaiserslautern, Technische Universität Kaiserslautern, 2007
- [46] Mitzler, Jochen ; Renkl, Josef ; Würtele, Martin: Hoch beanspruchte Strukturbauteile in Serie. In: *Kunststoffe* Bd. 2011 (2011), Nr. 3, S. 36–40
- [47] Kropka, Michael ; Muehlbacher, Mathias ; Neumeyer, Thomas ; Altstaedt, Volker: From UD-tape to Final Part – A Comprehensive Approach Towards Thermoplastic Composites. In: *Procedia CIRP* Bd. 66 (2017), S. 96–100
- [48] Breuer, Ulf: *Beitrag zur Umformtechnik gewebeverstärkter Thermoplaste*. Kaiserslautern, Technische Universität Kaiserslautern, 1997
- [49] Nowacki, Jan: *Prozessanalyse des Umformens und Fügens in einem Schritt* von gewebeverstärkten Thermoplasten. Kaiserslautern, IVW, 2001
- [50] Akkerman, R. ; Haanappel, S.P.: Thermoplastic composites manufacturing by thermoforming. In: Advances in Composites Manufacturing and Process Design : Elsevier, 2015 — ISBN 978-1-78242-307-2, S. 111–129
- [51] Antonelli, V ; Carbone, R ; Lindstedt, S ; Marissen, R: Pressure distribution and surface quality during forming of thermoplastic composites with a collection of rubber particles as mould half. In: *ICCM-17 Proceedings*, 2017, S. 10
- [52] Zöllner, Olaf: Optimierte Werkzeugtemperierung Anwendungstechnische Information 1104 d,e. Bayer AG, Geschäftsbereich Kunststoffe, Leverkusen 1999.
- [53] Yao, Donggang ; Chen, Shia-Chung ; Kim, Byung H.: Rapid thermal cycling of injection molds: An overview on technical approaches and applications. In: *Advances in Polymer Technology* Bd. 27 (2008), Nr. 4, S. 233–255
- [54] Chen, Hui-Li; Chien, Rean-Der; Chen, Shia-Chung: Using thermally insulated polymer film for mold temperature control to improve surface quality of microcellular injection molded parts. In: *International Communications in Heat and Mass Transfer* Bd. 35 (2008), Nr. 8, S. 991–994
- [55] Mattner, Tobias ; Popp, Julian ; Kleffel, Tobias ; Gröschel, Christian ; Drummer, Dietmar: High-Speed Forming of Continuous Fiber Reinforced Thermoplastics. In: Applied Composite Materials Bd. 27 (2020), Nr. 1–2, S. 37–54
- [56] Hohlbaum, Siegfried: Temperierung mit Wasser bis 230 °C als Ersatz für Öl. In: *Kunststoffe* Bd. 2020 (2020), Nr. 4, S. 34–36
- [57] Wang, Guilong ; Zhao, Guoqun ; Li, Huiping ; Guan, Yanjin: Analysis of thermal cycling efficiency and optimal design of heating/cooling systems for rapid heat cycle injection molding process. In: *Materials & Design* Bd. 31 (2010), Nr. 7, S. 3426–3441
- [58] Bürkle, Erwin ; Burr, August ; Müller, Andreas K. ; Kübler, Michael: Hochgeschwindigkeits-Werkzeugtemperierung: In drei Sekunden von 100 auf 140 Grad. In: Kunststoffe (2007), Nr. 10/2007, S. 210–214

- [59] Fischer, Christopher ; Jungmeier, Ariane ; Peters, Guido ; Drummer, Dietmar: Influence of a locally variable mold temperature on injection molded thin-wall components. In: *Journal of Polymer Engineering* Bd. 38 (2018), Nr. 5, S. 475– 481
- [60] Bayerl, Thomas ; Duhovic, Miro ; Mitschang, Peter ; Bhattacharyya, Debes: The heating of polymer composites by electromagnetic induction – A review. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* Bd. 57 (2014), S. 27– 40
- [61] Chen, Shia-Chung ; Lin, Yu-Wan ; Chien, Rean-Der ; Li, Hai-Mei: Variable mold temperature to improve surface quality of microcellular injection molded parts using induction heating technology. In: *Advances in Polymer Technology* Bd. 27 (2008), Nr. 4, S. 224–232
- [62] Bayerl, Thomas: Application of Particulate Susceptors for the Inductive Heating of Temperature Sensitive Polymer-Polymer Composites. Kaiserslautern, Technische Universität Kaiserslautern, 2012
- [63] Drummer, D ; Ehrenstein, G W ; Hopmann, C ; Vetter, K ; Meister, S ; Fischer, T ; Piotter, V ; Prokop, J: Innovative Prozesstechnologien für die Herstellung thermoplastischer Mikrobauteile - Analyse und vergleichende Bewertung. In: *Zeitschrift Kunststofftechnik* (2012), Nr. 8, S. 440–467
- [64] Leach, Richard: Introduction to Surface Topography. In: LEACH, R. (Hrsg.): Characterisation of Areal Surface Texture. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2013 — ISBN 978-3-642-36458-7, S. 1–13
- [65] DIN EN ISO 25178-2:2019-02: Geometrische Produktspezifikation (GPS) Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft – Teil 2: Begriffe, Definitionen und Oberflächenkenngrößen (ISO/DIS\_25178-2:2019)
- [66] DIN EN ISO 21920-2:2022-02: Geometrische Produktspezifikation (GPS) Oberflächenbeschaffenheit: Profile– Teil 2: Begriffe und Kenngrößen für die Oberflächenbeschaffenheit (ISO 21920-2:2021, korrigierte Fassung 2022-06); Deutsche Fassung EN ISO 21920-2:2022
- [67] DIN EN ISO 16610-1:2015-11: Geometrische Produktspezifikation (GPS) Filterung – Teil 1: Überblick und grundlegende Konzepte (ISO 16610-1:2015); Deutsche Fassung EN ISO 16610-1:2015
- [68] Covestro AG: Innovative lightweight construction concept for seat backs. URL https://www.covestro.com/de/news-pages/ch/innovative-lightweight-construction-concept-for-seat-backs. abgerufen am 2024-01-17
- [69] Massarello, Jack J.; Welsh, Jeffry S.; Hochhalter, Jake D.; Maji, Arup K.; Fuierer, Paul A.: Fiber print-through mitigation technique for composite mirror replication. In: *Optical Engineering* Bd. 45 (2006), Nr. 12, S. 123401/1–8
- [70] Massarello, Jack J.; Hochhalter, Jake D.; Fuierer, Paul A.; Maji, Arup K.: Composite mirror replication: curing, coating and polishing. In: *Optical Materials* and Structures Technologies II. Bd. 5868 : International Society for Optics and Photonics, 2005, S. 586800
- [71] de Souza, MI ; Mardel, Ji ; Fox, BI: Hygrothermal effects on painted carbon fibre composite surfaces. In: *Journal of Composite Materials* Bd. 47 (2013), Nr. 5, S. 539–547

- [72] Schubel, Peter J.; Johnson, Michael S.; Warrior, Nicholas A.; Rudd, Chris D.: Characterisation of thermoset laminates for cosmetic automotive applications: Part III–Shrinkage control via nanoscale reinforcement. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* Bd. 37 (2006), Nr. 10, S. 1757–1772
- [73] Kia, Hamid G: The Effect of Resin Formulation on the Surface Appearance of Glass Fiber Reinforced Polymers. In: *Journal of Composite Materials* Bd. 21 (1987), Nr. 12, S. 1145–1163
- [74] Koyanagi, Jun ; Arao, Yoshihiko ; Utsunomiya, Shin ; Takeda, Shin-ichi ; Kawada, Hiroyuki: High accurate space telescope mirror made by light and thermally stable CFRP. In: *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering* Bd. 4, The Japan Society of Mechanical Engineers (2010), Nr. 11, S. 1540–1549
- [75] Kraemer, M ; Middendorf, P ; Bauernhansl, T: Investigation on the influence of humidity on the topography of surfaces of polymeric class A carbon fiber reinforced plastics. In: *Journal of Composite Materials* Bd. 52 (2018), Nr. 30, S. 4247–4260
- [76] Lin, Huei-Jeng ; Liao, Chin-I. ; Jiang, Ren-Li ; Kuo, Yan-Min: Print-through phenomenon on the surface of GFRP: pilot study. In: *Journal of composite materials* Bd. 41, Sage Publications Sage UK: London, England (2007), Nr. 26, S. 3055–3078
- [77] Lin, Huei-Jeng ; Liao, Chin-I. ; Jiang, Ren-Li: Methods to Reduce the Printthrough Phenomenon on the Surface of FRP. In: *Journal of reinforced plastics and composites* Bd. 26, Sage Publications Sage CA: Thousand Oaks, CA (2007), Nr. 4, S. 377–389
- [78] Kuo, Yan-Min ; Lin, Huei-Jeng ; Lee, Yi-Hsiu ; Lai, Wei-Ming: Study of the decrease in print-through phenomenon on fiber-reinforced plastic material. In: *Journal of reinforced plastics and composites* Bd. 30, SAGE Publications Sage UK: London, England (2011), Nr. 24, S. 1989–2001
- [79] Guedes, Joana F. ; Martins, Marta SS ; Martins, Ramiro ; Rocha, Nuno: Carbon Nanotube Layer for Reduction of Fiber Print-Through in Carbon Fiber Composites. In: *Advances in Polymer Technology* Bd. 2019, Hindawi (2019)
- [80] Shiou, Fang-Jung ; Lai, Yao-Zih ; Tsai, Min-Long: Development of a lightweight portable optical measurement system for the print-through phenomenon of fiber-reinforced plastics. In: Seventh International Symposium on Precision Engineering Measurements and Instrumentation. Bd. 8321 : International Society for Optics and Photonics, 2011, S. 83213C
- [81] Herring, M.L. ; Mardel, J.I. ; Fox, B.L.: The effect of material selection and manufacturing process on the surface finish of carbon fibre composites. In: *Journal of Materials Processing Technology* Bd. 210 (2010), Nr. 6–7, S. 926– 940
- [82] DIN EN ISO 2813:2015-02: Beschichtungsstoffe Bestimmung des Glanzwertes unter 20°, 60° und 85° (ISO 2813:2014); Deutsche Fassung EN ISO 2813:2014
- [83] Byk-Gardner GmbH: Appearance einer Automobillackierung Lackverlauf und Abbildungsqualität.

- [84] Kia, Hamid G: A Technique for Predicting Molding Conditions which Result in Class A Surfaces for Glass Fiber Reinforced Polymers. In: *Journal of Composite Materials* Bd. 22 (1988), Nr. 9, S. 794–811
- [85] Mannella, G. A.; La Carrubba, V.; Brucato, V.; Zoetelief, W.; Haagh, G.: Noflow temperature in injection molding simulation. In: *Journal of Applied Polymer Science* Bd. 119 (2011), Nr. 6, S. 3382–3392
- [86] Wang, C.S.; lobst, Stanley A.: Reducing Fiber Readout of Structural Composite Panels. In: *Journal of Reinforced Plastics and Composites* Bd. 28 (2009), Nr. 19, S. 2377–2386
- [87] Lin, Huei-Jeng ; Lai, Wei-Ming ; Huang, Hou-Da ; Kuo, Yan-Min: Discussion on the Cause of Print-through Phenomenon of FRP and Several Improvement Methods. In: *Journal of Composite Materials* Bd. 44 (2010), Nr. 17, S. 2111– 2126
- [88] Hölzel, S. ; Michaeli, W.: Optimisation of the surface quality of thermoplastic composites with decoration foils. In: *Macromolecular Materials and Engineering* Bd. 284–285 (2000), Nr. 1, S. 91–96
- [89] Covestro Deutschland AG: Preliminary Datasheet Maezio® CF FR 1000.
- [90] Covestro Deutschland AG: Preliminary Datasheet Makrolon® CR100FR.
- [91] Covestro Deutschland AG: Technisches Datenblatt Makrolon® 2407.
- [92] Dörrenberg Edelstahl: Datenblatt 1.2342 (X37CrMoV5-1, Warmarbeitsstahl).
- [93] Dean, Angela ; Voss, Daniel ; Draguljić, Danel: Response Surface Methodology.
  In: DEAN, A. ; VOSS, D. ; DRAGULJIĆ, D.: Design and Analysis of Experiments, Springer Texts in Statistics. Cham : Springer International Publishing, 2017
   — ISBN 978-3-319-52248-7, S. 565–614
- [94] Jones, Bradley ; Nachtsheim, Christopher J.: Split-Plot Designs: What, Why, and How. In: *Journal of Quality Technology* Bd. 41 (2009), Nr. 4, S. 340–361
- [95] FRT GmbH: Technisches Datenblatt CWL Chromatischer Weißlicht Sensor.
- [96] DIN EN ISO 25178-3:2012-11: Geometrische Produktspezifikation (GPS) Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft – Teil 3: Spezifikationsoperatoren (ISO 25178-3:2012); Deutsche Fassung EN ISO 25178-3:2012
- [97] Leach, R. K.: Fundamental principles of engineering nanometrology. Second edition. Oxford, OX: Elsevier, William Andrew, 2014 — ISBN 978-1-4557-7750-1
- [98] Blateyron, François: The Areal Field Parameters. In: LEACH, R. (Hrsg.): Characterisation of Areal Surface Texture. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2013 — ISBN 978-3-642-36458-7, S. 14–43
- [99] Hessman, Patrick Arthur ; Riedel, Thomas ; Welschinger, Fabian ; Hornberger, Kurt ; Böhlke, Thomas: Microstructural analysis of short glass fiber reinforced thermoplastics based on x-ray micro-computed tomography. In: *Composites Science and Technology* Bd. 183 (2019), S. 107752
- [100] Mortensen, U.A.; Rasmussen, S.; Mikkelsen, L.P.; Fraisse, A.; Andersen, T.L.: The impact of the fiber volume fraction on the fatigue performance of glass fiber composites. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* Bd. 169 (2023), S. 107493

- [101] Lawrence, W. E. ; Manson, J. -A. E. ; Seferis, J. C.: Thermal and morphological skin-core effects in processing of thermoplastic composites. In: *Composites* Bd. 21 (1990), Nr. 6, S. 475–480
- [102] Wijskamp, Sebastiaan: *Shape Distortions in composites forming*. Twente, Universiteit Twente, 2005
- [103] Dymond, J. H.; Malhotra, R.: The Tait equation: 100 years on. In: International Journal of Thermophysics Bd. 9 (1988), Nr. 6, S. 941–951
- [104] Wang, Jian ; Hopmann, Christian ; Schmitz, Mauritius ; Hohlweck, Tobias ; Wipperfürth, Jens: Modeling of pvT behavior of semi-crystalline polymer based on the two-domain Tait equation of state for injection molding. In: *Materials & Design* Bd. 183 (2019), S. 108149
- [105] Hobbs, C. B.; Brown, C. S.: Pressure/Volume/Temperature (PVT) behaviour of polymers during ultrafast cooling, NPL Report (Nr. CMMT(A)163). Teddington, Vereinigtes Königreich : National Physical Laboratory, 1999
- [106] Chang, R. Y.; Chen, C. H.; Su, K. S.: Modifying the tait equation with coolingrate effects to predict the pressure-volume-temperature behaviors of amorphous polymers: Modeling and experiments. In: *Polymer Engineering & Science* Bd. 36 (1996), Nr. 13, S. 1789–1795
- [107] DIN 1319-4:1999-02: Grundlagen der Meßtechnik Teil 4: Auswertung von Messungen – Meßunsicherheit
- [108] Tsukada, Takuhei ; Minakuchi, Shu ; Takeda, Nobuo: Identification of processinduced residual stress/strain distribution in thick thermoplastic composites based on in situ strain monitoring using optical fiber sensors. In: *Journal of Composite Materials* Bd. 53 (2019), Nr. 24, S. 3445–3458
- [109] Khuri, André I. ; Mukhopadhyay, Siuli: Response surface methodology. In: *WIREs Computational Statistics* Bd. 2 (2010), Nr. 2, S. 128–149

## 9 Anhang

#### 9.1 Simulationsmodell des Temperaturverlaufs im Laminat

Der Laminatquerschnitt wurde zur Simulation zweidimensional als Fläche bestehend aus 10 x 40 rechteckigen Elementen mit Wärmeübertragung an allen vier Seiten (4node linear heat transfer quadrilateral) aufgebaut. Aufgrund der Symmetrie des Laminats sowie dem aufgeprägten zeitlichen Verlauf der Werkzeugtemperatur T<sub>W</sub>(t) kann repräsentativ eine Hälfte des Querschnitts betrachtet werden (vgl. Abb. 9.1). Die Dichte, Wärmeleitfähigkeit in Dickenrichtung und die spezifische Wärmekapazität der Laminate wurde aus einer Materialkarte des Herstellers übernommen. Der Kontakt zwischen Werkzeug und Laminat wurde als Film modelliert und ein bekannter Wert für den Wärmeübergangskoeffizienten zwischen dem eingesetzten Werkzeugstahl und dem Polycarbonat herangezogen (vgl. Tabelle 9-1).



- Abb. 9.1: Modell zur Simulation des Temperaturverlaufs im Laminat, zeitlicher Verlauf der Werkzeugtemperatur Tw(t) als thermische Last aufgeprägt
- Tabelle 9-1: Werkstoffkennwerte für Simulation des Temperaturverlaufs im Laminat

Eigenschaft	Wert	
Dichte [kg/m <sup>3</sup> ]	1500	
Wärmeleitfähigkeit Dickenrichtung [W/(m·K)]		
spezifische Wärmekapazität [J/kg]	1000	
Wärmeübergangskoeffizient Werkzeug / Laminat [W/(m²·K)]	1,25	
#### 9.2 Berechnung des idealisierten Startdrucks zur Messfehlerkompensation

Für die Modellierung des pvT-Verhaltens wird in den Fällen, bei denen ein Anschwellen des Drucks in der Haltephase beobachtet wird, ein idealisierter Startdruck bestimmt, welcher sich ohne den Effekt der Sensorverklemmung nur durch die temperaturabhängige Veränderung des Kavitätsspalts einstellen würde. Hierzu wurde ein Modell zum Fitting der Startdrücke aus den gemessenen Druckkurven an die Werkzeugtemperatur sowie die Schließkraft aufgestellt. Aufgrund des über Temperatur und Druck jeweils erwarteten linearen Druckanstiegs  $p(T_W,F_s)$  wurde eine Ebenengleichung als Modell für das Fitting der Daten gewählt:

$$p(T_W, F_S) = c_1 T_W + c_2 F_S + c_3$$
(24)

Als Input für das Fitting wurden die Startdrücke der Druckkurven ohne bzw. mit leichtem Anschwellen um bis zu 50 bar verwendet. Die Druckkurven ohne Anschwellen bilden das idealisierte lineare Verhalten gut ab und die Nichtlinearitäten des verklemmten Sensors bleiben weitgehend ohne Effekt. Da bei diesen Datensätzen nur ein sehr geringer Anteil bei hohen Werkzeugtemperaturen und Schließkräften aufgenommen wurde, wurden die Datensätze mit Druckanstieg um bis zu 50 bar hinzugenommen. Dies verbreitert die Datengrundlage für das Fitting, was die Robustheit und Aussagekraft bei diesen hohen Parametereinstellungen verbessert. Die Parameter (c<sub>1</sub>, c<sub>2</sub>, c<sub>3</sub>) des gefitteten Modells sind in Tabelle 9-2 dargestellt. Mit der so aufgestellten und parametrisierten Ebenengleichung ergeben sich die modellierten Startdrücke als lineare Verschiebung der Schließkraft-Druck-Kurve für ein gegebenes Niveau der Werkzeugtemperatur (vgl. Abb. 9.2).

Parameter	Einheit	Wert	Standardabweichung
<i>C</i> <sub>1</sub>	bar / °C	3,951	0,242
$C_2$	bar / kN	0,069	0,006
C <sub>3</sub>	bar	- 436,334	34,529

Tabelle 9-2: Gefittete Parameter der Ebenengleichung des Drucks in Abhängigkeit von Werkzeugtemperatur und Schließkraft



Abb. 9.2: Gemessener (links) und modellierter Startdruck (rechts) bei Beginn von Phase III in Abhängigkeit der Schließkraft (Werkzeugtemperatur über Farbskala dargestellt, Trendlinien für niedrige (blau), mittlere (grün) und hohe (rot) Werkzeugtemperaturen gestrichelt)

Diese modellierten Startdrücke können als Wert zur Korrektur der Druckkurven genutzt werden, die durch den verklemmten Sensor verfälscht wurden. Dafür wird die Differenz zwischen gemessenem Maximaldruck und dem modelliertem Wert von den entsprechenden Druckdatensätzen abgezogen, wodurch sich die Druckkurven bei der Abkühlung um diesen Betrag nach unten verschieben (vgl. Abb. 9.3). Die so korrigierten Druckkurven weisen einen plausiblen Verlauf auf und liegen für die Kombination aus maximaler Werkzeugtemperatur und Schließkraft unter dem erwarteten Maximum von 500 bar (vgl. Kapitel 3.2.2). Beim Lösen der Schließkraft ist bei den Versuchsläufen mit überhöhten Drücken ein betragsmäßig großer Druckabfall zu erkennen, der nach der Datenkorrektur ebenfalls auf plausible Werte analog zu den anderen Versuchsläufen zurückgeht. Daher wird für die Betrachtung angenommen, dass es im Verlauf der Abkühlung nicht zu einem Zurückstellen der Sensorverspannung kommt und die vom Startdruck ausgehende Drucksenkung ausschließlich durch Abkühlung des Werkzeugs und des Laminates entsteht.



Abb. 9.3: Exemplarischer Temperatur- und Druckverlauf mit korrigiertem Startdruck, Verlauf der korrigierten Druckkurve parallel zur gemessenen

## 9.3 Messunsicherheit und Fehlerfortpflanzung zur Berechnung des spezifischen Volumens

Die geometrische Messunsicherheit der Messgrößen wird anhand Norm-, Datenblattund Kalibrierwerten des eingesetzten Equipments berechnet. Die jeweiligen Unsicherheiten werden mit einer Verteilungsfunktion gewichtet und damit der Messunsicherheitsanteil bestimmt. Ist die Unsicherheit der einzelnen Komponenten als Standardabweichung angegeben, wird eine Normalverteilung zugrunde gelegt (Division durch 2), bei der Angabe von Toleranzgrenzen eine Rechteckverteilung (Division durch  $\sqrt{3}$ ). Der Messunsicherheitsanteil wird quadriert, die Wurzel der Summe aller Werte gezogen und damit die Messunsicherheit ermittelt. Die Eingabewerte und die ermittelte Messunsicherheit der Temperaturmessung u(T) sind in Tabelle 9-3 und für die Druckmessung u(p) in Tabelle 9-4 dargestellt. Zur Berücksichtigung dieser Unsicherheiten bei der Berechnung des spezifischen Volumens anhand Gleichung (11) wird anschließend die Gesamtunsicherheit in der Angabe des spezifischen Volumens u(v) nach dem Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetz für mehrere unabhängige fehlerbehaftete Größen berechnet:

$$u(v) = \sqrt{\left(\frac{\partial v}{\partial T}u(T)\right)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial p}u(p)\right)^2}$$
(25)

Einflussfaktor	Wert in K	Anmerkung	Verteilung	Messunsicher- heitsanteil in K
Abweichung des Thermoelements	1,5	IEC 60584 Klasse 1	Rechteck	0,87
Unsicherheit des Messumformers	1,6	1 % des max. Messwerts (160 °C)	Normal	0,80
Verlängerungen (Thermoleitung)	1,5	IEC 60584 Klasse 1	Rechteck	0,87
		resultierende Messu Temperaturmess	nsicherheit ung u(T)	1,46 K

Tabelle 9-3: Messunsicherheit der Temperaturmessung im Thermoformprozess

Tabelle 9-4: Messunsicherheit der Druckmessung im Thermoformprozess

Einflussfaktor	Wert in bar	Anmerkung	Verteilung	Messunsicher- heitsanteil in bar
Linearität des Sensors	2,6	0,13 % des Messbereichs (0 – 2000 bar)	Normal	1,30
Unsicherheit des Messumformers	8,0	1 % des max. Messwerts (800 bar)	Normal	4,00
Linearität des Messumformers	0,4	0,02 % des Messbereichs (0 – 2000 bar)	Normal	0,20
Temperaturabhängiger Messfehler	0,006	150 ppm / °C (40 °C max. Umge- bungstemperatur)	Normal	> 0,01
Zeitlicher Drift	0,638	0,0032 bar / s (200 s max. Messzeit)	Rechteck	0,37
		resultierende Messu Druckmessung	nsicherheit g u(p)	4,23 bar

# Publikationen

#### Paper

Voltz, M.O.; Zöllner, O.; Mitschang, P.: Effects of thermoforming parameters and layup on unidirectional reinforced amorphous thermoplastic composite surfaces. In: Composites Part A: Applied Science and Manufacturing Bd. 180, Mai 2024, Artikel 108063, DOI: 10.1016/j.compositesa.2024.108063

#### Konferenzbeiträge und Proceedings

Voltz, M.O.; Zöllner, O.; Mitschang, P.: Effects of Thermoforming Parameters on Surface Quality of Unidirectional Reinforced Amorphous Thermoplastic Composites. Proceedings ITHEC 2022, 6th International Conference and Exhibition on Thermoplastic Composites, Bremen, Deutschland, 12. – 13. Oktober 2022, S. 72 – 75

Voltz, M.O.; Zöllner, O.; Mitschang, P.: Methodology for characterizing the fiber print through and overall surface quality for unidirectional reinforced composites. Proceedings of the 23rd International Conference on Composite Materials (ICCM23), Belfast, Vereinigtes Königreich, 30. Juli – 04. August 2023

Kloiber, K.; Voltz, M.O.; Marschik, C.; Wenniger, M.; Kohl, S.; Hochleitner, G.: Automated Quality Assessment of UD Tapes. 38th International Conference of the Polymer Processing Society, St. Gallen, Schweiz, 22. – 26. Mai 2023

## Lebenslauf

### Persönliche Angaben

Name:	Marc Oliver Voltz

Geburtsort: Saarbrücken

### Studium und schulische Ausbildung

2000 – 2009	Allgemeine Hochschulreife, Gymnasium am Steinwald, Neunkirchen (Saar)
2010 – 2015	Bachelorstudium Wirtschaftsingenieurwesen, Fachrichtung Maschinenbau, Technische Universität Kaiserslautern
2015 – 2018	Masterstudium Wirtschaftsingenieurwesen, Fachrichtung Maschinenbau, Technische Universität Kaiserslautern

#### Berufliche Laufbahn

2018 – 2023	Application Development Scientist, Business Entity Engineering
	Plastics, Covestro Deutschland AG, Leverkusen
	Anwendungs- und Verfahrensentwicklung für kontinuierlich
	faserverstärkte Thermoplaste

seit August 2024 Application Development Manager, Business Entity Specialty Films, Covestro Deutschland AG, Dormagen Anwendungs- und Verfahrensentwicklung für Spezialfolien

Marc Oliver Voltz

Leichlingen (Rheinland), Oktober 2024